

XPS와 SEM을 이용한 폴리실리콘 표면에 형성된 잔류막에 대한 연구

김태형 · 이종완* · 최상준** · 이창원**

LG 종합기술원, 불성연구소
*한림대학교 자연과학대학 물리학과

**LG 반도체 연구소
(1998년 3월 6일 접수)

A Study on the Polysilicon Etch Residue by XPS and SEM

T. H. Kim, J. W. Lee*, S. J. Choi** and C. W. Lee**

LG Corporate Institute of Technology
16 Woomyeon-Dong, Seocho-Gu, Seoul 137-140, Korea

*Hallym university, Department of Physics

**LG Semiconductor Research Laboratory
50, Hyang-Jeong Dong, Cheong-Ju City, Korea

(Received March 6, 1998)

요 약 - HBr/Cl₂/He-O₂ 반응 기체를 이용한 반응성 이온 식각후, 폴리실리콘 표면에 형성된 잔류막을 x-선 광전자 분광법(x-ray photoelectron spectroscopy, XPS)과 전자 현미경(scanning electron microscopy, SEM)을 이용하여 관찰하였다. 그 결과 잔류물은 패터닝된 폴리실리콘의 맨 윗부분에 잔존하고 있었으며, 화학 결합 상태는 실리콘 산화물임이 밝혀졌다. 잔류물인 실리콘 산화물의 형성 메커니즘을 규명하기 위하여 원래의 혼합 기체 성분중 한가지씩의 반응 기체를 제외시켜 가면서 실험하였다. 비록 플라즈마 성질이 다를지라도, 잔류물은 산소의 존재하에서 잘 형성됨을 알 수 있었는데, 이는 휘발성이 낮은 실리콘-할로겐 화합물이 산소에 의해 산화됨으로써 형성되는 것으로 이해하게 되었다. 또한 반응성 이온 식각후 형성된 잔류층은 소자의 전기적 특성과 후처리 공정에 영향을 미치는 것으로 알려져 있어서, 이를 제거하기 위해 습식과 건식 후처리 공정을 도입하여 비교하였다. 그 결과 건식 공정의 경우 반응 기체에 의해 새로운 잔류물이 형성됨을 XPS를 통하여 관찰하였다. 따라서 잔류물을 제거하고 깨끗한 표면을 얻기 위해서는 습식 공정이 더 적합함을 알았다.

Abstract - The plasma etching of polysilicon was performed with the HBr/Cl₂/He-O₂ gas mixture. The residual layers after photoresist strip were investigated using x-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and scanning electron microscopy (SEM). The etch residue was identified as silicon oxide deposited on the top of the patterned polysilicon. In order to clarify the formation mechanism of the etch residue, the effects of various gas mixtures such as Cl₂/He-O₂, HBr/He-O₂ and HBr/Cl₂ were investigated. We found that the etch residue is well formed in the presence of oxygen, suggesting that the etch residue is caused by the reaction of oxygen and non-volatile silicon halide compounds. Wet cleaning and dry etch cleaning processes were applied to remove the polysilicon etch residue, which can affect the electrical characteristics and further device processes. XPS results show that the wet cleaning is suitable for the removal of the etch residue.

1. 서 론

반응성 이온 식각(reactive ion etching, RIE) 기술은 고 집적화되어 가고 있는 오늘날의 반도체 산업에서 서브미크론(submicron) 영역의 미세 패턴을 형성하고 가공하는데 필수적인 공정이다. 플라즈마를 이용하는 건식 식각의 경우 미세 패턴을 형성하는데 중요한 요건인 선택성(selectivity), 이방성(anisotropy)은 플라즈마를 통하여 활성화된 라디칼(radicals)이 반응 대상물과 반응하여 휘발성 생성물을 형성하는 화학적인 과정과 에너지가 큰 반응성 이온이 표면에 충돌하여 야기되는 물리적인 과정을 통해서 얻게 된다[1]. 하지만 이와 같은 과정에 의해 소자는 본질적인 결합 손상(intrinsic bonding damage)이 유도되고, 표면에는 기관 물질과 반응 기체와의 반응에 의해 식각 잔류물이 형성된다. 반응성 이온 식각 공정후 형성된 잔류층은 소자의 전기적 특성이나 일련의 후속 처리 공정등에 영향을 미치는 것으로 알려져 있다[2-6]. 그러므로 식각 공정중에 발생하는 잔류층이나 오염원을 파악해내고, 후처리 공정을 통해 이들을 제거하는 일은 중요하다.

