Méthode de détermination de l'angle de croissance d'un matériau : application au silicium

M. Hamidi, H. Rodot

► To cite this version:

M. Hamidi, H. Rodot. Méthode de détermination de l'angle de croissance d'un matériau : application au silicium. *Revue de Physique Appliquée*, 1983, 18 (2), pp.75-80. 10.1051/rphysap:0198300180207500 . jpa-00245074

HAL Id: jpa-00245074

<https://hal.science/jpa-00245074>

Submitted on 1 Jan 1983

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
Physics Abstracts
68.90

Méthode de détermination de l'angle de croissance d'un matériau : application au silicium

M. Hamidi et H. Rodot

Equipe de Technologie de la Croissance Cristalline, CNRS, 1 place A. Briand, 92195 Meudon Cedex, France

(Reçu le 13 juillet 1982, révisé le 4 novembre, accepté le 15 novembre 1982)

Résumé. — Un nouveau dispositif expérimental pour la détermination de l'angle de croissance sous atmosphère contrôlée a été mis au point. L'angle de croissance du silicium a été mesuré à l'aide de ce dispositif sous vide et sous atmosphère d'argon. Dans les deux cas nous avons trouvé une valeur de $11^\circ \pm 1,5^\circ$ pour les orientations $\{111\}$ et $\{110\}$ de la surface du silicium monocristallin et de $9,5^\circ \pm 1,5^\circ$ pour le silicium polycristallin. Nous montrons que les résultats obtenus sont en accord avec un modèle théorique basé sur l'équilibre thermodynamique des énergies interfaciales à l'intersection des trois phases solide, liquide et gaz.

Abstract. — An apparatus has been designed for the experimental determination of the growth angle. The growth angle of crystalline silicon has been measured in vacuum and under argon atmosphere. In both cases we find a value of $11^\circ \pm 1.5^\circ$ for $\{110\}$ and $\{111\}$ oriented surfaces of silicon and $9.5^\circ \pm 1.5^\circ$ for polycrystalline silicon. The experimental results are in agreement with a theoretical model based on the thermodynamic equilibrium of the three phases at the solid-liquid-vapour junction.

1. Introduction. — De nouveaux procédés d'élaboration de monocristaux semiconducteurs de forme prédéterminée se sont développés au cours des dernières années [1-5]. C'est pourquoi des études permettant de comprendre le processus de mise en forme lors de la croissance, à partir du matériau fondu, ont été entreprises. On a cherché à déterminer en particulier la relation qui existe à l'interface de cristallisation entre la forme du liquide et celle du solide formé. Un des paramètres les plus représentatifs de cette relation est l'angle de croissance δ formé par les plans tangents aux surfaces libres des deux phases (liquide, solide) au voisinage du front de solidification (Fig. 1).

Malgré leur grand intérêt pratique les données expérimentales concernant cet angle sont assez rares. Le plus souvent elles proviennent de simples observations faites pendant le tirage de monocristaux par les techniques Czochralski, Stepanov ou de « zone flottante » et manquent de précision. Quelques auteurs ont utilisé des procédés plus élaborés basés sur l'analyse *a posteriori* de la forme du solide obtenu à partir d'un liquide de forme déterminée [6-8]. Parmi eux le procédé proposé par Surek et Chalmers [8] est le plus précis et en même temps celui qui permet le mieux de tenir compte de l'orientation cristallo-

graphique, mais le dispositif expérimental utilisé par ces auteurs présente l'inconvénient d'exiger le vide

Fig. 1. — Représentation schématique des trois phases au cours de la croissance. Nous définissons l'angle Ψ entre les interfaces solide-gaz et solide-liquide et l'angle de croissance δ entre les interfaces liquide-gaz et solide-gaz.

[Schematic illustration of the three phases during crystal growth from the melt. Angular variables Ψ and δ are defined.]

autour de l'échantillon et de ne convenir qu'à des matériaux à très faible pression de vapeur saturante.

Nous avons étudié un nouveau dispositif permettant de réaliser des cristallisations sous vide et sous atmosphère contrôlée. L'angle de croissance du silicium a été mesuré à l'aide de ce dispositif pour différentes orientations de la surface du cristal. Les résultats obtenus sont comparés avec les données existantes et avec les résultats d'un modèle théorique basé sur l'équilibre thermodynamique des trois interfaces.

