

## Mechanical evaluation of SiC-graphite interface of seed crystal module for growing SiC single crystals

June-Hyuk Kang<sup>\*,\*\*</sup>, Yong-Hyeon Kim<sup>\*</sup>, Yun-Ji Shin<sup>\*</sup>, Si-Young Bae<sup>\*</sup>, Yeon-Suk Jang<sup>\*\*</sup>, Won-Jae Lee<sup>\*\*</sup> and Seong-Min Jeong<sup>\*,†</sup>

<sup>\*</sup>Semiconductor Materials Center, Korea Institute of Ceramic Engineering and Technology, Jinju 52851, Korea

<sup>\*\*</sup>Department of Advanced Materials Engineering, Dong-Eui University, Busan 47340, Korea

(Received August 23, 2022)

(Revised September 21, 2022)

(Accepted September 22, 2022)

**Abstract** Large thermal stress due to the difference between silicon carbide and graphite's coefficients of thermal expansion could be formed during crystal growing process of silicon carbide (SiC) at high temperature. The large thermal stress could separate the SiC seed crystals from graphite components, which bring about the drop of the seed crystal during crystal growth. However, the bonding properties of SiC seed crystal module has hardly reported so far. In this study, SiC and graphite were bonded using 3 types of bonding agents and a three-point bending tests using a mixed-mode flexure test were conducted for the bonded samples to evaluate the bonding characteristics between SiC and graphite. Raman spectroscopy, X-ray Photoelectron Spectroscopy, and X-ray Computed Tomography were used to analyze the bonding characteristics and the microstructures of the SiC-graphite interfaces bonded with the bonding agents. As results, an excellent bonding agent was chosen to fabricate SiC seed crystal module with 50 mm in diameter. An SiC single crystal with 50 mm in diameter was successfully grown without falling out during top seeded solution growth of SiC at high temperature.

**Key words** Silicon carbide, Graphite, Single crystal growth, Interface delamination, Bonding agent

## 탄화규소 단결정 성장을 위한 종자결정모듈의 탄화규소-흑연 간 접합계면의 기계적 특성 평가

강준혁<sup>\*,\*\*</sup>, 김용현<sup>\*</sup>, 신윤지<sup>\*</sup>, 배시영<sup>\*</sup>, 장연숙<sup>\*\*</sup>, 이원재<sup>\*\*</sup>, 정성민<sup>\*,†</sup>

<sup>\*</sup>한국세라믹기술원 반도체소재센터, 진주, 52851

<sup>\*\*</sup>동의대학교 신소재공학과, 부산, 47340

(2022년 8월 23일 접수)

(2022년 9월 21일 심사완료)

(2022년 9월 22일 게재확정)

**요약** 고온의 탄화규소 단결정성장공정에서는 탄화규소-흑연간의 열팽창계수의 차이로 인한 열응력이 크게 발생할 수 있어 흑연부재로부터 탄화규소 종자정이 분리되어 성장 중에 종자정이 떨어지는 문제가 발생할 수 있다. 그러나 이러한 탄화규소 종자정 모듈의 접합특성에 대한 연구는 현재까지 거의 보고된 바가 없다. 본 연구에서는 탄화규소-흑연 간의 접합 특성을 평가하기 위해 3점 굽힘시험법을 응용한 복합모드꺾임시험(Mixed-Mode Flexure Test)을 통해 탄화규소-흑연을 서로 다른 접합제를 적용하여 접합한 시편의 접합 특성을 확인하고, 흑연 접착제의 미세구조를 분석하기 위해 라만분광법(Raman spectroscopy), X선 광전자분광법(X-ray Photoelectron Spectroscopy) 및 X선 전산화 단층촬영법(X-ray Computed Tomography)을 활용하였다. 이러한 일련의 과정을 통하여 선별한 접착성이 우수한 접착제를 적용하여 직경 50 mm급의 탄화규소 종자결정모듈을 제작하고, 이를 적용하여 고온의 상부종자용액성장 공정을 이용하여 공정 중 종자정의 탈락없이 성공적으로 직경 50 mm급의 탄화규소 단결정을 성장시켰다.

