

>

## EPW 용액에서의 실리콘 양극 산화막 형성에 관한 연구

부종욱 · 김선미 · 김승희 · 김성태 · 권숙인\*

금성중앙연구소, \*고려대학교 금속공학과  
(1993년 1월 28일 접수)

### Anodic Oxidation of Silicon in EPW Solution

J. U. Bu, S. M. Kim, S. H. Kim, S. T. Kim, S. I. Kwon\*

GoldStar Central Research Laboratory

\*Department of Metallurgical Engineering, Korea University

(Received January 28, 1993)

**요 약** - Si 이방성 에칭 용액인 EPW(Ethylenediamine, Pyrocatechol, Water) 용액내에서 potentiostat를 이용한 cyclic polarization 방법으로 양극 산화막의 연구를 수행하였다. p-Si 및 n-Si에서 양극 산화막의 breakdown potential은 동일한 값을 보였으며, p<sup>+</sup>-Si의 경우에는 양극 산화막의 breakdown이 일어나지 않았다. 산화막의 XPS 분석결과 n-Si과 p-Si의 경우 Si 2p photopeak의 chemical shift는 각각  $\Delta 3.62$  eV,  $\Delta 3.55$  eV였으며, p<sup>+</sup>-Si의 경우에는  $\Delta 4.25$  eV였다. 따라서 p<sup>+</sup>-Si의 양극 산화막이 light doping의 경우와 비교하여 커다란 에칭 저항성을 보이는 것은 산화막의 화학적 조성 차이에 기인하는 것이라 생각된다. p<sup>+</sup>-Si이 에칭 용액내에서 anodic bias 상태에 놓이게 되면 boron이 표면으로 diffuse-out되는 것을 SIMS 분석을 통해 알 수 있었는데, 그 원인은 아직 분명하지는 않지만, 이것은 실제 etch-stop이 일어나는 임계 boron 농도가 일반적으로 알려진 값보다 훨씬 높을 것이라는 것을 시사한다.

**Abstract** - We have studied the anodic oxidation of silicon in the anisotropic etchant of EPW(Ethylenediamine, Pyrocatechol and Water) solution using the cyclic polarization technique. The samples have been characterized by means of X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and secondary ion mass spectrometry (SIMS). The results of cyclic polarization experiments show that the anodic oxides formed on p- and n-type silicon wafers break down at the same potential while breakdown does not occur up to open circuit potential in the case of p<sup>+</sup>-Si. Strong etch-resistance of p<sup>+</sup>-Si sample is believed to be related with the formation of strong Si-O bonding, as observed with XPS. SIMS depth profiles suggest that the critical concentration of boron for etch-stop to occur appears to be much higher than what is widely believed.

### 1. 서 론

최근, KOH, NaOH, hydrazine, EPW(Ethylenediamine, Pyrocatechol, Water) 등의 Si 이방성 에칭 용액을 이용한 미세 가공기술을 여러 가지 마이크로 센서와 Si 미세 구조물의 제작에 있어서 중요한 기술로 부각되고 있다. Si 이방성 에칭 용액들이 Si에 첨가된 불순물에 대하여 에칭 선택성을 보인다는 사

실은 이미 많은 실험에 의해 잘 알려져 있으며, 이 현상을 이용한 미세 가공은 membrane, diaphragm 및 cantilever 등과 같은 여러 가지 미세 구조물의 제작에 이용되고 있다[1]. 이러한 에칭 선택성을 이용하여 원하는 부위에서 etch-stop이 일어나게끔 공정을 제어하는 방법으로는 불순물의 종류에 따른 에칭 선택성을 이용한 p-n junction etch-stop법[2-4]과 불순물의 농도에 따른 에칭속도의 변화를 이용한