2. Dispositif expérimental. — Le principe de la méthode utilisée est le suivant : sur une plaquette mince du matériau étudié, maintenue horizontalement, on fait fondre localement une zone circulaire qu'on laisse ensuite solidifier progressivement (Fig. 2). Disposant alors du profil du solide formé et pouvant calculer moyennant quelques hypothèses simplificatrices la forme de la surface libre du liquide à tout moment de la solidification on est en mesure de déterminer la valeur de l'angle de croissance en tout point de la surface de l'échantillon.

Fig. 2. — Sections radiales de l'échantillon : a) au début de l'expérience après la formation d'une zone fondue : le silicium liquide (L) étant plus dense que le solide (S) la surface de la zone est concave ; b) après la solidification d'une partie du liquide ; c) à la fin de l'expérience.

[Schematic cross-section of the sample : a) in the beginning of the experiment, after a molten zone has been formed ; b) after the partial solidification of the melt ; c) at the end of the experiment ; (L) : liquid, (S) : solid.]

La figure 3 représente le schéma du dispositif expérimental utilisé. L'échantillon, d'un diamètre approximatif de 10 à 20 mm et d'une épaisseur de quelques centaines de microns, repose sur un anneau de silice, le tout étant enfermé dans une enceinte hermétique transparente en silice où l'on peut maintenir soit un vide de l'ordre de 10^{-5} torr, soit une atmosphère d'un gaz quelconque. La fusion partielle de l'échantillon est obtenue par chauffage local à l'aide d'un four à image constitué de deux réflecteurs

Fig. 3. — Schéma du dispositif expérimental : 1) échantillon, 2) support en silice, 3) enceinte transparente en silice, 4) joint torique, 5) réflecteur ellipsoïdal, 6) lampe à halogène.

[Schematic illustration of the experimental apparatus : 1) sample, 2) quartz holding ring, 3) quartz container, 4) O ring, 5) ellipsoidal reflector, 6) halogen lamp.]

ellipsoïdaux placés à l'extérieur de l'enceinte et focalisant, au centre de la plaquette, les radiations de deux lampes situées en leurs foyers respectifs. Selon la taille et les caractéristiques thermiques des échantillons on peut atteindre des températures de l'ordre de $1\,500\text{ }^{\circ}\text{C}$.

L'emploi de ce système de chauffage particulier constitue la principale amélioration apportée au dispositif de Surek et Chalmers où la zone fondue était obtenue par bombardement électronique de la face supérieure de l'échantillon. Ici, l'échantillon est chauffé des deux côtés, donc de façon plus symétrique ce qui permet de nous rapprocher un peu plus de l'hypothèse c) du paragraphe 4 pour le calcul de l'angle Φ ; mais l'avantage primordial de ce système est que l'expérience ne se déroule plus nécessairement sous vide et qu'on pourra en particulier étudier des matériaux relativement volatils aux températures considérées en les plaçant sous atmosphère contrôlée.

3. Expériences. — Les premières expériences ont été faites sur le silicium afin de mieux tester notre appareillage, ce matériau étant assez bien connu. Les échantillons provenaient soit de plaquettes monocristallines orientées, soit d'un lingot de silicium polycristallin de pureté électronique. Chaque échantillon a été décapé dans un bain de CP4 ⁽¹⁾ et rincé plusieurs fois à l'eau distillée, puis à l'acétone. Ensuite, une fois séché, il a été placé à l'intérieur de l'enceinte en silice où il a séjourné plusieurs heures sous un vide de 10^{-5} à 10^{-6} torr.

⁽¹⁾ Le CP4 est obtenu en mélangeant 3 volumes d'acide acétique et 3 volumes d'acide fluorhydrique avec 5 volumes d'acide nitrique.

Le chauffage et la fusion partielle de l'échantillon ont été obtenus en une à deux minutes en augmentant progressivement l'intensité du rayonnement ; une puissance électrique d'environ 250 W était suffisante pour maintenir en fusion une zone de 5 à 10 mm de diamètre. La solidification de la zone liquide se faisant ensuite en quelques secondes à des vitesses de cristallisation de l'ordre de 1 mm/s.

