

銅を拡散添加したシリコンウェーハの X線回折固有反射半値幅の測定

(昭和54年10月31日 原稿受付)

物理学教室 近 浦 吉 則
電子工学教室 山 田 啓 義

X-Ray Measurements of Half-Widths of Intrinsic Rocking Curve of Copper-Doped Silicon Wafers by means of Double-Crystal Technique

by Yoshinori CHIKAURA
Hiroyoshi YAMADA

Abstract

Precipitation of copper in silicon has been known to have profound effects on both structural and electrical properties of silicon. Intrinsic X-ray rocking curves of silicon wafers with such precipitates are measured by means of double-crystal technique. Measured values of half-widths are plotted against the diffusing-quenching temperatures. It is found that the value of half-width has a maximum and a minimum at temperatures of 1000°C and 1100°C, respectively. The characteristics of half-width vs. temperature are interpreted with a help of our previous X-ray topographic observations. The temperature range between maximum and minimum half-widths coincides with a temperature at which thermal conversion from n-type to p-type occurs.

Construction and design of a precise double-crystal goniometer system are also described.

§ 1. 緒 論

半導体の不純物元素による内部構造の変化は、種々の格子欠陥とともに、その電気的性質に大きな影響を与える。一般のシリコン半導体素子としては、銅元素の含有は極小におさえるが、積極的に銅不純物の深い準位を利用して、マイナーキャリアのキラーとして添加したり、あるいは多量の Cu を含有させ圧電素子に応用することもある¹⁾。この様な分野の拡がりがあることと、またシリコン中の銅元素の種々の興味深いふるまいのために、銅を含むシリコンの結晶構造の研究は比較的早くから行なわれている。特に銅を多量にドーブさせたシリコンの急冷に伴って生ずる析出物については、シリコン中の転位の“装飾”(decoration)²⁾による転位の観察^{3~5)}と関連して取組まれて以来、多くの研究者によって調べられてきている。^{6)~8)}

しかしながら、報告された析出形態は、なお互いに矛盾があり、統一的理解の域には至っていない。著者らは、銅を拡散ドーブしたシリコンウェーハのX線トポグラフィ観察から、新しい形態の析出物の存在と特別な回折条件のもとでコントラスト消滅がおこることを指摘した⁹⁾。

本研究では結晶構造解析の次の段階として、シリコンウェーハ内の析出に伴う微小な格子歪をX線方位計測によって調べた。方位計測(goniometry)は、位置的分布計測(topography)と相補的な関連性をもつものであるから、方位計測の測定結果は、著者ら⁹⁾による詳細なトポグラフィ観察の結果に照らし合わせて解釈した。

本研究の結果、拡散処理温度が800°Cから高くなる程1000°Cまでは、格子歪の増大があり、1000°Cで極大をとり、1100°Cまでは逆に減少すること、そして拡散温度1100°Cのときに格子歪は極小となりその後は、処理温度が高くなるにつれて格子歪は単調に増大することが見い

出された。

また、格子歪が極大となる 1000℃ と極小となる 1100℃ の間の温度領域は、導電の型が n 型から p 型へ変換する温度と一致することから、この熱的変換と析出の形態との関連について説明を試みた。

本論文では § 2、および § 3 においてシリコンウェハーの固有反射曲線を測定するのに必要な 0.1 [秒] 以下の角度分解が可能な計測システムの製作とその背景を述べ、§ 4 において試料の準備および X 線トポグラフィについて述べている。§ 5 においては、固有反射曲線の半値幅の測定結果について言及する。

§ 2. 回折 X 線固有半値幅測定原理

単一波長をもつ平行な X 線束が、完全に近い結晶に入射すると結晶中の無数の同一反射面によって多重散乱が起こり、その結果として結晶外へ出射する回折 X 線には角度拡がりが生ずる。この様な結晶内の X 線の多重散乱を厳密に取り扱った動力学的回折理論¹⁰⁾によると、吸収を無視できる結晶における対称 Bragg ケースの回折線のエネルギー流束の入射線のそれに対する比 P_h/P_0 は

$$P_h/P_0 = \begin{cases} \frac{1}{(|W| + \sqrt{W^2 - 1})^2} & |W| > 1 \\ 1 & |W| \leq 1 \end{cases} \quad (1)$$

但し、
$$\begin{cases} W = (\theta_0 - \theta_B) \frac{\sin 2\theta_B}{|\varphi_h|} \\ \theta_0: \text{入射角} \\ \theta_B: \text{屈折率で補正した幾何学的 Bragg 条件をみたすときの入射角} \\ \varphi_h: \text{分極率の } 4\pi \text{ 倍のフーリエ級数における } h \text{ 次の項} \end{cases}$$