heavily doped etch-stop법[5,6]이 널리 이용되고 있다. p-n junction etch-stop법은 Si의 양극 산화 특성과 p-n junction의 전기적 특성을 이용하는 전기화학적 방법으로서, reverse biased p-n junction 조건하에서 n-type Si에 대한 p-type Si의 에칭 선택성을 크게 함으로써 p-n junction 부위에서 etch-stop이 일어나게 하는 것이며[4], heavily doped etch-stop법은 에칭속도의 불순물 의존성을 이용하는 것으로 boron의 농도가  $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$  이상이 되면 에칭속도가 급격하게 감소한다는 잘 알려진 실험적 결과를 이용하는 것이다[5]. p-n junction을 이용한 전기화학적 etch-stop의 경우 n-Si의 passivation potential이 p-Si의 그것보다 cathodic하다는 전기화학적인 kinetic data에 기초를 둔 방법으로서 n-Si의 passivation potential 보다는 anodic하고 p-Si 보다는 cathodic한 영역에서 임의의 potential을 설정하여 인가해 줌으로써 선택적으로 형성된 n-Si의 양극 산화막이 passivation 막으로 작용하게 된다. 한편, heavily doped etch-stop에 있어서는 지금까지 몇몇의 연구[6-12]가 보고되었지만 그 mechanism에 대해서는 아직 명확하게 규명되지 않고 있는 실정이다. Peterson[8]은 heavily doped etch-stop의 경우 고농도의 boron의 첨가로 인한 강한 원자간 결합이 에칭속도의 감소 원인이라 하였으며, Palik 등[6, 7, 9, 10]은 KOH 용액내에서 행한 *in-situ* ellipsometry 측정 실험결과 boron heavily doped layer에서 수 Å 두께의  $\text{SiO}_x$  passivation 막이 형성됨을 관찰하고 고농도의 boron에 기인하는 lattice strain이 passivation 막의 형성을 촉진시켰을 것이라고 제안하였다. 이에 반해 "Fermi level effect"의 관점에서 heavily doped etch-stop의 mechanism이 몇몇의 그룹들에 의해 제안되었다[11, 12]. 이것은 Si과 전해액의 계면에서 Si의 산화과정에서 생겨난 전자들이 일련의 반응으로 이어지는 수소 이온의 환원과정에서 기여하지 못하고 Si내에 과잉으로 존재하는 hole과 결합하여 소멸되기 때문에 전체 반응속도가 감소한다는 것으로 이른바 "electron-hole recombination"에 의해 etch-stop이 일어난다는 model이다. 상기의 보고 내용들에서 알 수 있듯이 전기화학적 etch-stop법의 경우 Si의 양극 산화막의 형성이 etch-stop을 일으키는데 주된 역할을 한다는 데는 異論의 여지가 없지만, heavily doped etch-stop법의 경우 Si 양극 산화막의 형성 여부 및

그 역할에 대해서는 명확하지 않은 실정이다. 여기서 주목해야 할 점은 Si의 양극 산화막이 실제 에칭과정에서 어떻게 생성되며 에칭에 대해서는 어떤 거동을 보이느냐라는 문제이다. 그러나 Si과 전해질 계면에서의 여러 가지 거동에 대한 지금까지의 많은 연구에도 불구하고 Si 양극 산화막의 물성에 대한 연구는 거의 보고된 바가 없다. 따라서 본 연구에서는 etch-stop의 mechanism을 규명하는 일환으로 Si의 양극 산화막에 대한 기초적 data의 제공을 위해 우선 전기화학적 corrosion의 분석 기법을 도입하여 양극 산화막이 passivation 막으로서 갖고 있는 에칭 저항성, 즉 에칭 용액내에서 얼마나 안정한 상태냐라는 측면에서 고찰하였다. 또한 표면 분석을 통해 첨가 불순물의 종류나 농도에 따라 형성되는 양극 산화막 및 근표면의 양상을 살펴봄으로써 heavily doped etch-stop의 model을 설명하는데 하나의 실마리를 제공하고자 하였다.

## 2. 실험

### 2.1. Si Wafer

본 실험에 사용된 Si wafer는 직경 4 in., 두께 400

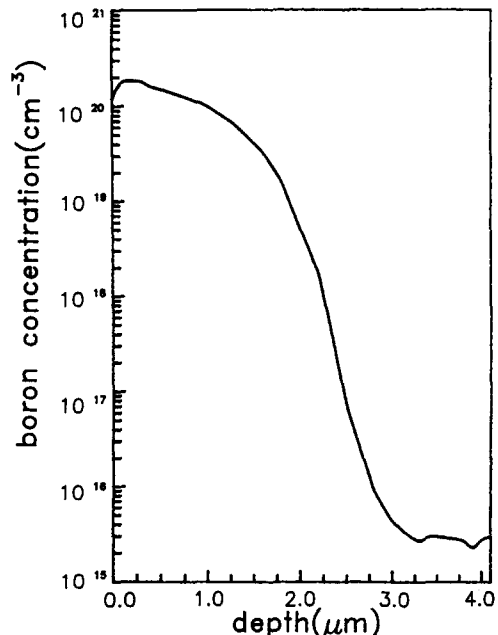


Fig. 1. Boron diffusion profile measured with auto-reading resistance.