4. Résultats. — Après l'expérience la partie fondue puis cristallisée de l'échantillon a la forme d'un volume de révolution dont une section droite caractéristique est représentée sur la figure 4. En un point quelconque P de la surface de cette zone le plan tangent à la surface n'est plus nécessairement parallèle au plan de la plaquette initiale et fait avec celui-ci un angle donné $\theta(P)$. Nous avons caractérisé l'orientation de la surface du cristal au point P par l'orientation cristallographique de la plaquette originale et la valeur de la désorientation $\theta(P)$. Nous avons donc supposé implicitement que pour un échantillon donné les constantes physiques concernées ne dépendent que de θ ou autrement dit que ces constantes admettent une symétrie de révolution autour de l'axe normal au plan de la plaquette. Ceci n'est pas rigoureusement exact. Cependant si l'axe normal à l'échantillon correspond à un axe cristallographique de symétrie du cristal, en l'absence de phénomènes fortement anisotropes tels que la formation de facettes, cette supposition constitue une bonne approximation de la réalité.

Après l'expérience, les échantillons ont été découpés à l'aide d'une scie diamantée selon un plan contenant l'axe de révolution de la zone solidifiée, et la section photographiée (Fig. 4). Le profil de la zone a été relevé sur un agrandissement en mesurant avec précision le rayon r et l'épaisseur $e(r)$ en plusieurs points de l'échantillon. La valeur de l'angle θ au point P de rayon r est alors déterminée par :

$$\theta(r) = \text{Arc tg } \frac{e(r + \Delta r) - e(r - \Delta r)}{4 \Delta r}.$$

L'erreur commise lors de l'évaluation de θ est estimée à moins de 1°.

Fig. 4. — Photographie de la section radiale d'un échantillon après l'expérience. La légère dissymétrie constatée entre les deux faces de l'échantillon est surtout due à l'action de la pesanteur sur la zone liquide.

[Typical profile of the re-solidified crystal.]

Considérons maintenant la géométrie de l'échantillon à un instant quelconque au cours de l'expérience (Fig. 2b). Une partie du liquide initialement fondu s'est solidifiée (cristallisation se faisant de l'extérieur vers le centre de la zone). La surface du cristal nouvellement formé est « désorientée » par rapport au plan initial de l'échantillon, comme nous l'avons vu, d'un angle $\theta(r)$ au voisinage de l'interface solide-liquide située à la distance r du centre. Le reste du liquide est maintenu par capillarité au centre de la zone, sa surface libre faisant au voisinage du solide un angle $\phi(r)$ par rapport au plan de l'échantillon.

L'angle de croissance δ est déterminé par

$$\delta = \phi - \theta.$$

Nous admettrons dans la suite les trois hypothèses suivantes :

- a) l'interface solide-liquide est en tout point perpendiculaire à la direction de croissance (donc au rayon de la zone fondue),
- b) la zone solidifiée est de symétrie de révolution,
- c) l'effet de la pesanteur sur la forme de la surface libre du liquide est négligeable.

La zone liquide est alors un cylindre de rayon r et de hauteur $e(r)$, limité par deux calottes sphériques. Son volume est de :

$$V(r) = \pi r^2 e(r) + \frac{2 \pi r^3}{3} \frac{2 - 3 \cos \phi + \cos^3 \phi}{\sin^3 \phi}. \quad (1)$$

Ce volume peut aussi être calculé à partir du profil final de l'échantillon (Fig. 2c et Fig. 4) par :

$$V(r) = \frac{\rho_s}{\rho_l} \pi r^2 e(R) - \frac{\rho_s}{\rho_l} \int_r^R 2 \pi x e(x) dx, \quad (2)$$

où R est le rayon initial de la zone fondue, $e(R)$ l'épaisseur de la plaquette ρ_s et ρ_l les masses volumiques respectives du solide et du liquide. $\frac{\rho_s}{\rho_l} \pi r^2 e(R)$ est le volume initial du liquide fondu et $\frac{\rho_s}{\rho_l} \int_r^R 2 \pi x e(x) dx$ celui de la partie solidifiée entre les rayons R et r , le volume d'un anneau élémentaire du solide compris entre les rayons x et $x + dx$ étant en effet de $2 \pi x e(x) dx$.

Le rapprochement des relations (1) et (2) nous permet de déterminer *a posteriori* la valeur de l'angle ϕ au cours de l'expérience.