본 논문에서는 $\text{HBr/Cl}_2/\text{He-O}_2$ 반응 기체를 이용하여 폴리실리콘을 반응성 이온 식각한 후, 표면에 형성된 잔류층을 x-선 광전자 분광법(XPS)과 전자 현미경(SEM)을 이용하여 연구하였다. 식각 잔류물의 형성 메커니즘을 규명하기 위하여, 원래의 혼합 기체 조성중에서 한 성분씩의 반응 기체를 각각 제외시켜 가면서 그 효과를 관찰하였다. 이와 아울러, $\text{HBr/Cl}_2/\text{He-O}_2$ 혼합 기체를 이용하여 식각한 후 형성된 잔류층을 제거하기 위해 습식(wet cleaning)과 건식(dry etch cleaning) 공정을 도입하여 비교하였다.

2. 실 험

Fig. 1은 실험 순서를 도표로 나타낸 것이다. 먼저 약 100 nm 두께의 thermal oxide가 성장되어 있는(100) p-type 실리콘 웨이퍼 기관 위에 low pressure chemical vapor deposition(LPCVD) 방법으로 폴리실리콘을 약 550 nm 성장시켰다. 그런 다음, 준비된 기관을 64 MDRAM S1 마스크를 이용하여 패턴을 한 뒤에 식각 실험을 하였다. 반응성 이온 식각 공정은 PRECISION 5000 MERIE(Applied Material Inc.) 시스템으로 $\text{HBr/Cl}_2/\text{He-O}_2$ (30/30/9 sccm)의 혼합 기체를 사용하여 폴리실리

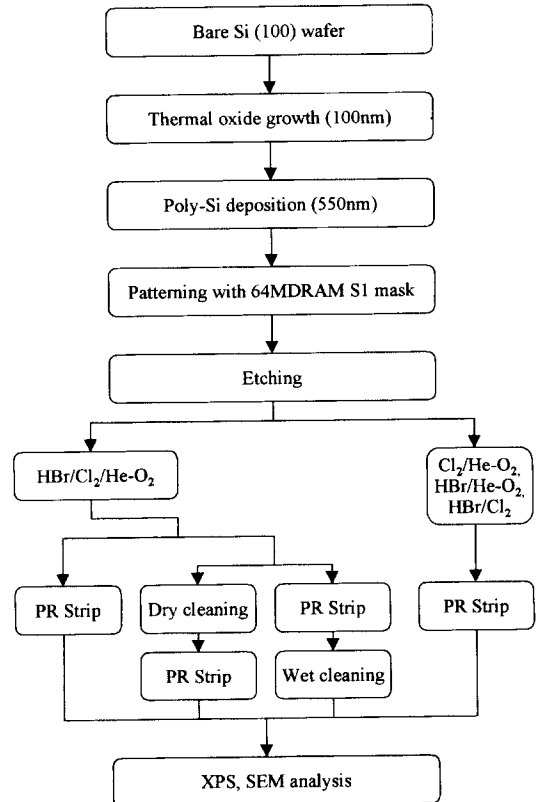


Fig. 1. 실험 순서도.

콘 식각을 실행하였으며, 식각 조건은 RF power가 150 W, 반응 챔버의 압력은 100 mTorr, 자기장은 75 Gauss를 유지하였다. 이 조건하에서 식각 속도는 약 200 nm/min이었다. 식각 잔류물의 형성 메커니즘을 규명하기 위해 원래의 반응 기체 성분중 한 성분씩을 각각 제외시켜 가면서 추가 실험을 하였다. 이때의 혼합 기체는 $\text{Cl}_2/\text{He-O}_2$ (30/9 sccm), HBr/He-O_2 (30/9 sccm), HBr/Cl_2 (30/30 sccm)을 사용하였으며, 식각 조건은 위와 같았다.

반응성 이온 식각후 형성된 잔류층은 후처리 공정에 영향을 미치므로, $\text{HBr/Cl}_2/\text{He-O}_2$ 혼합 기체를 이용하여 식각한 후 형성된 잔류층을 제거하기 위하여 습식(wet cleaning)과 건식(dry etch cleaning) 공정을 행하였다. 습식 공정은 SC1(standard cleaning 1, $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}:\text{H}_2\text{O} = 1:2:10$, 15 min dipping)+SC2 (standard cleaning 2, $\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O} = 1:1:5$, 10 min dipping)를 이용하였다. 건식 후처리 공정의 혼합 기체는 CF_4/O_2 (50/150 sccm)를 사용하였으며, 이때 조건은 RF power가 200 W, 반응 챔버의 압력은 1000 mTorr였다.