μm, 저항 4~5 Ω·cm, 그리고 (100)면을 갖는 p형과 n형의 상업용 Si wafer이다.  $1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$  이상의 boron 농도를 갖는 heavily doped layer는 boron solid source(GS245, OI-NEG TV Products, Inc.)를 이용한 열확산 공정을 통해 형성하였다. 확산된 boron의 두께에 따른 농도분포는 ASR(Autospreading Resistance) 측정으로 조사하였으며 Fig. 1에 그 결과를 나타내었다. 또한 동일한 표면 조건을 만들어 주기 위해 양극 산화실험에 들어가지 직전에 wafer 표면의 산화막은 HF 용액을 이용하여 제거하였다.

2.2. Anodic Passivation 및 Cyclic Polarization

본 실험에 사용된 용액은 Ethylenediamine 41.9, Pyrocatechol 8.2, Wafer 49.9의 몰비를 갖는 강알카리 혼합용액이며 산화제로써 Pyrazine을 3g/l 첨가하였다. Wafer는 2.5×2.5 cm<sup>2</sup> 크기로 절단하여 사용하였으며 Fig. 2에 나타낸 시편 holder에 장착하고 potentiostat(M273, PARC)를 이용하여 양극 산화 및 cyclic polarization 실험을 행하였다. 용액은 silicon oil을 이용한 중탕조내에서 115°C로 유지시키면서 교반하였으며 reference electrode로는 Ag/AgCl electrode, counter electrode로는 Pt 망을 사용하였고 용액의 농도를 일정하게 유지시키기 위해 응축기를 설치하였다. 또한 용액의 산화를 막기 위해 전 실험과정 동안 계속 질소를 bubbling 해주었다. 양극 산화와 cyclic polarization의 두 가지 실험에서 potential의 ramp rate는 0.2 mV/sec, initial potential은 -100 mV vs. OCP(Open Circuit Potential)로 동일하게 설정하였고, 양극 산화의 경우 전류밀도가 급격하게 감소하게 되는 potential, 즉 PP(Passivation Potential)을 넘어서는 시점에서 시편을 꺼내 세척하였다. Cyclic polarization에서의 vertex potential은 100 mV vs. PP로 하였다.

2.3. Specimen Characterization

양극 산화막의 분석을 위해 행한 XPS 분석은 monochromator가 부착된 Perkin-Elmer 5400 system을 이용하였다. 본 연구에서는 monochromated Al K<sub>α1,2</sub> X-ray(1486.6 eV)를 이용하여 300 W, 12 kV에서 실험하였고, analyzer의 pass energy는 Si 2p의 경우 8.85 eV, O 1s의 경우 35.75 eV였다. 또한 depth profile은 Ar ion sputtering을 이용하였는데 이 때의 rastering

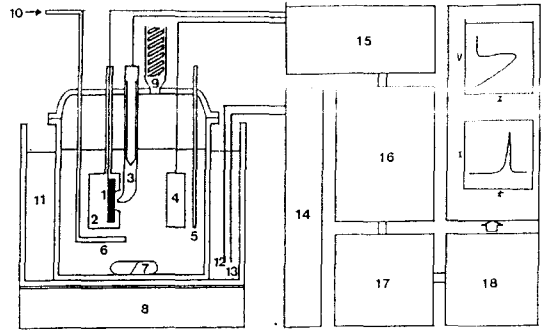


Fig. 2. Experimental setup used for anodic passivation and cyclic polarization.

- |                           |                              |
|---------------------------|------------------------------|
| 1. W. E. (Specimen)       | 10. N <sub>2</sub> Gas Inlet |
| 2. Specimen Holder        | 11. Silicon Oil              |
| 3. R. E. (Ag/AgCl)        | 12. Heater                   |
| 4. C. E. (Pt)             | 13. Thermocouple             |
| 5. Thermometer            | 14. Temp. Controller         |
| 6. N <sub>2</sub> Bubbler | 15. Electrometer             |
| 7. Stirring Bar           | 16. Potentiostat             |
| 8. Magnetic Stirrer       | 17. Computer                 |
| 9. Water Condensor        | 18. Plotter                  |

size와 beam voltage는 각각 3×3 mm<sup>2</sup>와 0.7 kV로 하였다. 한편 근표면에서의 boron의 농도 분포는 SIMS를 이용하여 행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Anodic Passivation 및 Polarization