<sup>†</sup>Corresponding author

E-mail: smjeong@kicet.re.kr

## 1. 서 론

탄화규소(SiC, Silicon Carbide)는 차세대 반도체 기판으로써 밴드갭이 크고 열 전도성이 우수하여 고전압, 대전류, 고주파 응용이 필요한 파워반도체 및 통신소자용으로 널리 사용된다. 이러한 반도체 기판응용을 위해 탄화규소를 단결정으로 성장시키는 공정이 요구되는데, 탄화규소의 단결정 성장법으로는 물리적기상수송법(Physical Vapor Transport), 상부종자 용액성장법(Top Seeded Solution Growth), 고온화학기상증착법(High Temperature Chemical Vapor Deposition) 등의 공정이 개발되어 있다[1,2]. 위에 열거한 모든 탄화규소 단결정성장법에서는 불순물이 혼입이 없고 유도가열에 따른 가열특성이 양호한 흑연 재질의 도가니(Crucible) 등의 부재가 공통적으로 사용되며, 흑연재질의 덮개(Lid) 혹은 샤프트(Shaft)에 탄화규소 종자정을 접착하여 만든 탄화규소 종자결정 모듈을 결정성장로의 상부에 거꾸로 배치하여 하부에서부터 공급되는 원료의 화학반응을 통해 단결정을 성장시킨다.

상기 단결정 성장공정에서 탄화규소 단결정은 흔히 2,000°C 이상의 고온에서 성장되기 때문에 흑연과 탄화규소의 열팽창계수 차이에 따른 탄화규소-흑연 접착 계면에서의 열응력에 따른 계면균열 전파 및 박리에 의해 흑연과 탄화규소 종자정이 탈락하는 문제가 흔히 발생한다[3]. Figure 1에 흑연과 탄화규소 계면의 박리에 의한 상부종자용액성장 공정 중의 탄화규소 종자정의 탈락 사

례를 도시하였다. 고온에서 이종재료간 계면의 박리현상은 매우 널리 연구된 주제로서 재료간 열팽창계수의 차이에 의한 열응력의 변형에너지가 계면의 파괴인성을 넘는 경우 균열전파를 야기하여 박리가 일어난다. 흑연과 탄화규소 종자정이 탈락되는 문제를 해소하기 위해서는 탄화규소-흑연 접합특성을 감안한 탄화규소 종자결정 모듈의 최적화가 필요하며, 적절한 접합성능평가와 탄화규소-흑연간 계면의 특성에 대한 이해가 요구된다. 기존 탄화규소-흑연 접착제는 Carbon 고체 분말 형태의 접착제를 사용하였으나, Carbon 분말입자 사이에 다수의 기공들이 존재하며 접착력이 약해 고온에서 탄화규소 종자정이 탈락되는 문제가 발생하였다. 그러므로 기존 접착제와 열처리 조건과 특성이 다른 Photoresist 계열 접착제 사용이 필요로 하였다.

본 연구에서는 접착제의 종류가 다른 탄화규소 종자결정 모듈을 대상으로 탄화규소-흑연 간의 접합 특성을 평가하는 방법으로 탄화규소-흑연 접합 샘플을 막대형으로 가공하여 3점 굽힘시험법을 응용한 복합모드꺾임시험(Mixed-Mode Flexure Test)을 통해 접합 특성을 확인하였다. 세라믹재료도 고온에서는 전단응력에 의한 Creep 거동이 나타나며, 고온에서 파괴에 이르는 균열전파기구로 작용할 수 있기 때문에 본 연구에서는 인장응력 및 전단응력에 의한 계면에서의 균열전파를 평가할 수 있는 복합모드꺾임시험을 적용하였다.

