

Ion Implantation으로 Ca를 첨가한 단결정 Al_2O_3 의 Crack-Like Pore의 Healing 거동-III : Stability of Crack-Like Pore

김 배 연

인천대학교 재료공학과
(1999년 3월 16일 접수)

Effect of Ca Implantation on the Sintering and Crack Healing Behavior of High Purity Al_2O_3 Using Micro-Lithographic Technique-III : Stability of Crack-Like Pore

Bae Yeon Kim

Department Material Eng., University of Incheon, Incheon 402-749, Korea
(Received March 16, 1999)

초 록

Ion implantation, photo-lithography, Ar ion milling과 hot press법을 이용한 micro-fabrication technique을 사용하여 고순도 알루미늄이나 단결정인 사파이어의 내부에, 조절된 Ca의 첨가량을 갖고 있는, crack과 비슷한 형태의 기공들을 형성시켰다. 이때, 1,300°C에서 두 시간 가압 소결 처리한 시편의 내부에 있는 crack-like pore는 대단히 안정하여 1,800°C에서 5시간 동안 열처리하여도 healing이 거의 진행되지 않았다. 1,300°C에서 한 시간 가압 소결한 시편의 경우에는 Ca의 첨가량이 많아지거나, 열처리 시간과 온도가 증가함에 따라서 healing이 많이 진행되어 가는 것을 알 수 있었다. 또한, crack-like pore의 각 변들은 prismatic plane의 $\langle 1100 \rangle$ 방향과 평행한 변들은 대단히 안정하며, 이 방향과 (0001)면에서 수직 방향인 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 방향으로는 faceting이 일어나는 것을 알 수 있으며, 이런 결과는 곧, 알루미늄이나 (0001)면 내에서 육방정 격자의 축 방향인 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 방향을 따라서 생성되는 면의 표면에너지보다는 prismatic plane의 $\langle 1100 \rangle$ 방향을 따라서 생성되는 면의 표면에너지가 훨씬 낮고, 안정하다는 것을 말해주는 것이라고 할 수 있다.

ABSTRACT

The inner crack-like pore with controlled amount of Ca impurity in the high purity alumina single crystal, sapphire, had been created by micro-fabrication technique, which includes ion implantation, photo-lithography, Ar ion milling, and hot press technique. The crack-like pores in two-hour hot pressed specimen were extremely stable, even after heat treating at 1,800°C for 5 hours, almost no healing was observed. But, the crack-like pores in one-hour hot pressed specimen at 1,300°C were healed by heat treatment, and the amount of healing was increased with the heat treatment time and temperature, and the amount of Ca addition. The edges of crack-like pore parallel to $\langle 1100 \rangle$ direction in (0001) basal plane were stable, but the edges normal to this direction in (0001) plane, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ direction were unstable to faceting. This means that the surface energy of alumina along the $\langle 1100 \rangle$ direction in (0001) basal plane is much lower than $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ direction.

Key words : Alumina, Ca Ion Implantation, Crack Healing, Micro Lithography Morphology, Stability of Crack

1. 서 론

본 연구에서는 앞의 논문¹⁾에서 밝힌 바와 같이 ion implantation technique을 이용하여 고순도 알루미늄이나 단결정의 표면에 Ca를 50, 100 및 200 ppm 첨가하고, 이 표면에 micro-fabrication technique을 이용하여 여러 가지 형상을 갖도록 표면에 음각을 형성시킨 다음, 동일한 결정 배향과 동일한 농도로 Ca를 implantation시킨 알루미늄이나 단결정 판을 그 위에 덮고, 가압소결로 두 장의 단

결정을 접합시켜서 bi-crystal을 만듦으로써 단결정 내부에 일정한 농도의 impurity level을 갖는 inner crack-like pore를 형성시켰다. 이렇게 Ca의 첨가량에 따라 만든 bi-crystal을 여러 가지 온도에 따라 열처리를 하면서 crack-like pore의 내부에서 일어나는 형태학적인 변화 (morphological change)와 crack like pore의 healing 거동과 속도를 결정학적인 방향과 더불어 관찰함으로써, 고온에서 고순도 알루미늄의 계면에 미치는 Ca의 불순물로서의 영향을 파악하고, Ca의 이런 영향을 파악함으로

서 알루미늄에 존재하는 대표적인 불순물 중의 하나인 Ca가²⁾ 고순도 알루미늄에 미치는 영향에 대하여 연구하고자 하였다.