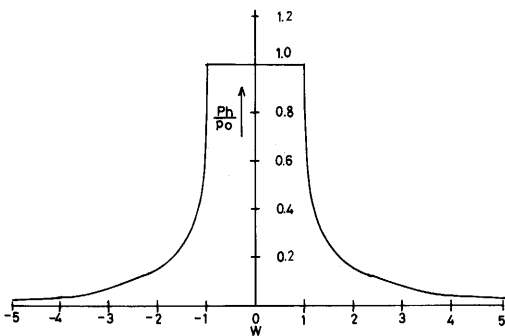


図 1 吸収がないときの対称 Bragg ケースの回折強度曲線

図 1 に示すように、 $|W| < 1$ が回折が実際におこる範囲となり、その角度幅 $\Delta\theta$ は、

$$\Delta\theta = \frac{|\varphi_h|}{\sin 2\theta_B} \quad (2)$$

となる。 $\Delta\theta$ の値は、例えば Si の $\text{MoK}\alpha_1$ による 1 1 1 反射で 3.06 [秒]、4 4 4 反射では 2.8 [秒] であり、一般に数秒の程度の非常に小さい角度幅である。

この固有反射曲線の測定には 2 つの方法が考えられる。1 つは回折 X 線の反射角度幅に対して十分に小さい角度拡がりをもつ X 線束をつくり、これを入射線とする方法^{11), 12)}である。このとき測定される回折 X 線強度のプロファイルは、図 1 の様になる。この方法による X 線計測は、入射 X 線束の角度拡がりが小さいため X 線の強度が微弱となり、従って通常の封入管球 (1~2 [KW]) では極めて困難である。第 2 の方法は、図 2 の様に同種同質の結晶 2 個を平行におき反射ベクトルを互いに反平行にする (+) 2 結晶反射を用いるものである。2 個の結晶が完全である限り第 1 結晶 C_1 によって回折された X 線は第 2 結晶 C_2 において必ず回折されるから、波長と角度の拡がりをもつ X 線を用いる場合でも、実質的に波長の分散は生じないし、入射 X 線の平行性の程度にも依存しない。結晶 C_2 で回折された X 線の強度一回転角の曲線は図 1 の曲線 2 個のコンボリューションで与えられる。その半値幅は、図 1 の半値幅にほぼ等しい。この方法による間接的な固有反射曲線の測定においては、第 1 結晶 C_1 への入射 X 線束を極めて高度に (例えば ~0.01 [秒]) 平行化する必要がないために、第 2 結晶 C_2 からの回折 X 線の強度は、第 1 の方法におけるより 100 倍程度大きくすることができる¹³⁾。

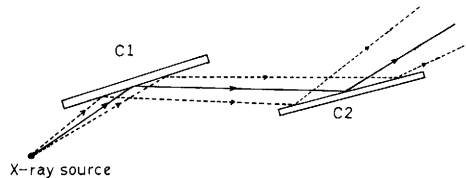


図 2 平行配置 (+, -) 二結晶法の原理図
C₁: 第 1 結晶, C₂: 第 2 結晶(試料)

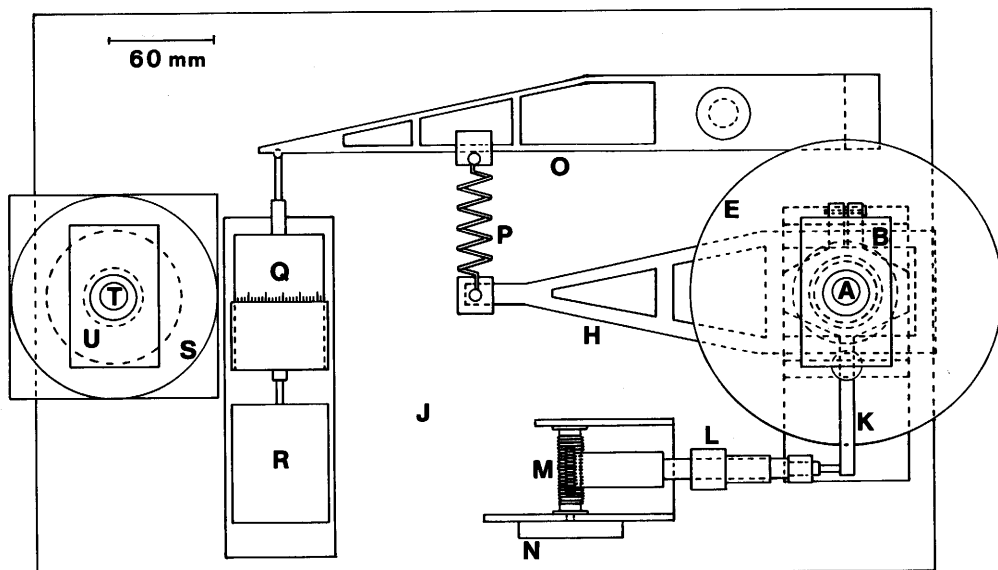
ここで結晶 C_2 に微小の欠陥を含む単結晶試料を用いると消費効果の減少による積分反射強度の増大と結晶格子の乱れによる反射角度幅の増大がおこるのであろう。従って平行配置 (+) 2 結晶法による X 線方位計測によって単結晶試料の完全結晶からの微小な構造の変化を