탄화규소-흑연의 접합 계면 미세구조 분석을 위해 라만광법(Raman spectroscopy), X선 광전자분광법(X-ray Photoelectron Spectroscopy) 및 X선 전산화 단층촬영법(X-ray Computed Tomography)을 적용하고 이를 활용한 탄화규소 종자결정 모듈의 접합 특성을 평가하고 복합모드꺾임시험결과와 비교하여 최적의 접착제를 선별하였다. 이렇게 선별된 접착제를 적용하여 제작한 50 mm급 종자결정 모듈을 적용하여 상부종자 용액성장법에 의하여 50 mm급의 탄화규소 단결정을 성장하였고 탄화규소-흑연 계면을 확인하기 위해 X선 전산화 단층촬영법으로 평가하였다.

## 2. 실험 방법

탄화규소-흑연 간의 접합 특성을 분석하기 위해서 접착제의 종류와 두께가 서로 다른 탄화규소 종자결정 모듈에 대하여 Fig. 2에 도시한 바와 같이 수직응력에 의한 파괴모드I와 전단응력에 의한 파괴모드II를 동시에 평가할 수 있는 복합모드꺾임시험(Mixed Mode Flexure)을 사용하여 계면접합력을 평가하였다[4,5].

흑연 샘플과 탄화규소 샘플을 각각 4 x 40 x 5 mm, 4 x 30 x 0.35 mm로 가공하였다. Type A 접착제(931-1

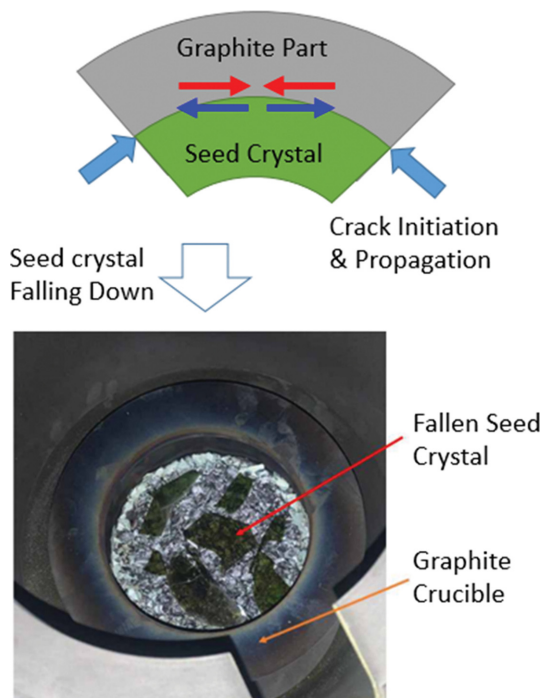


Fig. 1. SiC-graphite interface delamination due to the CTE difference in the seed crystal module and a growth failure due to the fallen seed crystal during top seeded solution growth of SiC.

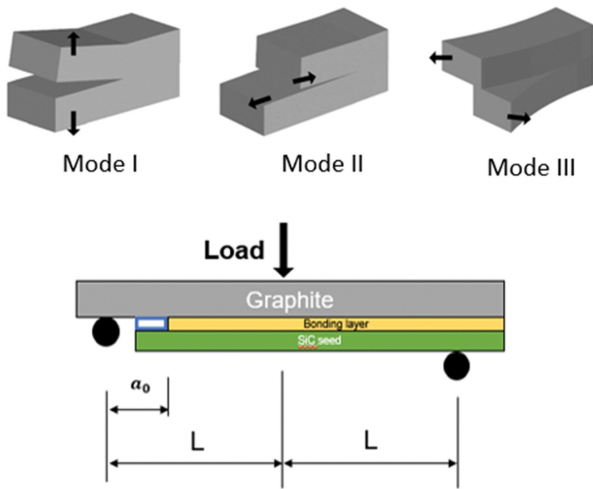


Fig. 2. Fracture modes of materials and mixed mode flexure test for interface delamination.