Cyclic polarization에 의한 passivation 막의 평가는 stainless steel 등의 내식성 금속에서 입계의 Cr 결핍에 기인하는 입계부식 등의 정량적인 평가에 이용되고 있는 방법으로서[15] passive 영역에서 active 영역으로 potential을 reverse 방향으로 scanning시켰을 때 국부적으로 불안정하게 형성된 산화막이 breakdown됨에 따라 전류밀도가 증가하는 거동을 관찰하는 것이다. 본 연구에서는 상기 방법을 도입하여 Si 양극 산화막의 거동을 관찰하였으며 Fig. 3에 p-Si, n-Si 및 p<sup>+</sup>-Si 시편에 있어서의 결과를 나타내었다. p-Si의 OCP와 PP는 n-Si의 경우와 비교하여 높은 값을 나타내며 그 결과 active 영역이 보다 넓은 potential 범위에 걸쳐 있다. 일반적으로 반도체가 전해질 용액내에 놓일 경우 금속의 경우와는 달리 전해질과의 계면에서 반도체 표면에 space charge layer가 존재하게 된다[13, 14]. 따라서 전극에 anodic

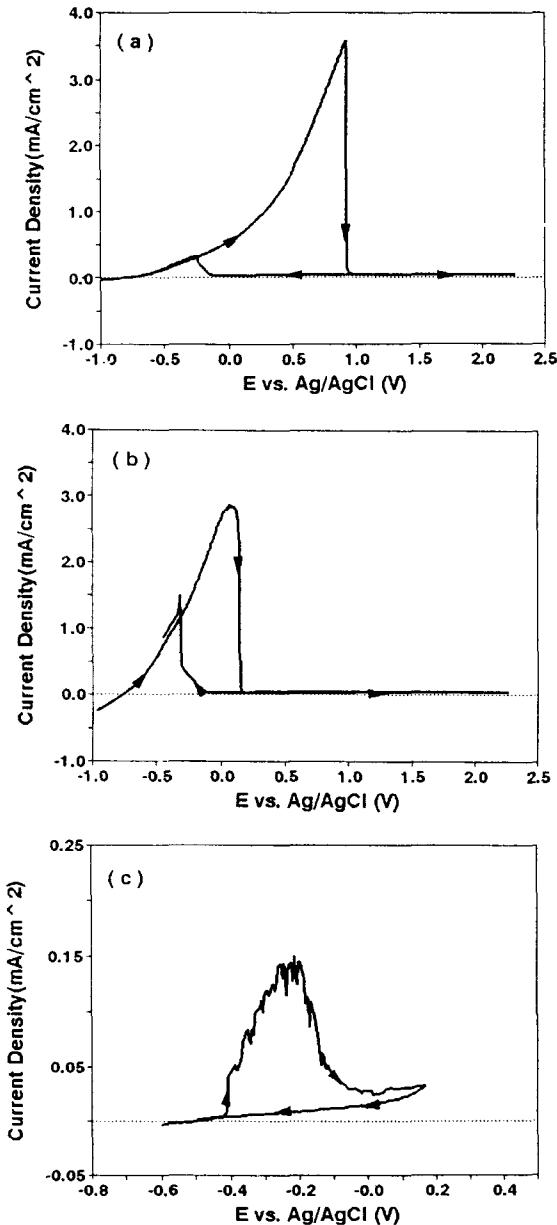


Fig. 3. Cyclic polarization curves of (a) p-, (b) n- and p<sup>+</sup>-type silicon in EPW solution.

bias가 걸리게 되면 금속에서는 인가 전압의 대부분이 Helmholtz double layer를 가로질러 나타나게 되며 이것이 금속 전극과 용액사이의 charge transfer를 결정하게 되나, 반도체의 경우에는 space charge layer의 영향을 크게 받게 된다. Fig. 4는 anodic bias 하에서의 n-type과 p-type Si의 energy level들의 mo-

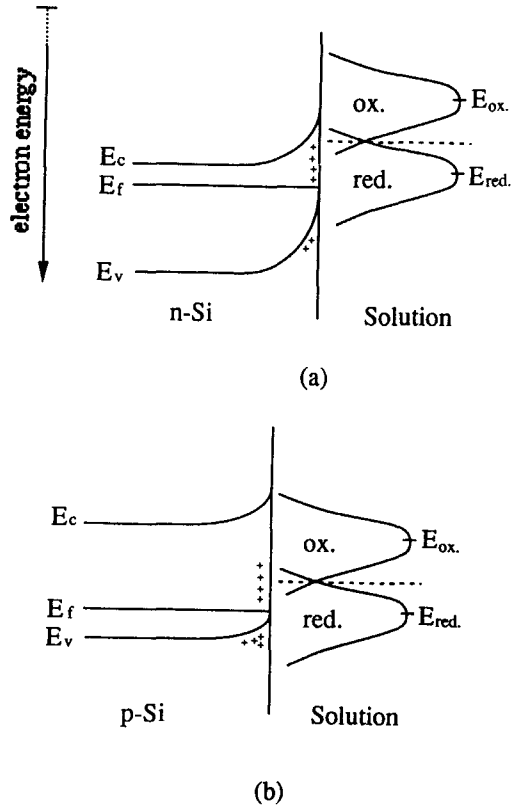


Fig. 4. Energy level model for charge transfer under anodic bias for (a) n- and (b) p-type silicon.