반응성 이온 식각 공정과 잔류막을 제거하기 위한 후처리 공정이 끝난 뒤, x-선 광전자 분광법(XPS)과 전자현미경(SEM)을 이용하여 표면을 관찰하였다. 표면 morphology 관찰은 Hitachi S5000 SEM 장비를 이용하였으며, 표면의 조성과 화학 결합 상태를 관찰하기 위한 x-선 광전자 분광기는 PHI 5400 ESCA 시스템을 이용하였다. 여기서 x-선 광원은 1253.6 eV의 MgK α (15 kV, 400 W) x-선을 사용하였고, 결합 에너지는 Au4f $_{7/2}$, Ag 3d $_{5/2}$, Cu2p $_{3/2}$ 에 대해 각각 84.0 eV, 368.4 eV, 932.6 eV로 calibration 하였다. Survey와 narrow scan 스펙트럼의 pass energy는 각각 44.75 eV와 35.75 eV였고, narrow scan 스펙트럼은 Ag3d $_{5/2}$ 에 대해서 1.1 eV FWHM (full width at half maximum)의 분해능을 갖는 조건하에서 얻었다. 그리고 시료 표면과 광전자 에너지 분석기와의 각도, 즉, take-off angle은 15°, 45°, 60°로 변화시켜 가면서 분석하였다. 깊이 방향으로의 정보(depth profile)를 얻기 위해 Ar $^+$ 이온 빔을 이용하였으며, 이때의 조건은 3 keV의 가속 에너지, 4.0 μ A의 시편 전류, 4 \times 4 mm 2 의 주사 면적 그리고 이온 빔 입사각과 take-off angle은 각각 45°로 고정시켜 사용하였다. 이와 같은 조건에서 스퍼터링 속도는 SiO $_2$ 에 대해 약 2.5 nm/min였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 2는 HBr/Cl $_2$ /He-O $_2$ 반응 기체를 이용하여 식각한 시편의 단면을 관찰한 SEM 사진이다. 포토레지스트를 O $_2$ 플라즈마와 O $_3$ /H $_2$ SO $_4$ 용액을 이용하여 제거한 후, 식각 표면을 관찰한 결과 잔류물은 폴리실리콘 박막위에 주머니 형태로 잔존해 있음을 알 수 있었다. 이와 같이 형성된 잔류물의 구성 원소와 화학 결합 상태를 조사하

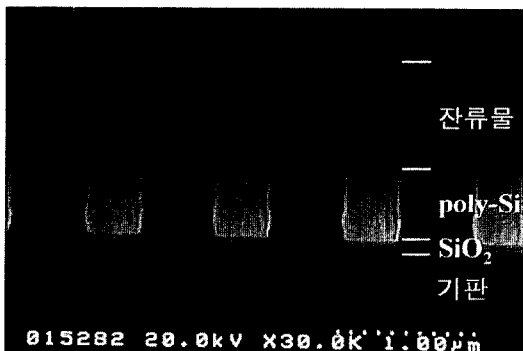


Fig. 2. HBr/Cl $_2$ /He-O $_2$ 혼합기체를 이용하여 식각한 시편의 단면 SEM 사진.

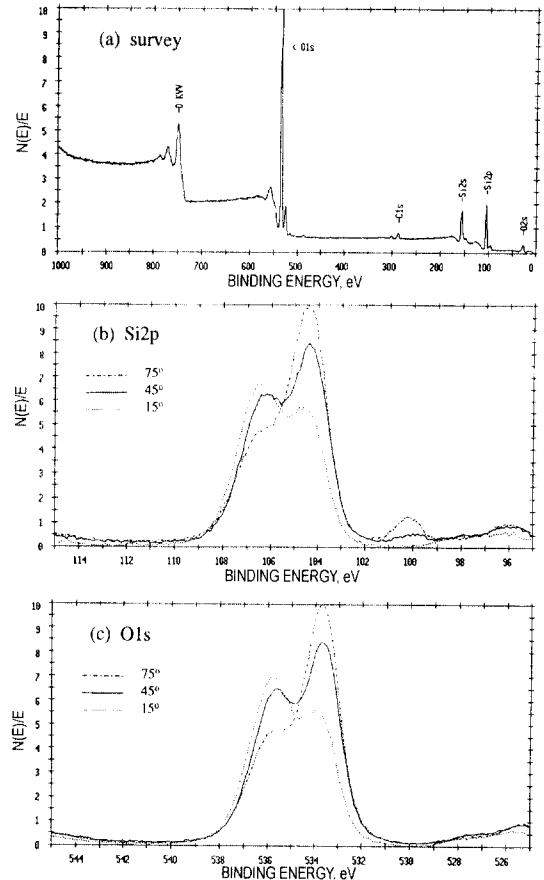


Fig. 3. HBr/Cl $_2$ /He-O $_2$ 혼합기체를 이용하여 식각한 표면의 XPS 스펙트럼 (a) survey, (b) Si2p, (c) O1s.