Graphite adhesive, Cotronics Corp.)와 Type B 접착제 (AZ 5214-E, AZ Electronic Materials) 및 상기 두 가지의 접착제를 1:1로 혼합한 Type C 접착제를 이용하여 흑연 샘플과 탄화규소 샘플을 각각 접합하였다. 접합방법은 접착제별로 상이한데, Type A 접착제의 경우는 흑연 분말과 접합바인더를 1:0.25 비로 섞은 후 흑연 샘플 위에 바르고 탄화규소 샘플을 압착한 후 4시간 동안 120°C, 16시간 150°C의 열처리 공정을 통하여 접합하였다. Type B 접착제의 경우는 먼저 흑연 샘플에 Type B 접착제를 0.02~0.03 g 도포한 후 6시간 동안 0.04~0.07 MPa 정도의 압력으로 압착하면서 건조시켰다. 이후 압착기를 사용하여 흑연 샘플과 탄화규소 샘플을 0.1~0.9 MPa의 압력으로 압착한 후 3시간 동안 550°C로 열처리하였다. Type C 접착제의 경우는 Type A 접착제와 Type B 접착제를 1:1 비율로 섞은 후 흑연 샘플 위에 바르고 탄화규소 샘플을 붙인 다음 5분간 압착한 후 4시간 동안 120°C, 16시간 150°C의 열처리 공정을 통하여 접합하였다.

접착제 종류에 따른 계면접착력 평가를 위해 제작한 탄화규소-흑연 접합시편의 초기균열로 적용한 노치 길이

( $A_0$ )는 6 mm로 설정하였고 만능재료시험기(RB 301 Unitech-T, R&B Co. Ltd.)를 이용하여 로드셀 질량 100 kg, 하중인가속도 0.5 mm/min, Span size 30 mm 조건 하에서 조건당 10개씩 각 접합시편의 계면접합력을 평가하였다.

접합시편의 계면특성을 분석하기 위해서 라만분광분석 및 X선 광전자분광법을 이용하여 흑연의 특성을 분석하였다. 라만분광분석은 공초점 라만 현미경(Confocal Raman microscope, Witec Alpha 300)을 사용하여 진행하였으며 이때 광원은 532 nm laser를 사용하였고 laser power는 1.4 mW였다. X선 광전자분광법은 자동표면분석 시스템을 갖춘 시스템(Nexsa, ThermoFischer Scientific)을 활용하여 실시하였다. 또한 탄화규소-흑연의 접합 계면을 시각적으로 확인하기 위해 X선 전산화 단층촬영법(InspeXio SMX-225CT FPD, Shimadzu 및 Phoenix Vtomex m, Waygate Technologies)으로 분석하였다.

실험결과에 따라 가장 우수한 접합 조건을 선정하여 이를 직경 50 mm의 탄화규소-흑연 종자결정모듈 접합에 적용하고 이를 활용하여 상부종자 용액성장법을 이용한 탄화규소의 결정성장을 행하였다. 이 때 용액 조성은 선행연구결과에 따라 Si 89.9 %, Cr 10 %, Al 0.1 % 적용하였으며, 온도 1900°C, 공정 압력 600 Torr 조건에서 15시간 성장시키고 성장 후의 탄화규소-흑연 접합 계면 상태를 X선 전산화 단층촬영법을 통하여 평가하였다.

### 3. 결과 및 고찰

복합모드꺾임시험을 통하여 계면접합력을 평가하여 변위에 따른 하중 값을 Fig. 3에 그래프로 나타내었다. 탄화규소-흑연 접합 계면에 균열이 전파되면 빛이나 소리 등으로 변형에너지가 방출되면서 하중-변위 그래프에 불연속적인 부분이 나타나는데[6,7], 이러한 불연속점을 Fig. 3에 화살표로 표시하였다. 불연속점 부분의 하중 값을 계면접합력으로 보아 Table 1에 나타낸 바와 같이 Type