2. 실험방법

본 실험의 방법은 앞선 논문¹⁾과 같다. 시편의 제조 과정과 실험 방법을 요약하면, 단결정 알루미늄 wafer에 Ca ion을 90 및 260 kV로 가속하여 50, 100, 200 ppm 만큼 표면에 ion implantation하였고, positive photoresister (Shipley 1400:13, Shipley Co. Inc., U.S.A.)와 Argon Ion Mill(Veeco Instrument, Mountain View, CA, U.S.A.)을 이용하여 200 μm 정도 크기의 여러 가지 도형을 알루미늄 표면에 lithograph 하였다. 이후, 동일한 Ca implantation amount를 갖고 lithograph를 하지 않은 알루미늄 단결정을 결정학적으로 배향이 연속되도록 접친 다음 가압 소결하여 bicrystal을 만들었다. 이렇게 만들어진 bicrystal은, 그 내부에 원하는 형태와 결정학적 배향을 갖는 crack-like pore를 형성시킬 수 있었으며, 이후, 이 결정을 열처리함으로써 각각의 열처리 온도에 있어서 Ca가 고순도 알루미늄에 미치는 영향을 관찰하였다. 관찰은 광학 현미경과 stage micrometer를 이용하여 bicrystal 내부 기공의 형태와 모양의 변화를 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Crack healing 속도

본 실험에 사용된 가압 소결 조건은 두 가지였다. 하나는 Ar ion milling으로 표면에 mask pattern을 lithograph한 알루미늄 단결정 위에, 동일한 배향과 Ca implantation amount를 갖는 알루미늄 단결정을 덮은 다음 1,300°C에서 10 MPa의 압력으로 2시간 hot press하

여(normal crack-like pore) bicrystal을 형성시켰고, 다른 하나는 mask pattern을 lithograph한 알루미늄 단결정을 다른 알루미늄 단결정으로 덮지 않은 상태에서 1,300°C에서 한시간 열처리를 하고, 이후 동일한 배향을 갖는 알루미늄 단결정을 덮은 다음 1,300°C에서 10 MPa의 압력으로 한시간 hot press하였다(exposed crack-like pore). 이때 나중에 덮은 알루미늄 단결정은 1,300°C에서 한시간 열처리를 하지 않았다. 이렇게 형성된 normal crack-like pore와 exposed crack-like pore는 광학현미경 상으로 별다른 차이점이나 변화가 관찰되지 않았다. 이후 각 온도에서 열처리를 하면서 etching된 시편 내부의 normal and exposed crack-like pore의 열처리 조건에 따른 healing rate와 그에 수반되는 morphological evolution을 광학 현미경으로 관찰하였다.

Table 1에는 앞에서 서술한 대로 crack-like pore를 형성시킨 시편을 1,700°C에서 40분, 80분 및 160분 열처리 하고, 1,800°C에서 300분 열처리한 다음 crack-like pore의 healing을 나타낸 것이다. 이 결과에서 보면 crack-like pore의 healing은 Ca의 첨가량이 많으면 많을수록, 열처리 시간이 길어지면 길어질수록 점점 더 진행이 되는 것을 알 수 있다.

이 healing의 정도는 한 mask pattern당 약 550여 개 존재하는 100 μm ×200 μm 의 rectangle 형태의 crack-like pore 중에서 임의의 rectangle 100여 개를 선택하여 200 μm 길이를 가졌던 긴 변의 길이를 현미경에 부착된 micrometer와 stage micrometer를 이용하여 측정함으로써 rectangle 형태의 crack-like pore 면적이 감소된 정도를 계산하여 healing의 정도를 판단하였다. Table 1에서 data들이 약간씩 편차를 나타내면서 일치하지 않는 것은 이렇게 선택된 rectangle의 edge regression이 일어나는 정도가 약간씩 편차를 갖고 있었을 뿐만 아니라 일부 rectangle crack-like pore에서는 ligament growth가 진행

Table 1. Summary of Crack Healing Behavior. Longer Edges of Crack-Like Rectangular Pore were Measured for the Healing Rate by Micrometers in The Microscope and/or Stage Micrometer (%)