기 위하여 XPS 분석을 하였다. 먼저 Fig. 3(a)의 XPS survey 스펙트럼에 나타난 바와 같이 잔류물의 성분은 실리콘(silicon), 산소(oxygen), 대기중의 탄소(adventitious carbon)등으로 구성되어 있음을 보여 주었고, Br이나 Cl과 같은 할로겐족 원소는 검출되지 않은 것으로 보아 반응기체 성분인 Br이나 Cl과의 결합은 존재하지 않음을 알 수 있었다. Fig. 3(b)의 Si2p와 (c)의 O1s 피크에 대한 narrow scan 스펙트럼에서는 실리콘 산화물에 대한 화학 결합 상태가 둘 이상임을 관찰할 수 있었는데, 이는 폴리실리콘 식각 잔류막의 화학 결합 형태가 실리콘 산화물임을 보여주는 것이다. 여기서 thermal oxide와 식각 잔류물로 보이는 실리콘 산화물 피크에 대한 O1s와 Si2p 스펙트럼에서의 결합에너지 차이는 differential charging에 의한 것으로 보이며, 이것은 서로를 구분해 내는데 오히려 도움이 되므로 charging

에 대한 보정은 하지 않았다. Differential charging에 의해 분리되는 각각의 화학 결합 상태를 확인하기 위하여 take-off angle에 따른 변화를 관찰하였다. 왜냐하면 take-off angle이 작아질수록 표면에 보다 민감해지고, 잔류물에 해당하는 피크의 세기가 강해질 것으로 기대되기 때문이다. Fig. 3의 (b)와 (c)는 take-off angle이 변함에 따라 각각의 화학 결합 상태에 대한 피크 세기가 상대적으로 어떻게 변하는지를 보여준다. 그 결과 106.2 eV에 해당하는 Si2p 피크의 세기가 take-off angle이 낮아질수록 증가하는 것을 관찰하였으며, 이로부터 Si2p 피크의 100.5 eV, 104.4 eV, 106.2 eV에 해당하는 화학 결합 상태는 각각 폴리실리콘, thermal oxide, 식각 잔류물인 실리콘 산화물임을 알 수 있었다. 이와같은 경향은 O1s 피크에 대해서도 동일하게 관찰되었다. 가장 높은 결합 에너지인 Si2p의 106.2 eV와 O1s의 535.8 eV에 해당하는 화학 결합 상태가 식각 잔류물로부터 기인한 것임을 재확인하기 위해 Ar⁺을 이용하여 깊이 방향에 대한 분석(depth profile)을 하였다. 그 결과 20분 스퍼터링 후에는 Fig. 4에서 보이듯이 식각 잔류물로 여겨지는 Si2p의 106.2 eV와 O1s의 535.8 eV 피크 세기가 완전히 사라졌으며, thermal oxide인 O1s의 533.6 eV 피크와 thermal oxide, 폴리실리콘으로 여겨지는 Si2p의 104.4 eV와 100.5 eV 피크에 대한 성분만이 관찰되었다. 따라서 위 결과로부터, HBr/Cl₂/He-O₂ 반응 기체를

이용하여 식각 공정을 행한 결과 잔류물은 폴리실리콘의 맨 윗부분에 실리콘 산화물 형태로 존재함을 알 수 있었다.

식각 잔류물의 형성 메커니즘을 규명하기 위하여, 원래의 HBr/Cl₂/He-O₂ 혼합 기체 조건에서 각각 한가지씩의 반응기체를 제외시켜 가면서 실험하였다. Fig. 5는 (a) Cl₂/He-O₂, (b) HBr/He-O₂ 그리고 (c) HBr/Cl₂ 반응 기체를 이용하여 식각한 표면에 대한 SEM 사진이다. 먼저 Cl₂가 포함된 (a) Cl₂/He-O₂와 (c) HBr/Cl₂ 조건에서는 비교적 깨끗한 식각 프로파일을 관찰할 수 있었지만, Cl₂가 포함되지 않은 (b) HBr/He-O₂의 경우에는 식각이 거의 일어나지 않음을 관찰할 수 있었다. 그리고 He-O₂