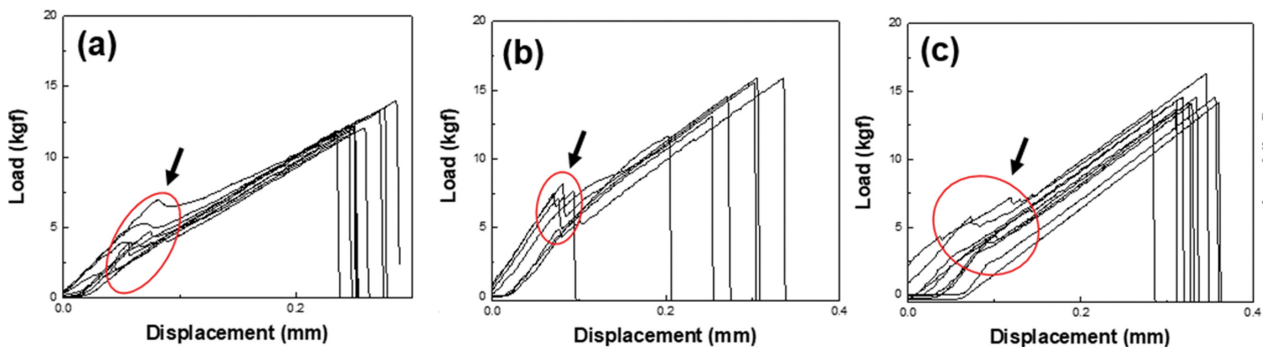


Fig. 3. The mixed mode flexure test of graphite specimen bonded with SiC; (a) Type A, (b) Type B, (c) Type C (Arrows indicate the crack initiations in the SiC-graphite interfaces).

Table 1

The mixed mode flexure test of graphite specimen bonded with SiC; (a) Type A, (b) Type B, (c) Type C

Bonding	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	AVG (kgf)	SD
Type A	6.910	5.318	-	3.751	4.790	3.177	6.657	8.366	6.092	5.295	5.595	1.614
Type B	-	9.590	8.499	8.920	-	-	6.281	-	-	-	8.323	1.433
Type C	5.781	-	8.567	7.217	-	-	-	5.319	7.688	-	6.914	1.346

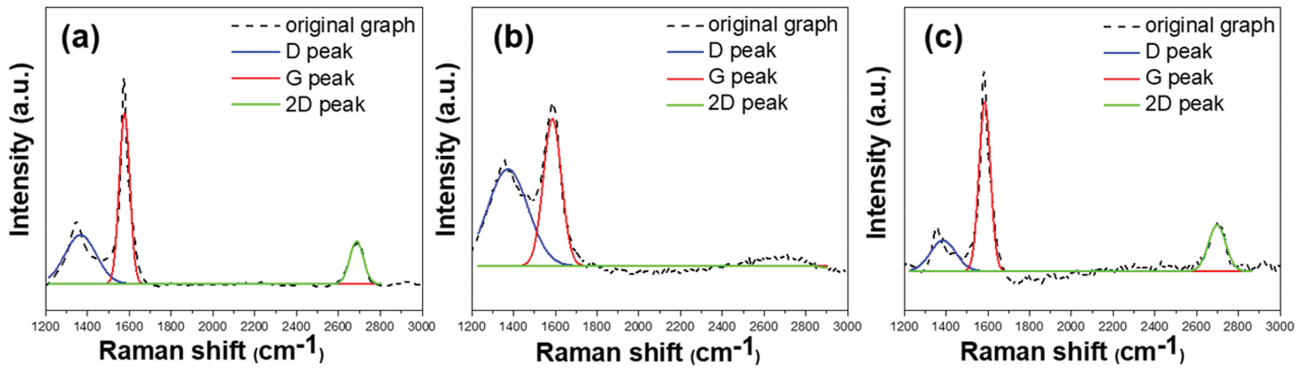


Fig. 4. Raman spectra of SiC-graphite interfaces bonded with (a) Type A, (b) Type B, and (c) Type C.

A는  $5.59 \pm 1.61$  kgf, Type B는  $8.32 \pm 1.43$  kgf, Type C는  $6.91 \pm 1.34$  kgf의 값을 얻었다. 이러한 계면접합력에 대한 기계적 평가결과 Type B의 접착성이 우수한 것으로 나타났다.