調べることができる。

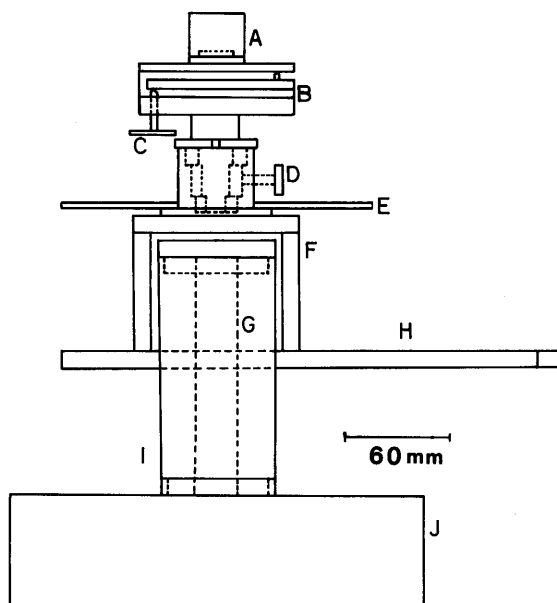
§ 3. 精密ゴニオメーターの試作

菊田ら¹⁴⁾は、超高真空槽内にステンレススチール円筒の弾性ねじりを利用した極微小回転のゴニオメーターをつくり、X線を照射した結晶からの光電子収量の測定を

行なっている。本研究で試作した精密2結晶法ゴニオメーターシステムにおける第2結晶部の高精度回転機構は菊田らの方法を取り入れた。円筒の弾性ねじりを利用する利点は2つある。その1つは、微小回転の精度および再現性が格段によいこと、その2は、ベアリングシステムを利用した極微小回転機構の精密工作は名人芸的な技

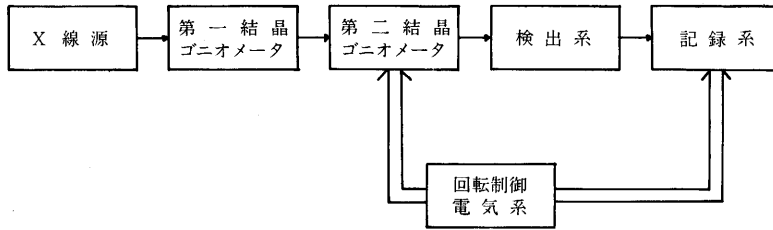


(a): 全体図



(b): 第2結晶部精密ゴニオメーター

図3 試作された二結晶法回折装置の概念図



SYSTEM BLOCK DIAGRAM

図4 方位計測装置のシステムブロック図

術を要するが、円筒の弾性を利用する方法ではその必要がないことである。ただし、円筒ねじりの回転可能な角度範囲は高々数〔分〕であるため、中精度（ ~ 1 〔秒〕）で数〔度〕の可回転範囲をもつ回転機構ならびに粗な（ ~ 0.5 〔度〕）回転機構を円筒ねじりの回転軸上に直列につけなければならない。試作装置を上部からみた設計図を図3（a）に、第2結晶部ゴニオメーターを水平方向から見た図を図3（b）に示す。

まず、第1結晶 C_1 がおかれているゴニオメーターヘッドTにX線が入射すると、それを結晶あり（精度 ~ 1 〔分〕）Uおよび光学スペクトロメーターS（精度 ~ 10 〔秒〕）でBragg回折をおこさせる。この第1結晶からの回折X線が第2結晶（試料）部Aに入射する。試料を手動の粗な回転機構Dで約 1 〔度〕以内に回折角にあわせる。次に約 4 〔度〕の回転範囲と 1 〔秒〕の角度分解精度をもつ回転機構による中精度の角度調整を行なう。この調節は、アームK、マイクロメーターヘッドL、 $42:1$ のウォームギアM、パルスモーターNを用いる。最終的に切り込みを入れたステンレススチール円筒Gを、そのアームH、パネP、アームO、マイクロメーターヘッドQ、および水冷パルスモーターRを介して微小回転を行なう。その際精密結晶あり機構B（精度 ~ 10 〔秒〕）も使わなければならない。

制御システムのブロック図を図4に示している。パルス発生器より同一パルスを第2結晶部、パルス計数器および記録系へ入れ、記録紙の横軸およびパルス計数器の積算パルス数を結晶の回転角に対応させる。第2結晶からの回折X線の検出器、スケーラーからの出力を記録計に入力させる。

アームHの先端に公称精度 1 〔 μm 〕のダイヤルゲージをつけ、アーム先端の動き x 〔 $1/100$ mm〕を計測した結果を図5に示す。縦軸はマイクロメーターQの読み

y 〔mm〕でパルス計数器の積算値 z に比例するものである。

Qの読み y が増加する場合と減少する場合とで別々に測定したがダイヤルゲージの読み x のばらつきは、ゲージの読みの誤差内に入っている。

ダイヤルゲージの読み x 〔 $1/100$ mm〕は、 $9.940x$ 〔秒〕の回転角 θ 〔秒〕に対応する。実例の $y-x$ の関係式の傾きが 3.551 であることから、