Temperature		1,700°C			1,800°C
Amount of Ca Addition	Heat Treatment Time	40 min	80 min	160 min	300 min
	Hot Press Time(hr)				
50 ppm	1	12.3	10.8	12.8	38.6
	2	0.6	0.2	0.2	0.2
100 ppm	1	11.6	11.1	22.3	62.1
	2	0.2	0.2	0.2	0.2
200 ppm	1	11.9	30.5	55.8	98.2
	2	12.1	14.8	13.5	31.6

되고 있었으며, 이렇게 ligament growth가 일어난 rectangle crack-like pore의 healing 정도를 정확하게 계산하기 어려웠기 때문에 일어나는 편차이다. 그렇지만 이런 편차의 존재에도 불구하고 대체적으로 열처리 시간이 길어지거나, Ca의 첨가량이 많을수록 healing이 서서히 진행되고 있음을 알 수 있다.

그런데, $1,300^\circ C$ 에서 가압 소결을 한 시간 한 것과 두 시간 한 것의 경우에는 엄청난 차이가 있으며, 특히 $1,300^\circ C$ 에서 두 시간 hot press를 한 것은 Ca의 첨가량이 50 ppm 및 100 ppm의 경우에는 $1,800^\circ C$ 에서 5시간 열처리하여도 거의 healing이 되지 않았다. 이것은 아마도 $1,300^\circ C$ 에서 장시간의 열처리가 Ca로 하여금 sapphire의 inner crack-like pore의 표면에 대단히 안정한 표면을 형성하고, 이 표면이 $1,800^\circ C$ 까지 대단히 안정한 것이기 때문에 일어나는 것으로 생각된다. 이런 결과는 앞선 연구 결과들을 대상으로 비교하여 볼 때 의외의 결과라고 할 수 있다. 참고로 앞선 연구 결과³를 살펴보면 Ca를 첨가한 경우에는 대단히 낮은 온도에서 이미 healing process가 진행되는 것이 관찰되었으며, $1,700^\circ C$ 에서 40분간의 추가 열처리로 거의 모든 cracklike pore가 다 사라지는 것이 관찰되었다. Mg를 첨가한 경우에는 $1,700^\circ C$ 에서 상당한 healing이 진행되는 것을 관찰 할 수 있었으며, 260분 정도의 시간이 경과되면 거의 모든 cracklike pore가 사라진다는 결과 및 아무 것도 첨가하지 않은 순수한 sapphire의 경우에도 $1,700^\circ C$ 에서 healing이 진행된다는 보고⁴와 비교해 볼 때 더욱 그렇다고 할 수 있겠다. 다만, 이 경우에는 소결 온도에서만 열처리를 하였으며, 중간 열처리 과정이 없었기 때문에 직접적인 비교는 어렵다고 하겠다.

3.2. Ligament의 생성과 성장

Fig. 1에는 200 ppm의 Ca가 ion implantation된 알루미늄 bicrystal을 $1,700^\circ C$ 에서 160 분간 열처리 한 시편에 있는 삼각형 모양의 crack-like pore가 healing되는 과정이 나타나 있다. 두 개의 삼각형은 단지 edge regression만이 진행되면서 healing의 중간 과정에 있음을 알 수 있고, 두 개의 삼각형은 이미 edge regression과 ligament에 의하여 healing이 끝나있거나 진행 중에 있다. 이 경우도 앞선 연구 결과에서 보여 주었던듯이, ligament의 생성과 성장이 crack healing의 속도에 큰 요소로 작용함을 알 수 있고, 역시 앞선 보고에서 고찰한 바와 같이 ligament가 생성된 crack-like pore는 중간 성장 과정과 healing의 최종 단계만이 나타나 있고, ligament가 생성되지 않은 crack-like pore는 edge regression에 의하여 healing이 진행되고 있음을 알 수 있다.