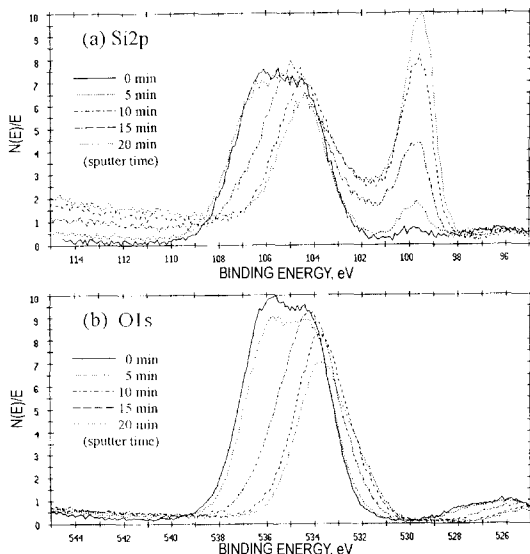


Fig. 4. HBr/Cl₂/He-O₂ 혼합기체를 이용하여 식각한 표면의 스퍼터링 시간에 따른 XPS 스펙트럼 (a) Si2p, (b) O1s.

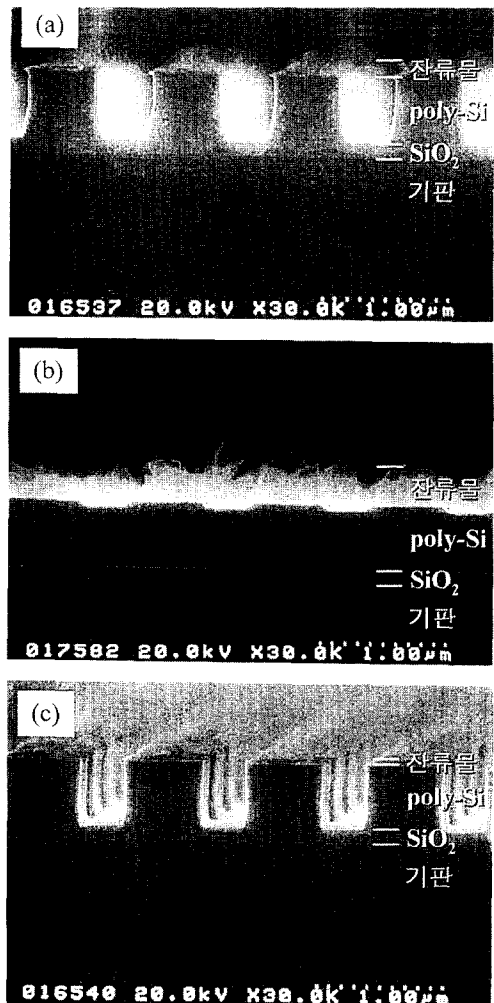
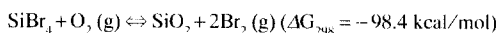
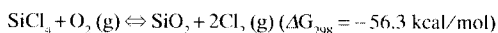


Fig. 5. 여러가지 혼합기체를 이용하여 식각한 시편의 단면 SEM 사진 (a) Cl₂/He-O₂, (b) HBr/He-O₂, (c) HBr/Cl₂.