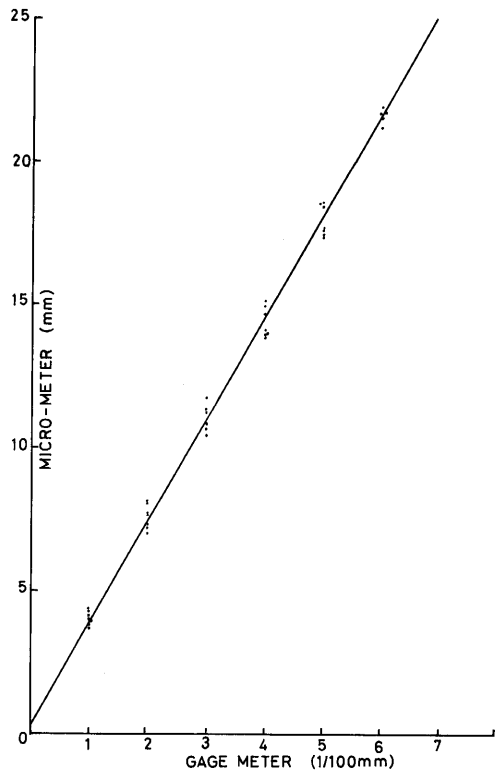


図5 精密ゴニオメーターの距離・角度較正直線

$$\theta = 2.800y \text{ [秒]} \quad (3)$$

をうる。また、パルスモーターRは、1パルス当り0.036 [度]回転で、マイクロメータヘッドQは1回転0.05 [mm]であるから、 $y = z/20000$ である。故に、

$$\theta = 1.400 \times 10^{-4} z \text{ [秒]} \quad (4)$$

となる。

また、回転角 θ は記録紙からも精度よく読みとることができる。例えば半値幅の小さい鋭い反射の場合は、パルスモーターRへの入力パルスの周波数に対する記録系への入力パルスのその比を大きくすることによって0.1 [秒]以下の精度で θ を読むことが可能である。

試作した2結晶回折装置はゴムで浮かせた重さ1 [トン]の鉄スラブの上におき、シリコンウェーハ(111)面の $\text{MoK}\alpha_1$ に対する固有反射曲線の測定を行なった。

§ 4. 銅の拡散処理とX線トポグラフ観察

本研究に用いた試料はFZ法で成長させたP添加(濃度; $\sim 1.7 \times 10^{14}$ [1/cm³]) n型Si(比抵抗; ~ 30 [Q-cm])のウェーハである。結晶表面方位は(111)、厚さ1 [mm]である。拡散処理前のウェーハには転位および積層欠陥は含まれていない。このウェーハの両面に 10^{-6} [Torr]の真空中で高純度銅を蒸着し、種々の

温度の高純度窒素ガス中で銅の拡散を行なった。拡散温度から室温までの急冷は、四塩化炭素(CCl_4)液体浴によった。その後、研磨および化学腐食でウェーハの両表面層約30~50 [μ]を取り除いた。

次節§ 5で述べる測定に用いた試料の拡散温度および処理前後の導電の型を表1にまとめた。

表-1

試料番号	拡散温度 [°C]	導電の型	
		前	後
0	拡散せず	n	n
1	8 0 0	n	n
2	9 0 0	n	n
3	1 0 0 0	n	n
4	1 1 0 0	n	p
5	1 2 0 0	n	p

拡散温度が1000 [°C]をこえると導電の型は、n型からp型へ変換することに注目したい。

図6 (a)は、900 [°C]以下の比較的低い温度で拡散処理したウェーハの典型的なX線トポグラフである。大きさ10~50 [μm]の球状の析出が生ずる。1000 [°C]~1100 [°C]で拡散した試料には、 $\langle 110 \rangle$ 方向の板状析出と $\langle 100 \rangle$ 方向の棒状析出が発生する³⁾この例を図6 (b)