Hormis l'erreur de méthode commise en ne tenant pas compte des effets de la pesanteur, l'incertitude sur la valeur de ϕ est surtout due à l'imprécision de l'estimation du volume $v(r)$. Pour les petites valeurs de r l'erreur provenant du calcul numérique de l'intégrale n'est plus négligeable devant $v(r)$. L'interface de cristallisation n'a, d'autre part, pas toujours la forme rectiligne qu'on lui suppose et devient de plus en plus convexe (vers le centre) au fur et à mesure

que le rayon de la zone liquide diminue. L'incertitude sur la valeur de $\phi(r)$ est donc assez délicate à estimer. On peut néanmoins affirmer qu'elle est inférieure au degré pour la partie de l'échantillon le plus proche des bords et qu'elle devient de plus en plus importante au voisinage du centre. Nous n'avons exploité sur chaque échantillon que la partie où l'erreur nous semblait être la moins importante ($R/2 < r < R$).

Sur les figures 5, 6 et 7 on peut voir les résultats concernant respectivement les cristaux d'orientation $\{110\}$, $\{111\}$ et le silicium polycristallin. L'angle de croissance δ est porté en fonction de l'angle θ que fait la surface du cristal avec le plan de la plaquette. Pour $\theta = 0$ on obtient la valeur de l'angle de croissance correspondant à l'orientation cristalline de l'échantillon. On trouve

$\delta = 9,5^\circ \pm$ pour le silicium polycristallin et

$\delta = 11^\circ \pm 1,5^\circ$ pour les orientations $\{110\}$ et $\{111\}$.

Fig. 5. — Angle de croissance en fonction de la désorientation θ au voisinage de la surface $\{110\}$ du silicium.

[The variation of the growth angle δ with the crystal surface angle θ for the $\{110\}$ oriented silicon samples.]

Les expériences ont été généralement faites sous vide. Nous avons procédé cependant à quelques essais sous atmosphère d'argon à la pression atmosphérique, la surface de l'échantillon ayant été au préalable dégazée par un séjour de quelques heures dans un vide poussé. Nous n'avons pas observé de différences notables pour le silicium entre les résultats obtenus sous argon et ceux obtenus sous vide. A titre d'exemple nous avons porté sur la figure 6 concernant l'orientation $\{111\}$ l'angle de croissance pour les deux types d'expérience, la différence entre les valeurs correspondantes est toujours inférieure à l'incertitude de mesure.

Surek et Chalmers avaient constaté pour le silicium $\{111\}$ une variation de δ en fonction de la désorientation θ , l'angle de croissance étant plus grand pour $\theta > 0$ que pour $\theta < 0$. Ce même phénomène est visible sur nos résultats. Nous pouvons constater

Fig. 6. — Angle de croissance en fonction de θ au voisinage de la surface $\{111\}$ du silicium.

[The variation of the growth angle δ with θ for the $\{111\}$ oriented silicon samples.]

en plus que les variations de δ ne sont pas similaires pour les deux orientations cristallines étudiées, et que pour les échantillons polycristallins l'angle de croissance ne dépend visiblement pas de θ .

5. Discussion. — L'existence de l'angle de croissance a été expliquée par l'équilibre thermodynamique entre les trois énergies interfaciales au niveau de la ligne frontière solide-liquide-gaz. Les conditions d'un tel équilibre ont été énoncées en premier par Herring [9] sous la forme

$$\sum_{i=1}^3 \left(\sigma_i \mathbf{t}_i + \frac{\partial \sigma_i}{\partial \mathbf{t}_i} \right) = 0. \quad (3)$$

Où σ_i exprime l'énergie libre par unité de surface de l'interface i et $\mathbf{t}_i$ est le vecteur unitaire normal à la ligne frontière et parallèle au plan de l'interface.

Partant de cette équation Bradsley *et al.* [10] ont calculé l'angle de croissance et aussi l'angle Ψ que fait l'interface solide-liquide avec la surface du cristal (Fig. 1). Pour un matériau isotrope ces angles sont constants, et :

$$\cos \delta = \frac{\sigma_{SG}^2 + \sigma_{LG}^2 - \sigma_{SL}^2}{2 \sigma_{SG} \sigma_{SL}}, \quad (4)$$

$$\cos \Psi = \frac{\sigma_{SG}^2 - \sigma_{LG}^2 + \sigma_{SL}^2}{2 \sigma_{SG} \sigma_{SL}}. \quad (5)$$

Pour un matériau anisotrope les angles δ et Ψ ne sont plus constants et dépendent de l'orientation cristalline de la surface par l'intermédiaire des énergies interfaciales σ_{SG} et σ_{SL} . Différents auteurs [6, 8] ont émis l'hypothèse que les variations $\partial \sigma_i / \partial \mathbf{t}_i$ peuvent être négligées devant les autres termes de l'équation (3) dans les cas où l'anisotropie n'est pas très prononcée, de sorte que les équations (4) et (5) restent valables.