가 포함된 조건 (a) $\text{Cl}_2/\text{He-O}_2$ 와 (b) $\text{HBr}/\text{He-O}_2$ 은 그렇지 않은 (c) HBr/Cl_2 의 경우에 비해 식각 잔류물이 비교적 많이 형성되어 있음을 SEM 사진으로부터 알 수 있었다. 이와 같은 결과들은 각각 플라즈마 성질과 밀접하게 관련되어 있으며, 이들 플라즈마 성질을 잘 이해함으로써 식각 잔류물의 형성 메커니즘을 규명할 수 있다. 보고에 의하면, Cl_2 플라즈마는 폴리실리콘에 대해 상당히 높은 식각 속도를 갖고 있으며, 실리콘 산화물에 대한 선택성도 비교적 좋은 것으로 알려져 있다. 하지만 레지스트를 부식 시킴으로써 식각 라인을 좁게 하는 즉, 레지스트에 대해서는 낮은 선택성을 갖는 단점이 지적되고 있다[7,8]. 이 때문에 높은 식각 속도를 갖는 Cl_2 플라즈마가 포함된 경우에는 Fig. 5의 (a) $\text{Cl}_2/\text{He-O}_2$ 와 (c) HBr/Cl_2 에서 보여주는 바와 같이 식각 프로파일이 비교적 명확하게 형성되어 있음을 관찰할 수 있었다. HBr 플라즈마의 경우에는, 실리콘 산화물에 대한 높은 선택성과 레지스트를 passivation 시킴으로써 레지스트의 부식을 억제하는 특성이 장점으로 알려지고 있다. 하지만 Br 자체의 낮은 반응성으로 인해 폴리실리콘에 대한 식각 속도는 상당히 떨어지는 것으로 알려져 있다[9-12]. 따라서 Fig. 5의 (b) $\text{HBr}/\text{He-O}_2$ 경우에서처럼 폴리실리콘의 식각이 거의 일어나지 않는 결과는 이와 같은 플라즈마 성질로부터 이해할 수 있었다. 식각 잔류물의 형성은 비록 플라즈마 성질이 다물지라도, Fig. 5의 (a) $\text{Cl}_2/\text{He-O}_2$ 와 (b) $\text{HBr}/\text{He-O}_2$ 경우에서처럼 산소(He-O_2)의 존재하에서 잘 이루어짐을 관찰할 수 있었는데, 이는 휘발성이 낮은 실리콘-할로겐(silicon halide) 화합물이 산소(He-O_2)에 의해 산화됨으로써 형성되는 것으로 보여진다. 실제로 실리콘-할로겐 화합물의 휘발성은 주기율표의 아래로 내려갈수록 급격히 변하며, 불화물(SiF_4 ; boiling point (b.p) 178 K)에 비해 염화물(SiCl_4 ; b.p 330 K)과 브롬화물(SiBr_4 ; b.p 427 K)은 상온에서 휘발성이 매우 낮은 것으로 알려져 있다. 그리고 다음의 식에서 보여주는 바와 같이 휘발성이 낮은 실리콘-할로겐 화합물로부터 실리콘 산화물이 형성되는 과정은 자발적임은 열역학적 데이터로부터 예측할 수 있다[13].



반응성 아연 식각 후 형성된 잔류층은 후처리 공정에 영향을 미치게 되므로 이들을 제거할 수 있는 방법이 모색되어야 한다. 여기서는 $\text{HBr}/\text{Cl}_2/\text{He-O}_2$ 반응 기체에

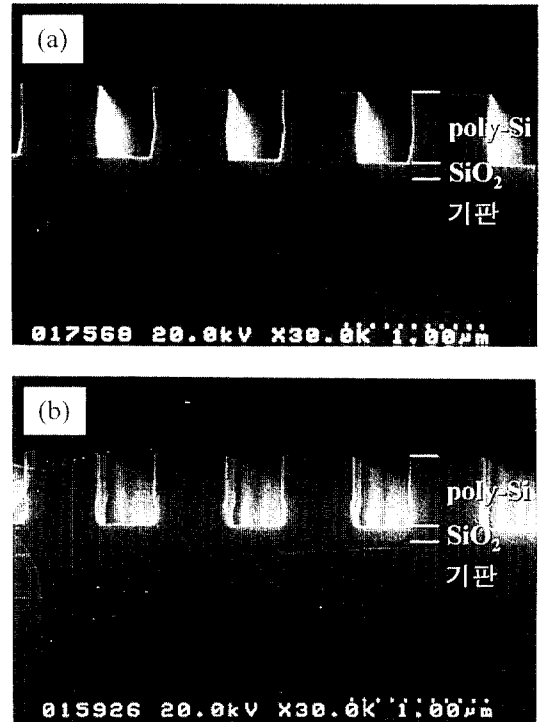


Fig. 6. $\text{HBr}/\text{Cl}_2/\text{He-O}_2$ 혼합기체를 이용하여 식각한 시편을 (a) 습식(SC1+SC2)과 (b) 건식(CF_4/O_2 혼합기체) 공정후에 관찰한 단면 SEM 사진.