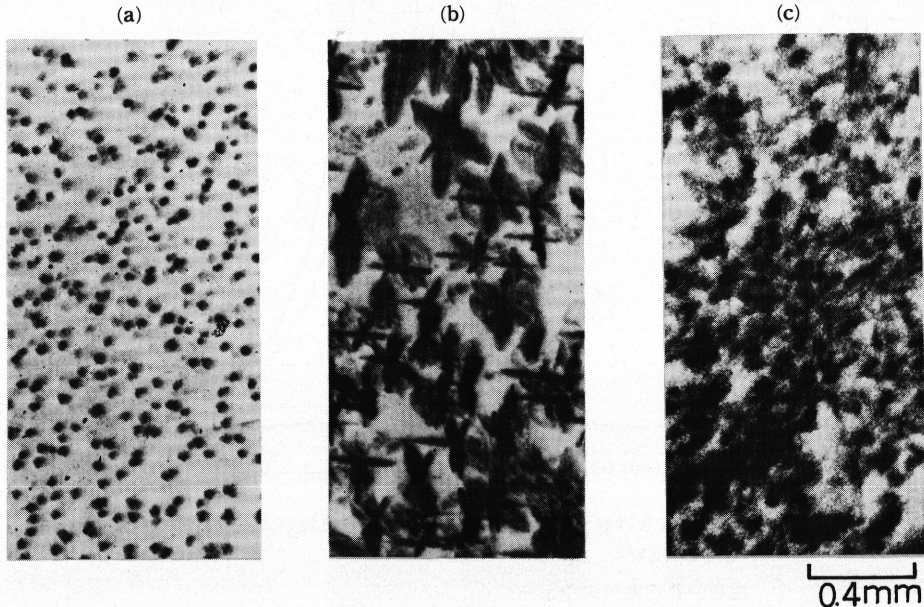


図6 銅を拡散添加したシリコンウェーハのX線トポグラフ。 $\text{MoK}\alpha_1$, 220反射
 (a): 拡散温度 800°C~900°C
 (b): 拡散温度 1000°C~1100°C
 (c): 拡散温度 1200°C以上

に示す。析出物の大きさは最大0.7 [mm] にも達する。また<110>析出には特別な回折条件のもとでコントラスト消滅が起こることが著者ら⁹⁾によって初めて見い出されている。拡散温度が更に高く1200 [°C] 以上になると図6(c)に示すように無定形の析出がウェーハー全体に生ずる。析出物の優先成長方位はない。

§ 5. 固有半値幅の測定結果とその考察

・5-1 各処理による半値幅の変化

まず各試料とも(1)拡散—急冷, (2)研磨および(3)化学腐食の各処理によるウェーハー表面の歪層の変化を調べる目的で各処理後の111反射の固有半値幅の測定をMoK α_1 を用いて行なった。(1)~(3)の3段階の各処理による変

化の傾向は、すべての試料について同じであるので拡散温度1100 [°C] のウェーハーの測定結果だけを図7に示した。拡散—急冷の処理後は、ウェーハー表面層には多量の銅がCu—Si系の種々の化合物¹⁵⁾が生じ、歪層が形成される。曲線1の半値幅は、18.9 [秒] に及んでいる。このウェーハー表面を10~30 [μ] 研磨することによって、Cu—Si系化合物による歪層は除去され、研磨による転位密度の高い塑性歪層が形成される。この歪層による半値幅(曲線2)は、16.0 [秒] である。更に化学腐食によりウェーハー表面層~20 [μ] を除くと結晶内部の構造による固有反射曲線3がえられる。このとき半値幅は、6.3 [秒] でピーク値も他の反射曲線1, 2のそれより高くなる。

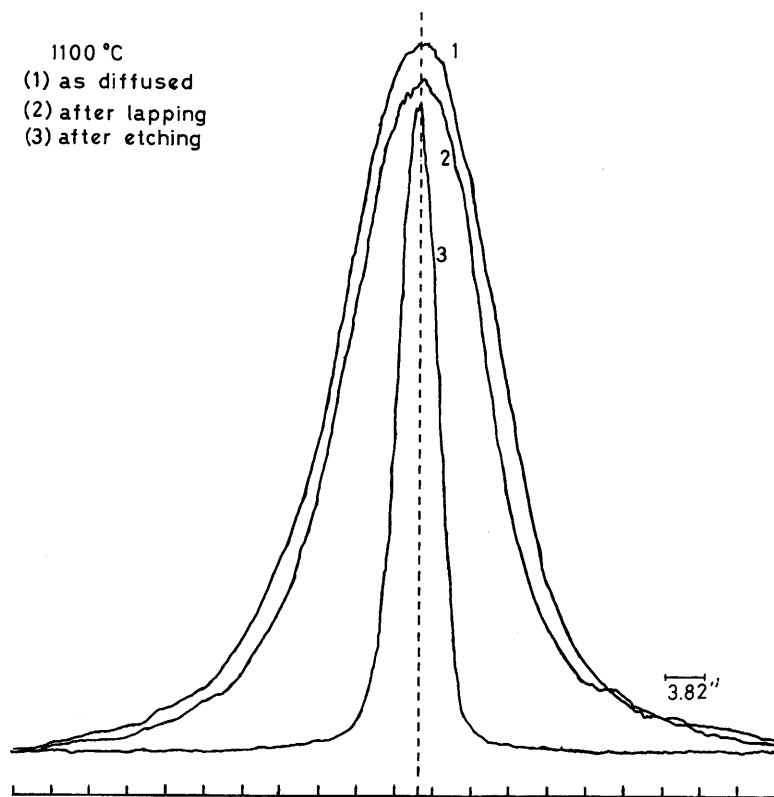


図7 1100 °Cで拡散を行なったウェーハーのその後の処理による反射曲線の変化。
MoK α_1 , 111反射。

- (1)：拡散—急冷直後のウェーハー
- (2)：研磨によって銅過剰の表面層を除去したウェーハー
- (3)：化学腐食によって機械的歪層を除去したウェーハー

(1), (2), (3)の処理を行なうにつれて、ピーク強度の減少、半値幅の減少および非対称性の発生がおこっている。

・5-2 固有半値幅と結晶内の微小歪

図8(a), (b), (c), (d), (e)は, 拡散温度がそれぞれ800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C の試料の111の固有反射曲線 ($\text{MoK}\alpha_1$)を拡散しない完全(に完い)結晶のそれとを比較したものである。