del로서 n-type의 경우 anodic bias 하에서 charge inversion이 일어나 표면에서의 Fermi level이 valance band 부근에 위치하는 surface donor state에 line-up 된다. 그러므로 Fig. 4(a)에서와 같이 용액의 산화 환원 potential인  $E_{REDOX}$ 와  $E_F$  사이에는 반도체 쪽에는 양전하를 갖는 unoccupied donor state가, 용액쪽에는  $E_{RED}$ 의 많은 부분이 형성되게 되고, 결국 전류밀도는 용액내의 음이온과 Si내의 양전하를 갖는 surface state 사이의 전하 교환에 의해 결정된다. 한편 p-type에서는 Fig. 4(b)와 같이 표면에 hole accumulation이 일어나, 표면의 양전하를 갖는 donor state 때문에 degenerate state로 되지는 않는다. 따라서 양전하를 갖는 surface state가  $E_{RED}$ 의 상단 tail 부위의 맞은편에 놓이게 되고  $E_{RED}$  peak은 accumulated hole의 맞은편 쪽에 위치하게 된다[14]. Xu 등[13]은 위의 energy band model을 이용하여 Si에서의 passivation 현상을 설명하였는데, n-Si의 경우 PP에서 표

면에 산화막이 형성되게 되면 surface state의 대부분이 passivation됨에 따라 전류밀도가 급격하게 감소하게 되며 p-Si의 경우는 표면에 양극 산화막이 형성되더라도 즉시 passivation이 일어나지 않고 어느 정도의 두께에 이를 때까지 hole의 tunneling에 의해 전하 교환이 계속 일어난다고 설명하였다.

p<sup>+</sup>-Si의 경우는 active 영역이 매우 좁은 potential 범위에서 형성되어 있으며 최대 전류밀도도 light doping의 경우와 비교하여 거의 200~300배 정도 작은 값을 나타내고 있다. 이것은 이전의 보고들과[6, 9] 잘 일치하는 것으로 서론에서 언급한 바와 같이 이것이 실제 자발적인 산화막의 형성에 의한 passivation이 일어난 것인지[6, 7, 9] "Fermi level effect"에 의한 것[11, 12]인지를 밝히는 것은 heavily doped 층에서의 etch-stop 모델을 설명하는 중요한 열쇠가 된다. Palik 등[6, 9]은 p<sup>+</sup>-Si에서는 표면에 이미 매우 얇은 산화막, 즉 prepassivation 막이 존재한다는 것을 *in-situ* ellipsometry 실험으로 밝혔으며 이로 인해 OCP의 anodic shift가 일어나게 되어 자발적인 passivation이 일어난다고 하였다. 반면에 "electron-hole recombination"에 의해 etch-stop이 일어난다는 모델에서는 Fig. 3(c)에서의 전류밀도 증가를 나타내는 peak를 설명하기는 어렵다고 생각된다.

Passive 영역에서 active 영역으로 potential을 역 방향으로 down-scanning시킨 경우 scanning rate가 system의 평형 상태를 유지하기에 충분히 느린 상태임에도 불구하고 PP에서 전류밀도의 증가를 보이지 않고 active 영역에서도 passive 상태를 계속 유지하고 있음을 알 수 있다. 그러나 light doping의 경우에는 OCP에 도달하기 전에 산화막의 breakdown에 의해 급격한 전류밀도의 증가를 나타내게 되어 up-scanning시의 curve를 따라가는 것을 보이고 있다. Si 단결정의 경우 재료적으로 매우 균일한 상태이며, down-scanning시의 전류밀도 증가에 의한 peak가 해당 potential에서의 전류밀도값에 이르고 있으므로 Si의 양극 산화막의 breakdown은 stainless steel에서와 같이 국부적으로 일어나는 것이 아니라 전표면에 걸쳐 거의 동시에 일어나는 것으로 보인다. 또한 Fig 3에 나타난 중요한 사실은 n-Si과 p-Si의 양극 산화막의 breakdown이 일어나는 potential값이 -50 mV<sub>Ag/AgCl</sub> 부근으로 일치하고 있다는 것이다. 이것은 light doping의 경우 양극 산화막의 chemical state는 do-