그런데, 아래위의 triangle을 비교하여 보면 4개의

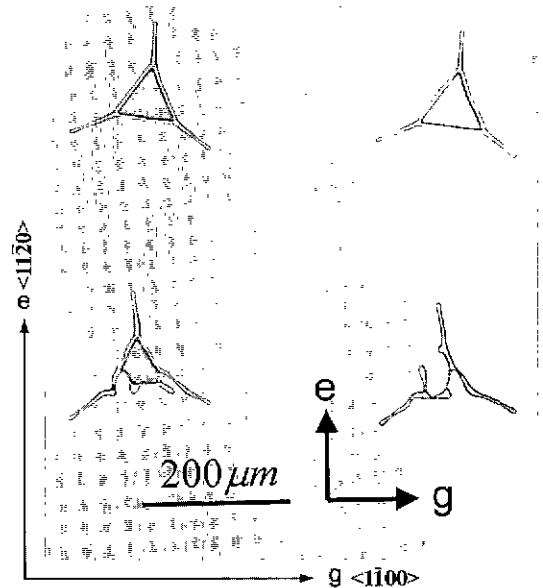


Fig. 1. Photomicrograph of triangular crack-like pores in 200 ppm Ca doped single crystal alumina heat treated at $1,700^\circ C$ for 160 min.. Upper two triangle shape crack-like pores, all of the edges were parallel to $\langle 11\bar{1}0 \rangle$ direction (g) and the edges of lower two triangles tilted 12° to the prismatic plane direction, g, $\langle 11\bar{1}0 \rangle$. Note that the perturbation and ligaments were initiated at the lower triangles. The crystallographical mismatches of edges in the lower triangles with g, $\langle 11\bar{1}0 \rangle$ directions might be responsible for its perturbation and ligaments formation.

triangle에서 비슷한 정도의 edge regression이 일어났음을 알 수 있으며, 비록 동일한 시편 내에서 동일한 열처리를 거친 crack-like pore가 비슷한 수준의 edge regression을 나타내지 않는다는 앞선 연구 결과가 있다 하더라도 역시 ligament의 생성과 성장 속도가 edge regression에 비하여 상대적으로 빠름을 알 수 있다. 왜냐 하면 대부분의 healing이 진행되는 경우에는 앞서의 뒷 쪽 삼각형에서 보는 바와 같이 꼭지점이 있었던 부분에서부터 edge regression이 진행되면서 축소되어 가는 방향으로 기공으로 생각되는 흔적이 길게 생겨 있는 것과 같이 healing이 시작되었던 부분에서부터 흔적이 남아 있게 되는데, 이 경우는 healing이 시작되는 부분이 edge regression이 일어나 있는 부분에서부터 출발하였음을 알 수 있고, edge regression이 일어나 있는 부위까지 ligament들이 성장하였음을 알 수 있다. 즉, edge regression에 의하여 삼각형 형태의 crack-like pore가 거의 반 이상 healing이 되고 있었고, 이런 edge regression에 의한 healing이 서서히 진행된 이후의 어느 시점에서 ligament가 생성되어 빠른 속도로 crack healing이 일어난 것으로

생각된다.

그런데, 이 경우에 위의 두 개의 삼각형과 아래 두 개의 삼각형이 놓여있는 결정학적 방향은 서로 12도의 각도로 기울어져 있으며, 위의 두 개의 삼각형의 변은 알루미나의 prismatic plane의 $\langle 1100 \rangle$ direction과 일치하지만, 아래 두 개의 삼각형은 12도 정도로 기울어져 있으며, 따라서 prismatic plane 방향과 일치하지 않는다.

이 점은 ligament의 생성 이유와 edge regression에 의한 crack healing 속도의 느림을 추정할 수 있게 해주다고 볼 수 있다. 즉, edge regression에 의하여 삼각형이나 직사각형의 한 변이 서서히 줄어들기 시작하면서 생기는 변들은 가능한 안정한 배향을 할 것으로 당연히 기대되며, crack healing의 초기에 edge에서 perturbation이 일어나지 않는다면 이 변은 안정한 표면이나 방향을 갖게 되고, 이후의 healing 과정에서 비교적 안정한 면을 유지할 수 있을 것이다. 이렇게 내부의 면이 결정학적으로 안정한 면이 생성되는 것으로 가정한다면 edge regression은 느린 healing rate를 보이는 것이 당연할 것이다.