未拡散試料の半値幅は4.4 [秒] で, この値は $\text{MoK}\alpha_1$ に対する (111) 面の対称 Bragg ケースの選択反射領域角度幅 3.06 [秒] にくらべて 1.34 [秒] だけ大きくなっている。これは図 1 にみられるように固有反射曲線が $|W| > 1$ の領域ですそを引き, その半値幅自体 4.2 [秒] になっていて, この同じ曲線 2 つのコンボ

リューションが測定されるものだからである。未拡散試料の反射曲線はピーク位置に関して対称的な形をとっているが, 拡散試料では, いずれも回転角が小さい方に 0.1 ~ 0.5 [秒] ずれた非対称の形になっている。これは銅元素の固溶によって格子定数がわずかに大きい方にずれることに対応するものである。

また拡散試料のピーク値は, 未拡散試料のそれより低く反射角度幅も広がっているのは, 試料内の微小な格子歪による。(a)~(e)より測定された各試料の半値幅と処理温度との関係を図9に実線で示す。半値幅は初めのうち拡散温度が高くなるにつれて増大していくが, 約1000

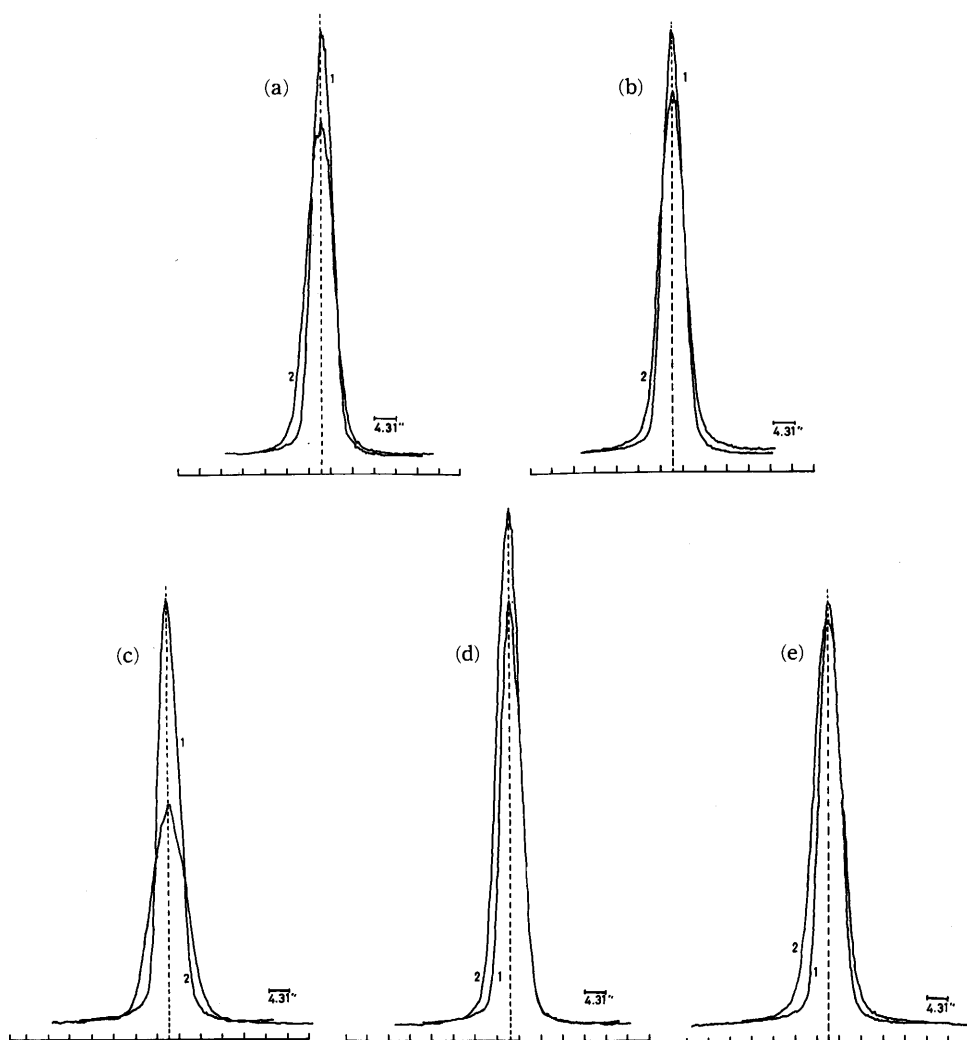


図8 銅を拡散添加したウェーハーの固有反射曲線(2)と未拡散ウェーハーのそれ(1)との比較。
 $\text{MoK}\alpha_1$, 111反射。

(a) : 800°C (b) : 900°C (c) : 1000°C (d) : 1100°C (e) : 1200°C

℃で極大となり減少する。この減少は約1100℃で止まり、再び半値幅は増大していく。極大から極小に変わる処理温度領域は、試料の導電の型がn型からp型へ変換する温度領域と一致する。