Un calcul simple montre alors que l'angle de croissance augmente quand σ_{SG} diminue. Ceci est cohérent avec le fait expérimental que l'angle de croissance soit plus grand pour les orientations $\{110\}$ et $\{111\}$ que pour le silicium polycristallin, ces orientations correspondant en principe à des minima locaux d'énergie alors que la surface du silicium polycristallin a une orientation moyenne quelconque d'énergie plus élevée. Cette orientation moyenne étant à peu près la même en tout point de la surface des échantillons polycristallins, l'angle de croissance ne doit pas dépendre de θ dans leur cas. C'est effectivement ce que l'on constate sur les courbes expérimentales de la figure 7.

Fig. 7. — Angle de croissance en fonction de θ pour le silicium polycristallin.

[The variation of the growth angle δ with θ for the polycrystalline silicon samples.]

Pour les échantillons monocristallins par contre, l'allure générale des courbes $\delta(\theta)$ ne peut pas être expliquée par la relation simplifiée (4). La désorientation étant la même pour les angles $-\theta$ et $+\theta$ les énergies correspondantes $\sigma_{SG}(-\theta)$ et $\sigma_{SG}(\theta)$ sont égales. Si on suppose par ailleurs que σ_{SL} ne varie pas beaucoup on devrait normalement avoir $\delta(\theta) = \delta(-\theta)$. La courbe $\delta(\theta)$ serait symétrique par rapport à la droite $\theta = 0$. La valeur maximale de δ obtenue pour le minimum de σ_{SG} devrait en plus correspondre à $\theta = 0$. Or les courbes expérimentales ne présentent aucune de ces deux particularités. Commentant des résultats similaires obtenus pour le germanium orienté $\{111\}$ Surek [11] a interprété le désaccord entre les résultats théoriques et expérimentaux par l'erreur systématique de mesure introduite par les hypothèses faites pour le calcul de Φ . Nous ne pensons pas que cette explication soit correcte. On aurait dû dans ce cas retrouver le même genre d'anomalies pour les échantillons polycristallins. Ce qui apparemment ne s'est pas produit.

L'erreur proviendrait plutôt de ce que les termes $\partial\sigma_i/\partial t_i$ ne sont négligeables, comme nous l'avons

supposé, qu'en une première approximation. Un calcul exact devrait tenir compte de ces termes. En fait la tension superficielle σ_{LG} du liquide est évidemment indépendante de la position de sa surface. Les orientations particulières $\{110\}$ et $\{111\}$ des échantillons étudiés correspondant à des minima locaux de l'énergie superficielle σ_{SG} , on aura :

$$\frac{\partial\sigma_{SG}}{\partial\theta} = 0 \quad \text{pour } \theta = 0.$$

Si on remarque en plus que, l'orientation de l'interface solide-liquide étant quelconque *a priori*, les variations de σ_{SL} ne doivent pas être très importantes, on arrive à la conclusion que la relation (4) reste encore valable pour ces échantillons pour $\theta = 0$.

Par contre au voisinage de $\theta = 0$ les variations de σ_{SG} ne sont plus négligeables et on doit en tenir compte. Pour les petites variations $\Delta\sigma_{SG}$ et $\Delta\sigma_{SL}$ des énergies interfaciales Voronkov [12] a calculé la variation $\Delta\delta$ de l'angle de croissance par :

$$\Delta\delta = \frac{1}{\sigma_{SG} \sin \Psi} (\Delta\sigma'_{SG} \sin \Psi - \Delta\sigma_{SG} \cos \Psi + \Delta\sigma_{SL}) \quad (6)$$

où

$$\sigma'_{SG} = \frac{\partial\sigma_{SG}}{\partial\theta}.$$

Pour avoir une estimation de la valeur de l'angle Ψ nous avons calculé σ_{SG} et σ_{SL} à partir de la relation (4) et la relation bien connue concernant l'angle de contact α

$$\sigma_{SG} = \sigma_{SL} + \sigma_{LG} \cos \alpha$$

appliqué au cas du mouillage du silicium par son propre liquide. En utilisant les valeurs numériques suivantes :

$$\delta \simeq 11^\circ, \quad \alpha \simeq 33^\circ \text{ (ref. [6])},$$

$$\sigma_{LG} \simeq 720 \text{ erg/cm}^2 \text{ (ref. [13])}.$$

Nous obtenons

$$\sigma_{SG} \simeq 745 \text{ erg/cm}^2, \quad \sigma_{SL} \simeq 145 \text{ erg/cm}^2,$$