pant의 종류에 관계없이 거의 비슷한 양상을 보인다는 것을 간접적으로 시사하고 있다. 한편, 10<sup>20</sup> cm<sup>-3</sup> 이상의 heavy doping에서의 down-scanning시 전류밀도의 증가가 나타나지 않고 OCP에 이를 때까지 passive 상태를 그대로 유지하고 있었다. 따라서 이 경우에서의 양극 산화막은 light doping의 경우와 비교하여 에칭에 대한 저항성, 즉 passivation 막으로서의 특성이 보다 우수한 chemical state를 갖고 있음을 추론할 수 있다. 또한 Fig. 3(c)에서 보듯이 p<sup>+</sup>-Si의 PP는 OCP에 매우 근접한 위치, 즉 anodic 방향으로 불과 250 mV 정도 높은 값을 갖는 것으로 나타나는데, 이는 외부 인가 potential이 없더라도 에칭과정 중에 국부적으로 발생하는 polarization, 즉 concentration polarization이나 diffusion polarization과 같은 연차적인 반응 단계들의 반응속도의 차이나 불충분한 교반 작용 등에 의해서도 양극 산화막은 쉽게 생성될 수 있음을 보여준다. 그리고 일단 생성된 막은 우수한 passivation 특성으로 인해 에칭속도를 현저하게 낮추어 줌으로써 etch-stop을 일으키는데 커다란 역할을 하리라 생각된다.

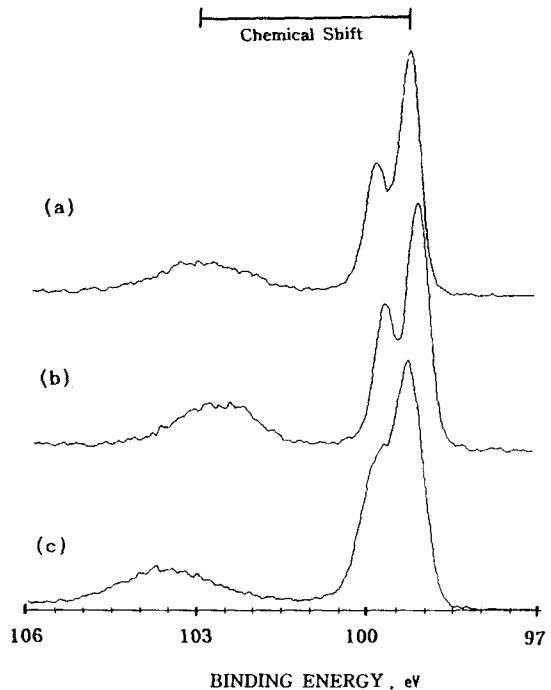


Fig. 5. Photoelectron spectra of (a) n-, (b) p- and (c) p<sup>+</sup>-type samples after anodic passivation.

3.2. XPS Analysis

Fig. 5는 이들 양극 산화막의 chemical state를 조사하기 위한 XPS 분석결과를 나타낸 것이다. 본 실험에서 채택한 XPS 분석에는 monochromatic Al  $K_{\alpha 1,2}$  X-ray를 이용하였으므로 특성 X-ray의 FWHM이 줄어들고 satellites, ghosts 및 Bremsstrahlung radiation이 제거될 수 있었으므로 Si  $2p_{1/2,3/2}$  photopeak의 spin-orbit splitting이 잘 나타나 있다. 산화막 형성에 따른 Si 2p photopeak의 chemical shift는 n- 및 p-type의 경우 각각  $\Delta 3.62$  eV와  $\Delta 3.55$  eV로서 비슷한 값을 보이는 것으로 보아, dopant의 종류에 관계없이 유사한 oxide form을 갖고 있음을 알 수 있다. 그러나  $p^+$ -Si의 경우는 chemical shift가  $\Delta 4.25$  eV로서 일반적으로 알려진  $SiO_2$ (약  $\Delta 4.3$  eV)의 값과 비슷한 것으로 보아 light doping의 경우와 비교하여 보다 안정한 형태의 oxide가 형성되어 있음을 알 수 있다. Fig. 6은 Ar sputtering에 의한 depth profile의 결과를 나타낸 것으로 산화물 peak가 사라질 때까지 분석을 행하였으며 Alphastep으로 sputtering된 두께를 측정하여 보정한 결과 p-Si은 약 340 Å, n-Si은 250 Å 그리고  $p^+$ -Si에서는 65 Å 두께의 양극 산화막을 갖고 있었다. p-Si의 양극 산화막의 두께가 n-Si의 경우보다 큰 것은 앞서 3-1에서 설명한 p-Si에서의 hole tunneling 현상에 기인하는 것이라 사료된다. 그러나  $p^+$ -Si에서의 passivation이 일어난 뒤, 1,000 mV<sub>Ag/AgCl</sub>까지 potential을 증가시켜도 양극 산화막의 두께는 수차의 실험결과 크게 변하지 않음을 알 수 있었다. 따라서  $p^+$ -Si의 양극 산화막이 얇은 두께에도 불구하고 light doping의 경우보다 더욱 큰 에칭 저항성을 갖는 것은 양극 산화막의 화학적 조성의 차이에만 기인하는 것이라 생각된다.