그런데 이런 과정에서 edge regression에 의해서 꼭지점에서부터 시작하는 crack-like pore의 healing 흔적과 edge의 연결 부위는 뒷 쪽 두 삼각형의 경우에는 120도의 각도를 유지하면서 안정하게 연결이 가능하리라고 판단이 되고, 따라서 이 방향과 이런 edge regression에 의한 crack healing이 서서히 진행되리라고 판단된다. 반면에, 아랫 쪽 두 개의 삼각형에 있어서는 두 변과 꼭지점에서 시작하는 healing 흔적이 안정한 각도를 유지하지 못하기 때문에 연결 부위 한 곳이 안정한 형태를 취하려고 하게 되고, 만약 한 쪽의 연결부위가 안정한 각도를 이루게 된다면 연결된 두 변 중의 한 변은 이런 각도 상의 불일치로 인하여 더 이상 안정한 결정면을 유지하기가 어려워 것이며, 이로 인한 perturbation이 생기게 되고, 이런 perturbation을 보상하기 위하여 연결부위가 생기게 되는 것으로 생각된다.

3.3. 결정 방향에 따른 영향

Fig. 2는 1,600°C에서 한시간 열처리한 50 ppm의 Ca를 첨가한 시편에서 관찰된 직사각형 형태의 crack-like pore의 형상변화이다. 이 pore에서 보면 prismatic plane의 $\langle 1100 \rangle$ direction과 평행한 변은 아무런 변화가 관찰되고 있지 않지만, hexagonal axis의 축방향인 $\langle 1120 \rangle$ 방향을 따라서는 양쪽에 faceting이 일어나고 있음을 알 수 있다. 이런 현상은 hexagonal system을 갖는 알루미나 단결정의 고유(intrinsic)한 것이라고 생각된다. 즉, 직사각형의 변의 전체 표면 에너지는 온도가 올라감에 따라서 에너지 상태가 낮은 쪽으로 재배열을 할려고 할 것이며, 이에 따라 높은 에너지 상태를 갖는 불안정한

요약회지

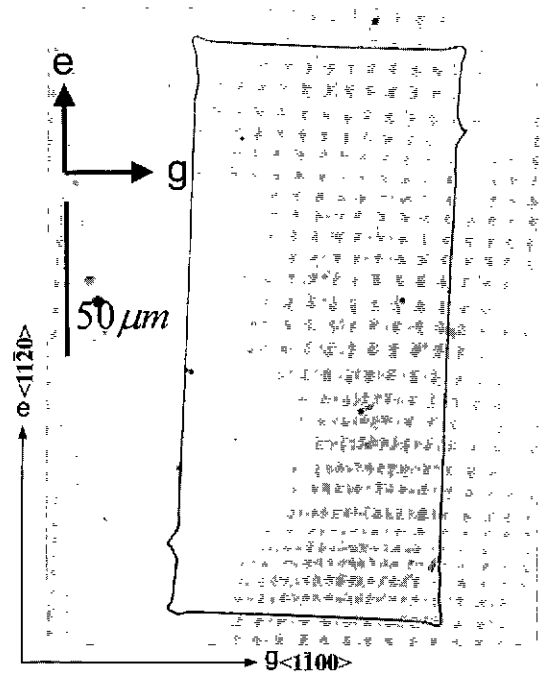


Fig. 2. Photomicrograph of rectangular crack-like pore in 50 ppm Ca doped single crystal alumina heat treated at 1,600°C for 60 min. Note that the faceting occurred at the edges normal to g , $\langle 1100 \rangle$ direction and no perturbation and faceting was observed along the edges parallel to the prismatic plane direction, $\langle 1100 \rangle$.

hexagonal axis의 $\langle 1120 \rangle$ 축 방향의 변은 상대적으로 낮은 에너지 상태를 갖는 prismatic plane의 $\langle 1100 \rangle$ 방향을 취함으로써 faceting되고 전체 표면에너지를 낮추어 안정화되는 것으로 생각된다.

Fig. 3은 Fig. 2와 같은 시편에서 관찰한 다른 직사각형 형태의 crack-like pore의 현미경 사진이다. 역시 이 경우도 prismatic plane의 $\langle 1100 \rangle$ direction과 평행한 변은 아무런 변화가 관찰되고 있지 않지만, hexagonal axis의 축방향인 $\langle 1120 \rangle$ 방향을 따라서는 양쪽에 faceting이 일어나고 있음을 알 수 있다.