$$\Psi \simeq 75^\circ.$$

Sur la figure 8 nous avons représenté de façon schématique les variations de σ_{SG} , σ'_{SG} et les variations de δ qui en résultent d'après la formule (6) au voisinage d'un minimum de σ_{SG}

$$\delta(\theta) \simeq \delta(0) + \frac{\sigma'_{SG}}{\sigma_{SG}} - 0,27 \left(\frac{\sigma_{SG}(\theta) - \sigma_{SG}(0)}{\sigma_{SG}} \right)$$

en négligeant $\Delta\sigma_{SL}$.

Ces courbes correspondent tout à fait aux résultats expérimentaux trouvés pour l'orientation $\{110\}$ du

Fig. 8. — Variations schématiques de σ_{SG} , σ'_{SG} et de δ au voisinage d'un minimum local de σ_{SG} en fonction de θ .

[Schematic variation of σ_{SG} , σ'_{SG} and δ near a local minimum of σ_{SG} , versus θ .]

silicium. Pour l'orientation $\{111\}$ les extrema prévus par le modèle théorique ne sont pas visibles sur la courbe expérimentale; mais ceci peut être dû à ce

que l'énergie σ_{SG} varie de façon moins abrupte qu'au voisinage du plan $\{110\}$ et qu'en fait nous n'explorons expérimentalement que la partie comprise entre ces deux extrema.

6. Conclusion. — Des améliorations ont été apportées à la technique expérimentale définie par Surek et Chalmers. Le nouveau dispositif élaboré présente entre autres l'avantage de permettre la détermination de l'angle de croissance sous atmosphère contrôlée. Les premières expériences, effectuées sur le silicium, ont confirmé les résultats déjà obtenus pour l'orientation $\{111\}$ et pour le silicium polycristallin; elles ont permis de déterminer la valeur $\delta = 11^\circ \pm 1,5^\circ$ de l'angle de croissance pour l'orientation $\{110\}$ et montré en plus que cet angle ne semble pas varier d'une manière appréciable pour le silicium sous vide et sous atmosphère d'argon.

Sur le plan théorique nous avons montré que les équations dérivées des conditions d'équilibre thermodynamique entre les trois interfaces peuvent expliquer convenablement les résultats expérimentaux obtenus à condition que l'anisotropie du matériau soit correctement prise en compte.

À la lumière de ces premiers résultats nous pouvons affirmer qu'une étude systématique et approfondie portant sur différents matériaux semble tout à fait abordable et nécessaire pour une meilleure compréhension du processus de formation de la surface libre du cristal à partir d'un liquide fondu.

Bibliographie

- [1] ANTONOV, P. I., NIKARONOV, S. P. and TATARCHENKO, V. A., *J. Cryst. Growth* **42** (1977) 447.
- [2] RAVI, K. V., *J. Cryst. Growth* **39** (1977) 1.
- [3] SEIDENSTICKER, R. G., *J. Cryst. Growth* **39** (1977) 17.
- [4] GURTLE, R. W., BAGHDADI, A. G., ELLIS, R. J. and LESK, I. A., *J. Electron. Mater.* **7** (1978) 441.
- [5] RODOT, H., CASSAGNE, PH. and HAMIDI, M., *J. Electron. Mater.* **10** (1981) 481.
- [6] SATUNKIN, G. A., TATARCHENKO, V. A. and SHAITANOV, V. I., *J. Cryst. Growth* **50** (1980) 153.
- [7] SATUNKIN, G. A., TATARCHENKO, V. A. and TSEITLIN, E. M., *Sov. Phys. Crystallogr.* **24** (1979) 74.
- [8] SUREK, T. and CHALMERS, B., *J. Cryst. Growth* **29** (1975) 1.
- [9] HERRING, C., *The Physics of Powder Metallurgy*, Ed. W. E. Kingston (McGraw-Hill, New York) 1951, Chap. 8.
- [10] BRADSLEY, W., FRANK, F. C., GREEN, G. W., HURLE, D. I. J., *J. Cryst. Growth* **23** (1974) 341.
- [11] SUREK, T., *Scr. Metall.* **10** (1976) 425.
- [12] VORONKOV, V. V., *J. Cryst. Growth* **52** (1981) 311.
- [13] DAVIES, G. R., *Metall. Rev.* **10** (1965) 173.