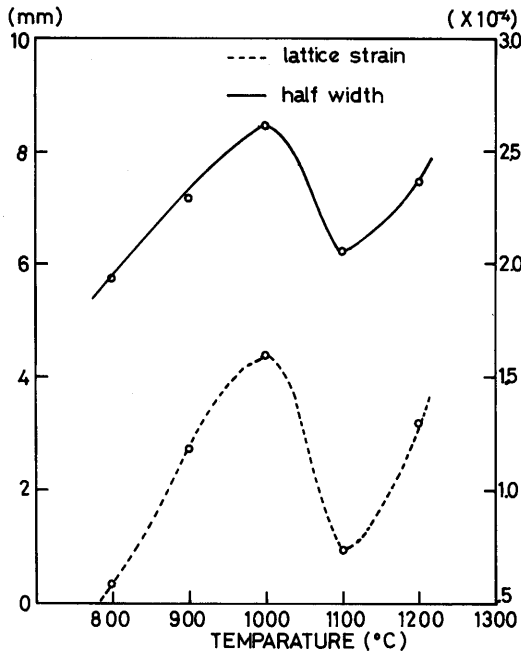


図9 拡散処理温度と固有反射曲線の半値幅およびウェーハー内格子歪の関係
 実線：半値幅
 点線：ウェーハー内格子歪

不純物拡散によるウェーハー内の応力σは、x, zをウェーハー表面に平行に、yを表面に垂直すなわち<111>方向にとると、

$$\begin{cases} \sigma_{xx} = \sigma_{zz} = \sigma \\ \sigma_{yy} = 0 \end{cases} \quad (5)$$

で与えられる。この応力σと歪εの間には、

$$\begin{cases} \epsilon_{xx} = \epsilon_{zz} = -\epsilon = \frac{\sigma(1-\nu)}{E} \\ \epsilon_{yy} = -\frac{2\sigma\nu}{E} \end{cases} \quad (6)$$

E:ヤング率, ν:ポアソン比, の関係がある¹⁶⁾

測定の反射ベクトル111は、ウェーハー面に垂直であるから、各固有反射曲線の完全結晶のそれとのずれはε_{yy}だけを反映したものである。厳密にはε_{yy}の値を仮定して格子変位の模型をつくり、それに対して歪結晶の動力学的回折理論であるTakagi方程式¹⁷⁾を数値的に解くことによって微小歪の解析が可能である。

ここでは、第0近似として運動学的に考え結晶内歪の程度を推定してみる。すなわち半値幅の増加Δωが幾何学的なBragg角の変化に対応すると仮定すれば、(111)面については、Braggの式より

$$\Delta\omega = \sin^{-1} \frac{\lambda}{2d_0} - \sin^{-1} \frac{\lambda}{2d_0(1+\epsilon_{yy})} \quad (7)$$

故に、

$$\epsilon_{yy} = \frac{\lambda}{2d_0 \sin(\theta_B - \Delta\omega)} - 1 \quad (8)$$

をうる。上式にλ, d₀, θ_Bと測定値Δωを代入するとε_{yy}をうる。この様にしてえられたウェーハー内歪ε_{yy}を図9に点線で示している。歪は10⁻⁴の桁であることがわかる。

・5-3 導電の型の熱変換と析出形態との関連

シリコン中の銅原子は、格子間型の場合1個のドナーとして、置換型では3個のアクセプターとして働く¹⁸⁾後者の場合、銅原子はシリコン原子と共有結合対をつくりd¹⁰sp³の型の混成軌道¹⁹⁾を形成する。d¹⁰sp³混成軌道の銅原子は8面体配位をとることから、銅原子とシリコン原子はB₃型ダイヤモンド構造(図10)の化合物をつくり、シリコン母相から析出する。この構造は、A₄型ダイヤモンド構造の単位格子のコーナー(000)と面心位置(½½0), (½0½), (0½½)を銅原子に置換したものである。組成はCuSiであるから、この構造は室温において平衡相ではなくシリコン母相格子との間の格子歪によって安定化されているものと考えられている¹⁹⁾導電の型は§4で述べている様に拡散処理温度が1100℃

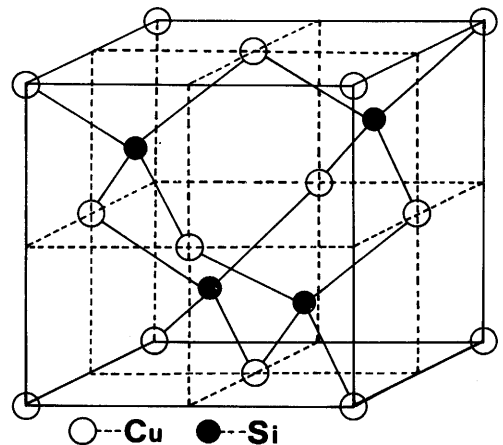


図10 B₃型ダイヤモンド構造のCu-Si化合物の単位格子¹⁸⁾。格子定数は5.72Åである。

以上で n型はp型へ変換される。これは銅原子によるアクセプター濃度の増大によるものであるから、処理温度と共に置換型銅原子数の格子間型のそれに対する比が増大しているといえることができる。