위의 Fig. 1, 2, 3에서 나타나는 이런 현상을 종합하여 본다면 crack-like pore의 각 변들은 prismatic plane의 $\langle 1100 \rangle$ direction과 평행한 것은 상대적으로 안정하며 대부분 edge regression으로 crack healing이 서서히 진행되며, 반면 이 방향과 (0001)면에서 수직 방향인 $\langle 1120 \rangle$ 방향으로는 faceting이 일어나는 것을 관찰할 수 있다. 그런데 이런 faceting은 Ca의 첨가량이 비교적 적은 50 ppm의 Ca가 첨가된 시편에서 두드러지는 경향을 알 수 있었으나, Ca의 첨가량에 따라서 얼마만큼 더 많은 faceting이 진행되었는지를 정량적으로 나타내기는 어려웠다.

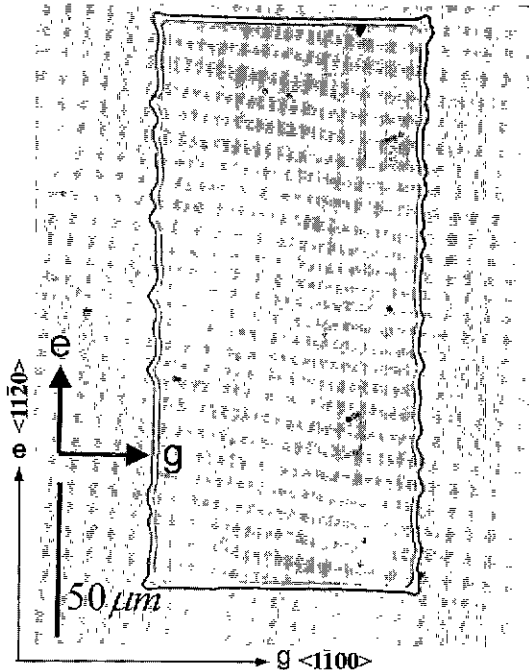


Fig. 3. Photomicrograph of rectangular crack-like pores in 50 ppm Ca doped single crystal alumina heat treated at 1,600°C for 60 min. Note that the faceting and perturbation occurred at the edges parallel to e, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ direction and no perturbation and faceting was observed along the edges parallel to the prismatic plane direction, g, $\langle 1\bar{1}00 \rangle$.

Fig. 4는 1,700°C에서 40분간 열처리한 50 ppm의 Ca를 첨가한 시편에서 관찰한 긴 channel 모양 pore이다. 이때, 아래 쪽에 있는 8개의 long channel중에서 왼쪽 2개의 channel은 원래의 폭이 2 μm였으며, 가운데 5개는 5 μm, 맨 오른쪽의 것은 원래의 폭이 10 μm이었으며, 윗쪽의 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ direction과 평행한 channel의 폭은 2 μm이었다. 이 경우에서도 crack-like pore의 각 변들은 prismatic plane의 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ direction과 평행한 윗쪽 4개의 channel들은 변들은 변화가 없이 안정하나, 이 방향과 (0001)면에서 수직 방향인 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 방향으로는 faceting이 일어나는 것을 관찰할 수 있다

이상의 결과를 종합하여 보면 crack-like pore의 각 변들은 prismatic plane의 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ direction과 평행한 변들은 대단히 안정하며, 이 방향과 (0001)면에서 수직 방향인 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 방향으로는 faceting이 일어나는 것을 알 수 있으며, 이런 결과는 곧, 알루미늄의 (0001)면 내에서 hexagonal lattice의 axis 방향인 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ direction을 따라서 생성되는 변의 surface energy보다는 prismatic plane의 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ direction을 따라서 생성되는 변의 surface