의해 형성된 잔류물의 제거를 습식과 건식 공정을 통하여 시도해 보았다. 습식 공정의 조건은 이미 언급한 바와 같이 SC1+SC2공정을 이용하였고, 그 결과는 Fig. 6(a)와 Fig. 7에 나타내었다. Fig. 6(a)의 SEM 사진에서 보는 바와 같이 습식 공정에 의해 잔류물은 완전히 제거됨을 관찰할 수 있었고, Fig. 7의 XPS 결과에서도 잔류물 성분인 실리콘 산화물의 106.2 eV에 해당하는 (b) $\text{Si}2p$ 와 535.8 eV에 해당하는 (c) $\text{O}1s$ 피크의 화학 결합 상태는 관찰되지 않음을 알 수 있었다. 건식 후처리 공정은 잔류물의 화학 결합 상태가 실리콘 산화물이라는 것을 이용하여 CF_4/O_2 혼합 기체를 사용하였다. CF_4 는 실리콘 산화물을 식각하는데 이용되는 대표적인 기체이며, 여기서 O_2 는 게이트 산화막의 손상(damage)을 줄이기 위해 첨가되는 것으로 이미 잘 알려져 있다[14]. CF_4/O_2 혼합 기체를 이용하여 건식 후처리한 결과는 Fig. 6(b)에 나타난 SEM 사진과 같다. 습식 공정에서와 마찬가지로 잔류물의 제거는 건식 공정에서도 완벽하게 이루어져 있음을 관찰할 수 있었다. 하지만 Fig. 8(a)의

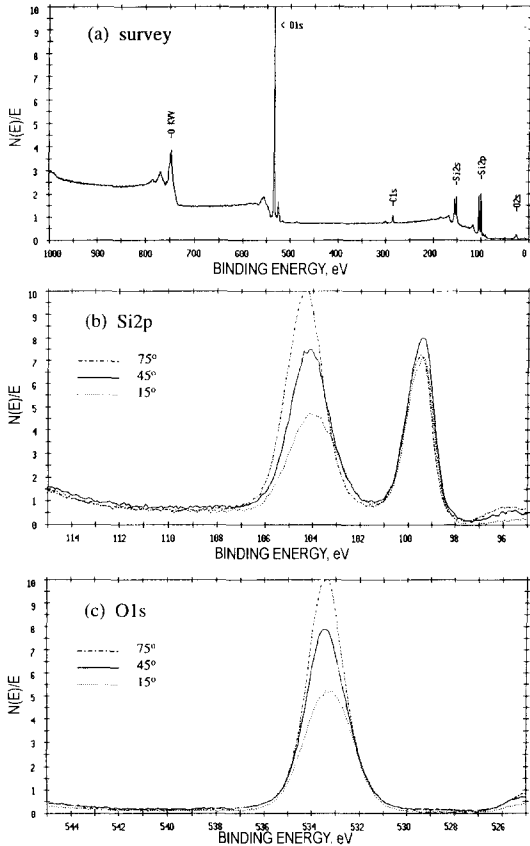


Fig. 7. 습식(SC1+SC2) 공정후에 관찰한 표면의 XPS 스펙트럼 (a) survey, (b) Si2p, (c) O1s.

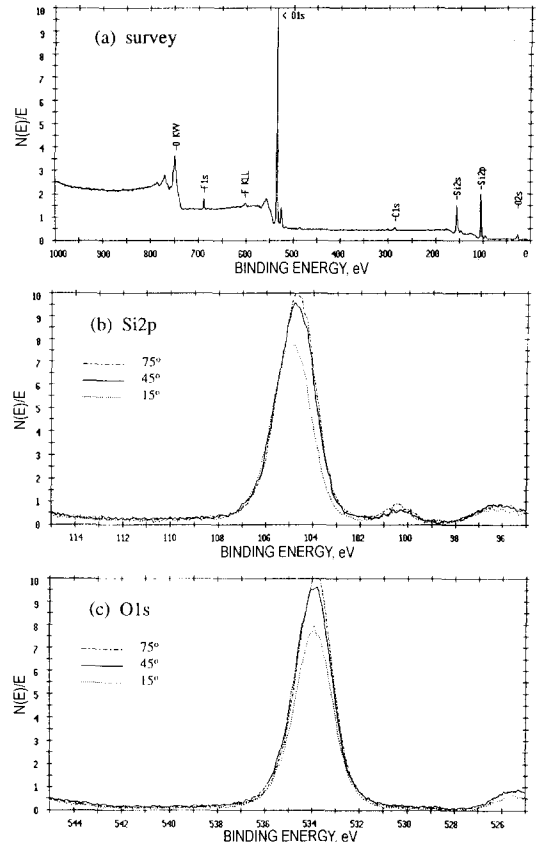


Fig. 8. CF₄/O₂ 혼합기체를 이용한 건식 공정후에 관찰한 표면의 XPS 스펙트럼 (a) survey, (b) Si2p, (c) O1s.