3.3. SIMS Analysis

XPS 분석에서는 boron의 photopeak(1s)는 Si 2s의 energy loss(plasmon) peak와 겹치게 되고 또한 boron의 농도가 미량이므로, SIMS에 의한 depth profile로 양극 산화막에서 근표면의 boron의 분포 상태에 대한 분석을 행하였다. Fig. 7(a)는 as-diffused 시편, Fig. 7(b)는 passivation이 일어나기 직전에 용액에서 꺼낸 상태이며 Fig. 7(c)는 passivation이 일어난 직후의 시편이다. 여기서 나타난 주목할 사실은 에칭 용액내에서 anodic bias 상태를 거친 경우, passivation의

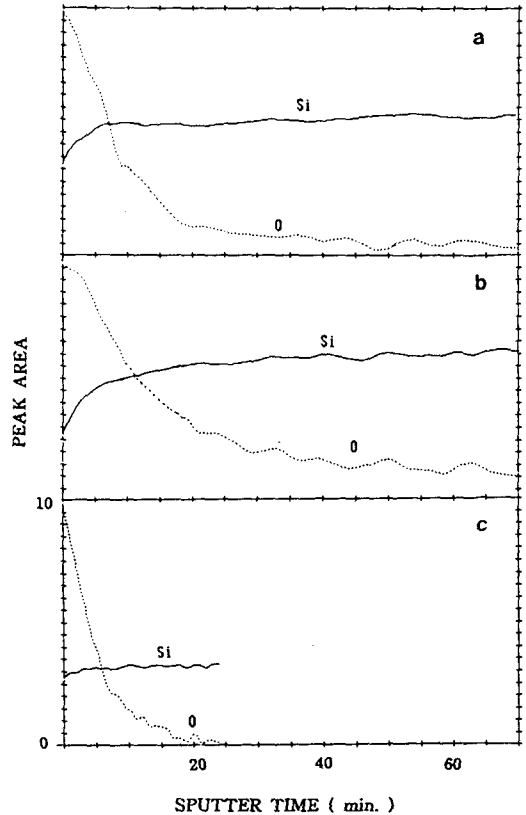


Fig. 6. XPS depth profiles of (a) n-, (b) p- and (c)  $p^+$ -type samples after anodic passivation.

발생 여부에 관계 없이 anodic polarization 상태에서 표면에서의 boron 농도는 훨씬 높게 분포되어 있다는 것이다. 이러한 표면으로의 boron의 이동이 양극 산화막이 형성되기 전에도 나타나는 것으로 보아 산화막의 electronegativity, 때문은 아니고 bias potential에 기인한 것이 아닐까 생각되지만 그 정확한 원인을 규명하기 위해서는 좀더 많은 연구가 필요하리라 사료된다. 그러나 위 결과로 미루어 추정할 수 있는 것은 실제 etch-stop이 일어나는 임계 boron의 농도는 지금까지 보고된 농도보다는 훨씬 크다는 사실이며 이는 boron heavily doped etch-stop의 기구를 설명하는데 많은 도움을 제공하리라 생각된다.