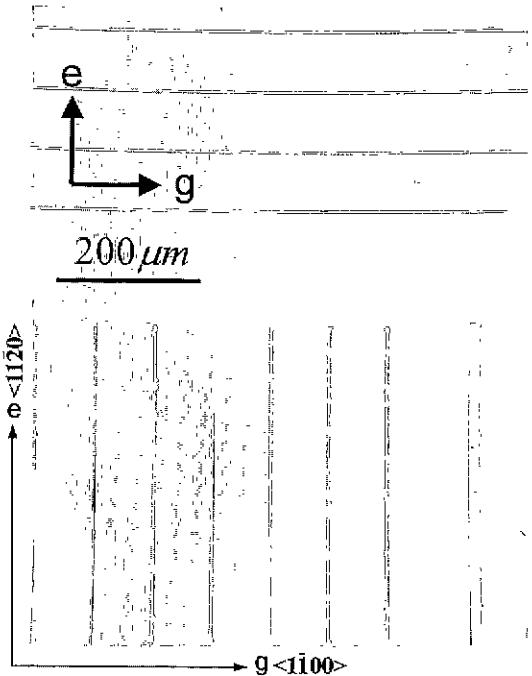


Fig. 4. Photomicrograph of long channel-like pores in 50 ppm Ca doped single crystal alumina heat treated at 1,700°C for 40 min. Note that the faceting occurred only at the channels parallel to e, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ direction and no perturbation and faceting was observed along the channels parallel to the prismatic plane direction, g, $\langle 1\bar{1}00 \rangle$. The average ion milled depth is 0.165 μm and the width of the channel parallel to $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ direction is 5 μm and the width of left two channels parallel to the prismatic plane direction, $\langle 1\bar{1}00 \rangle$, is 2 μm and the channel at the right side parallel to the $\langle 1\bar{1}00 \rangle$, is 10 μm. The width of channels in the middle of the $\langle 1\bar{1}00 \rangle$, is 5 μm. The direction e is $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ and g, $\langle 1\bar{1}00 \rangle$.

energy가 훨씬 낮고, 안정하다는 것을 말해주는 것이라고 할 수 있다.

4. 결 론

단결정 (0001) sapphire의 결정 방위를 X-ray Laue camera로 결정한 다음, 그 표면에 ion implantation으로 Ca ion을 50, 100 및 200 ppm 첨가하고, photo lithography와 Ar ion milling을 이용하여 여러 가지 형태의 crack-like pore를 만든 다음에 동일한 배향과 Ca implantation amount를 갖는 un-etched sapphire를 덮고, 가압 소결로 두 장의 sapphire를 결합시킨 다음 열처리하여 Ca ion이 고온에서 알루미늄의 morphology에 미치는 영향을 관찰하였다. 이때, 1,300°C에서 두 시간 가압 소결

처리한 시편의 내부에 있는 crack-like pore는 대단히 안정하여 1,800°C에서 5시간 동안 열처리하여도 healing이 거의 진행되지 않았다. 1,300°C에서 한 시간 hot press한 시편의 경우에는 Ca의 첨가량이 많아지거나, 열처리 시간과 온도가 증가함에 따라서 healing이 많이 진행되어 가는 것을 알 수 있었다. 또한, crack-like pore의 각 변들은 prismatic plane의 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 방향과 평행한 변들은 대단히 안정하며, 이 방향과 (0001)면에서 수직 방향인 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 방향으로는 faceting이 일어나는 것을 알 수 있으며, 이런 결과는 곧, 알루미나의 (0001)면 내에서 hexagonal lattice의 axis 방향인 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 방향을 따라서 생성되는 변의 표면 에너지보다는 prismatic plane의 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 방향을 따라서 생성되는 변의 표면 에너지가 훨씬 낮고 안정하다는 것을 말해주는 것이라고 할 수 있다.

감사의 글

본 연구는 한국과학재단의 Post Doc. 지원에 의하여

수행되었습니다. 지원에 감사드립니다.

REFERENCES

1. 김배연, "Ion Implantation으로 Ca를 첨가한 단결정 Al_2O_3 의 Crack-like Pore의 Healing 거동-I. Crack-like Pore의 형성과 Morphological Evolution," 요업학회지, **34**(8), 834-842 (1997).
2. P. A. Morris, "Impurities in Ceramics: Processing and Effects on Properties," pp. 50-85, in Ceram. Trans. Vol. 7., "Sintering of Advanced Ceramics," Ed. C. A. Handwerker, J. E. Blendell and W. A. Kaysser, Am. Ceram. Soc., Columbus, OH, 1990
3. J. D. Powers and A. M. Glaeser, "High Temperature Healing of Cracklike flaws in Mg- and Ca-Ion-Implanted Sapphire." *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(9), 2547-2558 (1992)
4. J. W. Roedel and A. M. Glaeser, "High Temperature Healing of Lithographically Introduced Cracks in Sapphire," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(3) 592-601 (1990)