置換型銅原子は、B₄型構造 Cu—Si 析出をもたらす。著者らの X線トポグラフ観察によれば、800℃ から処理温度が上がるにつれて、1000℃ までは、生ずる球状析出物の大きさは増大し、またその数も増える。この温度領域での半値幅は、ほぼ直線的に増加することから、この歪の増加は同種(球状)の析出の増加によるものである。ところが拡散温度が1000℃ をこえると、析出物は優先成長方位をもつ“星状(rosette pattern)”となり析出物のまわりには、ループ状の転位の発生がおこる。この析出物の総体積は、相対的に低い温度で生ずる球状析出の場合より明らかに大きくなっているにもかかわらず、半値幅の減少がおこる。

これは析出物によって本来つくられる析出—母相間格子歪の増大が転位の発生を誘起させ、その結果、格子歪の減少がおこるものと考えてよい。従って、析出のまわりに転位を誘起させる程度に、過大の格子歪をもたらす析出量るとき、n型からp型へ変換が生ずるものといえる。処理温度が1200℃ になると析出物は、試料全面に高い密度で分布するから、1100℃ で考えられた転位による格子歪の緩和の効果は小さく、格子歪したがって固有反射曲線の半値幅は再び増大することになる。

§ 6. 結 語

銅を拡散ドーブしたシリコンウェーハの構造を調べるために、2結晶法による固有反射曲線の測定を行なった。まず、0.1 [秒] 以下の精度を長時間安定に保証できるシステム(高精度ゴニオメーター、制御回路、機械的防震台等により構成)を製作し、その結果は上記目的の研究に充分耐えうるものであることを確めた。本装置は他の種々の精密 X線方位計測や、 $10^{-7} \sim 10^{-8}$ の極めて微小な歪に敏感な2結晶トポグラフィにも用いることができる。固有反射曲線の測定から、半値幅は拡散処理温度に対して極大と極小をもつことが見い出された。この極大から極小に変化する温度領域は、導電の型が n型から p型へ変換する温度領域に一致する。このことをシリコン中の銅原子の価電子による形態を通して説明した。この結晶構造の研究は究極的には、その電気的性質との関連において述べねばならない。この点の追求のためには、

伝導度、キャリア濃度、Hall 係数等の測定が、なされなくてはならない。

謝 辞

本研究に用いた試料は、九工大電子工学科遠山尚武氏のご提供になるものである。この研究の初期において、当時の物理教室技術補佐員岸本克己氏(現日立青梅電子KK)の多大の貢献があった。両氏に深く謝意を表します。精密ゴニオメーターの試作にあたって、東大生産技術研究所菊田惺志助教授および高エネルギー物理学研究所安藤正海助教授からは、貴重な助言をいただいた。ステンレススチール溶接では、九工大金属工学科大和田野利郎教授および福岡県金属工業試験所古沢敦郎課長のご協力を賜わった。デジタル回路の製作過程でおこる種々の回路トラブルの解決は電子工学科坂本博康氏のご指導によるものである。上記の方々に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 山下; エレクトロニクス (1968) 949
- 2) W.C. Dash; J. Appl. Phys. **27**(1956)1193
- 3) W.C. Dash; Phys. Rev. **98** (1955) 1536
- 4) W.C. Dash; J. Appl. Phys. **29** (1958)705
- 5) W.C. Dash; Phys. Rev. Lett. **1** (1958)400
- 6) G.H. Schwuttke; J. Electrochem. Soc. **108** (1961) 163
- 7) L. Fiermans and J. Vennik; Phys. stat. sol. **12** (1965)277
ibid **21** (1967)627
ibid **22**(1967) 463
- 8) S.M. Hu and M. P. Poponiak; J. Appl. Phys. **43** (1972)2067
- 9) 近浦, 岸本, 遠山; 九州工業大学研究報告(工学)第37号 昭和53年P123
- 10) たとえば, 三宅静雄; X線の回折, 朝倉書店 (1969)
- 11) S. Kikuta and K. Kohra; J. Phys. Soc. Jpn. **29** (1970) 1322
- 12) T. Matsushita, S. KiKuta and K. Kohra; J. Phys. Soc. Jpn. **30** (1971) 1136.
- 13) 菊田惺志, 高良和武; 日本結晶学会誌 **10** (1968)232
- 14) S. KiKuta, T. Takahashi, Y. Tuzi and R. Fukudome; Rev. Sci. Instrum. **48** (1977)1576.
- 15) "Constitution of Binary alloys" p.629 edited by K. Anderko, McGraw-Hill(1958)
- 16) W. Czaja; J. Appl. Phys. **37** (1966) 3441
- 17) S. Takagi; J. Phys. Soc. Jpn. **26** (1969)1239
- 18) R.N. Hall and J. H. Racette; J. Appl. Phys. **35** (1964)379
- 19) G. Das; J. Appl. Phys. **44** (1973)4459.