4. 결 론

EPW Si 이방성 에칭 용액에서 cyclic polarization 실험결과 p-Si 및 n-Si에서 down-scanning시의 산화

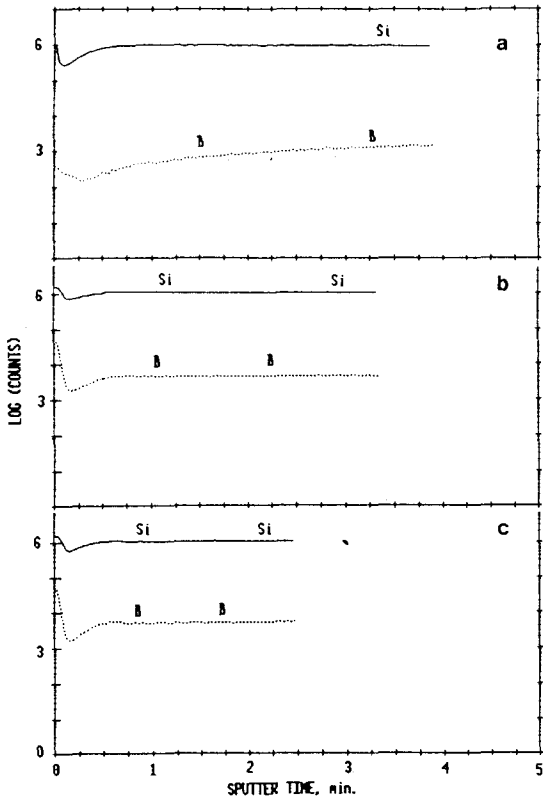


Fig. 7. The SIMS depth profiles of p<sup>+</sup>-Si (a) as diffused, (b) just before anodic passivation and (c) right after anodic passivation.

막의 breakdown potential은 산화막의 두께가 차이가 남에도 불구하고 동일한 값을 나타내었으며, p<sup>+</sup>-Si의 경우에는 양극 산화막의 breakdown에 의한 전류 밀도의 증가가 나타나지 않았다. 양극 산화막의 XPS 분석결과 n-Si, p-Si 및 p<sup>+</sup>-Si의 경우 Si 2p photopeak의 chemical shift가 Δ3.62 eV, Δ3.55 eV 및 Δ4.25 eV였으며, 이로 미루어 보아 light doping의 경우에는 dopant의 종류에 관계없이 유사한 oxide 형태를 갖고 있으나 p<sup>+</sup>-Si에서는 보다 안정한 산화막이 형성됨을 알 수 있었다. 따라서 boron heavily doped Si에서의 양극 산화막이 커다란 에칭 저항성을 보이는

것은 양극 산화막의 화학적 조성 차이에 기이하는 것이라 생각된다. 또한 SIMS로 행한 p<sup>+</sup>-Si의 근표면에서의 boron 농도 분포 조사에서 anodic bias 상태에서 용액과 Si의 계면으로 boron이 diffuse-out 되었음을 알 수 있었는데 그 원인은 아직 불분명하지만 이 현상은 실제 etch-stop이 일어나는 boron의 임계농도는 일반적으로 알려진 값보다 훨씬 높을 것이라는 것을 시사한다.

참고문헌

1. J. Bryzek, J. R. Mallon, Jr., K. Peterson, Silicon Sensors and Microstructures, NovaSensor, p. 3.8 (1980).
2. A. Bohg, *J. Electrochem. Soc.*, **118**, 401 (1979).
3. T. N. Jackson, M. A. Tischler and K. D. Wise, *IEEE*, EDL-2, 44 (1981).
4. B. Kloeck, S. D. Collins, N. F. Rooji and R. L. Smith, *IEEE Trans.*, ED-36, 110 (1989).
5. A. Reisman, M. Berkenblit, S. A. Chan, F. B. Kaufman and D. C. Green, *J. Electrochem. Soc.*, **126**, 1406 (1979).
6. E. D. Palik, J. W. Faust, Jr., H. F. Gray and R. F. Green, *J. Electrochem. Soc.*, **129**, 2051 (1982).
7. J. W. Faust, Jr. and E. D. Palik, *J. Electrochem. Soc.*, **130**, 1413 (1983).
8. K. E. Peterson, *Proc. IEEE*, **70**, 420 (1982).
9. E. D. Palik, O. J. Glembocki and J. D. Rinko, *J. Electrochem. Soc.*, **136**, 1420 (1989).
10. E. D. Palik, J. W. Faust, Jr., H. F. Gray and R. F. Green, *J. Electrochem. Soc.*, **129**, 2051 (1982).
11. N. F. Raley, Y. Sugiyama and T. Van Duzer, *J. Electrochem. Soc.*, **131**, 161 (1984).
12. H. Siedel, L. Csepregi, A. Heuberger and H. Baumgartel, *J. Electrochem. Soc.*, **137**, 3626 (1990).
13. Y. P. Xu and R. S. Huang, *J. Electrochem. Soc.*, **137**, 948 (1990).
14. M. Schiavello, Photoelectrochemistry, Photocatalysis and Photoreactors, NATO ASI Series (1985).
15. G. S. Haynes and R. Babobian, Laboratory Corrosion Tests and Standards, ASTM STP 866 (1983).