XPS survey 스펙트럼은 이와 다른 결과를 보여 주었다. 즉, 식각 잔류물은 완전히 제거되었지만, CF₄/O₂ 플라즈마 건식 공정에 의해 새로운 형태의 (CF)_x 잔류물이 형성됨을 알 수 있었다. 여기서 불화-탄소계 혼합 기체를 이용한 식각 공정의 경우, 잔류물이 (CF)_x 형태의 고분자 상태로 존재한다는 것은 이미 폭 넓게 연구되고 보고[2, 4, 14] 되어져 있으므로 여기서는 자세히 다루지 않는다. 위의 결과로부터 HBr/Cl₂/He-O₂ 반응 기체를 이용하여 반응성 이온 식각한 후에 잔류물을 제거하기 위한 후처리 공정시, 보다 깨끗한 표면을 얻기 위해서는 건식 공정보다는 습식 공정이 더 적합함을 알 수 있었다.

4. 결 론

HBr/Cl₂/He-O₂ 반응 기체를 이용하여 폴리실리콘을 반응성 이온 식각한 후, 표면에 형성된 잔류물을 x-선

광전자 분광법(XPS)과 전자 현미경(SEM)을 통하여 관찰하였다. 그 결과 잔류물은 패터된 폴리실리콘의 맨 윗 부분에 주머니 형태로 잔존해 있었으며, 화학 결합 상태는 x-선 광전자 분광법(XPS)의 결과로부터 실리콘 산화물임을 확인할 수 있었다. 잔류물의 형성 메커니즘을 규명하기 위하여 원래의 혼합 기체 성분인 HBr/Cl₂/He-O₂에서 한가지씩의 반응 기체를 제외시켜 가면서 실험을 하였다. Cl₂/He-O₂, HBr/He-O₂ 그리고 HBr/Cl₂의 3가지 조건중에서 잔류물의 형성은 비록 플라즈마의 성질이 다를지라도 산소가 존재하는 Cl₂/He-O₂, HBr/He-O₂에서 잘 형성됨을 관찰하였다. 이는 휘발성이 낮은 실리콘-할로겐 화합물이 산소에 의해 산화됨으로써 형성되는 것으로 열역학적 데이터들을 통하여 이해할 수 있었다. 또한 잔류층을 제거하기 위해 습식과 건식 공정을 도입하여 비교해 본 결과, 전자 현미경(SEM) 결과에서는 별다른 차이점을 발견할 수 없었지만, 건식 공정의 경우도

입된 CF_4/O_2 반응 기체에 의해 $(CF)_x$ 형태의 새로운 잔류물이 형성됨을 x-선 광전자 분광법(XPS)의 결과를 통하여 관찰하였다. 따라서 보다 깨끗한 표면을 얻기 위해서는 습식 공정이 건식 공정보다 더 적합하다는 결론을 내릴 수 있었다.

참고문헌

1. D. W. Hess, *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 1677 (1990).
2. A. Ermolieff, S. Marthon, F. Bertin and F. Pierre, *J. Vac. Sci. Technol. A* **9**, 1900 (1991).
3. F. H. Bell, O. Joubert, G. S. Oehrlein, Y. Zhang and D. Vender, *J. Vac. Sci. Technol. A* **12**, 3095 (1994).
4. R. Jackson, A. J. Pidduck and M. A. Green, *Vacuum* **45**, 519 (1994).
5. O. Joubert, G. S. Oehrlein and M. Surenda, *J. Vac. Sci. Technol. A* **12**, 665 (1994).
6. Y. Kuo, *J. Electrochem. Soc.* **142**, 2486 (1995).
7. T. D. Bestwick and G. S. Oehrlein, *J. Vac. Sci. Technol. A* **8**, 1696 (1990).
8. L. Y. Tsou, *J. Electrochem. Soc.* **136**, 3003 (1989).
9. N. Layadi, V. M. Donnelly and J. T. C. Lee, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **448**, 39 (1997).
10. C. C. Cheng, K. V. Guinn, V. M. Donnelly and I. P. Herman, *J. Vac. Sci. Technol. A* **12**, 630 (1994).
11. D. X. Ma, T. A. Lin and C. H. Chen, *J. Vac. Sci. Technol. A* **10**, 1217 (1992).
12. K. Nishikawa, T. Oomori, K. Ono and M. Tuda, *Jpn. J. Appl. Phys.* **35**, 2421 (1996).
13. R. C. Weast, *Handbook of Chemistry and Physics* 1st ed. (CRC press, 1987), Section D.
14. G. S. Oehrlein, S. W. Robey, J. L. Linstrom, K. K. Chan, M. A. Jaso and G. J. Scilla, *J. Electrochem. Soc.* **136**, 2050 (1989).