접착제에 따른 계면접합력 차이를 원자간 결합구조로 분석하기 위하여 라만분광분석을 진행하고 Fig. 4에 그 결과를 도시하였다. 탄소재료에 대한 라만분광분석에서 D-peak은  $1350 \text{ cm}^{-1}$  부근에서 나타나며 결손/치환이 많이 된 구조물일수록 D-peak의 강도가 크게 나타나는 것으로 알려져 있으며[8,9],  $1580 \text{ cm}^{-1}$  부근에 나타나는 G-peak과 비교를 통해 탄소원자간 결합양상을 분석하는데 널리 사용되고 있다[8,9]. Figure 4의 라만분광분석결과에 따르면 Type B의 경우에서 Type A의 D-peak 비율보다 상대적으로 D-peak이 높게 나온 것을 확인하였다. 이에 따라 Type B의 접착제의 경우 D-peak을 강조하는 벤젠과 같은 방향족 축합고리(Carbon cluster) 또는  $\mu\text{m}$  사이즈의 미세 흑연결합이 널리 분포하는 것으로 파악된다[8]. 한편, Type A의 경우, Graphite에 기반한 접착제의 사용으로 인해  $2680 \text{ cm}^{-1}$  부근에서 D-peak과 유사한 강도를 갖는 2D-peak이 함께 관찰되었다. 2D-peak은 탄소원자가 그래핀과 같은 층상구조를 가지는 경우 현저하게 나타나는 2차 peak 본 라만분광분석결과로 Type A의 경우 Type B 대비하여 탄소원자의 2차원적인 층상구조 특성이 더 크게 나타남을 알수 있다[10]. 단지 Type C는 Type A와 Type B를 섞은 경우인데도 생각보다 Type A와의 차이가 크게 나타나지 않았는데, 이것은 현미경으로 초점을 맞추고 마이크론 단위의 세부 영역을 측정하는 라만분광분석의 특성상 서로 상이한 두 개의

접착제가 복합되어 미세영역에서 단차가 있는 Type C의 경우 데이터가 잘 측정이 되지 않거나 재료 전체를 아우르는 대표값을 도출하는 데에 한계가 존재하기 때문에 Type B의 특성이 잘 확인되지 않았던 것으로 보인다.

보다 정밀한  $sp^2/sp^3$  peak 분석을 위해 X선 광전자 분광법을 이용하여 Type A, B, C를 평가하였다. X선 광전자 분광법에 따르면  $sp^2$ 의 피크가  $284.7 \pm 0.1 \text{ eV}$ ,  $sp^3$ 의 피크가  $285.4 \pm 0.1 \text{ eV}$ 에서 관찰되며[11,12], 본 연구 결과에서는 Fig. 5(a)와 5(c)에서 나타낸 바와 같이 Type A와 Type C에서  $sp^2/sp^3$ 의 비율이 거의 비슷한 결과를 얻었다. Type C의 경우 Type A와 Type B의 중간 값이 나타나지 않고 Fig. 4의 결과와 같이 Type A와 유사한 특성이 확인되었는데, 이는 XPS 분석이 상대적으로 입자가 큰 Type A에 해당하는 영역에서 측정되었고 상대적으로 작은 입자상인 Type B에 해당하는 영역에서는 분석이 어려웠기 때문으로 생각된다. 반면, Fig. 5(b)에서 나타낸 바와 같이 Type B의 경우 상대적으로  $sp^3$ 의 비율이 가장 높게 나온 것을 확인하였다. 탄소원자가 혼성 오비탈  $sp^2$  형태로 결합하면 층상 구조를 가지며 같은 원자층 내의 탄소 원자는 서로 공유결합으로 강하게 결합되어 있는 반면 원자층간의 결합은 약한 반데르발스 결합에 의존한다. 반면 탄소원자가 혼성 오비탈  $sp^3$  형태로 결합하는 경우 탄소 원자는 서로 공유결합하고 있는 사면체로 구성되는 입체적인 결합이 된다. 따라서  $sp^2$ 의 비율이 크면 층간결합력이 약하므로 층간에서 쉽게 슬라이딩이 일어나는 반면  $sp^3$ 의 비율이 크면 상대적으로 강한 구조가 되므로 이런 경우 흑연접착제 영역에서 접합력이 강하다는 의미로 해석할 수 있다. 이에

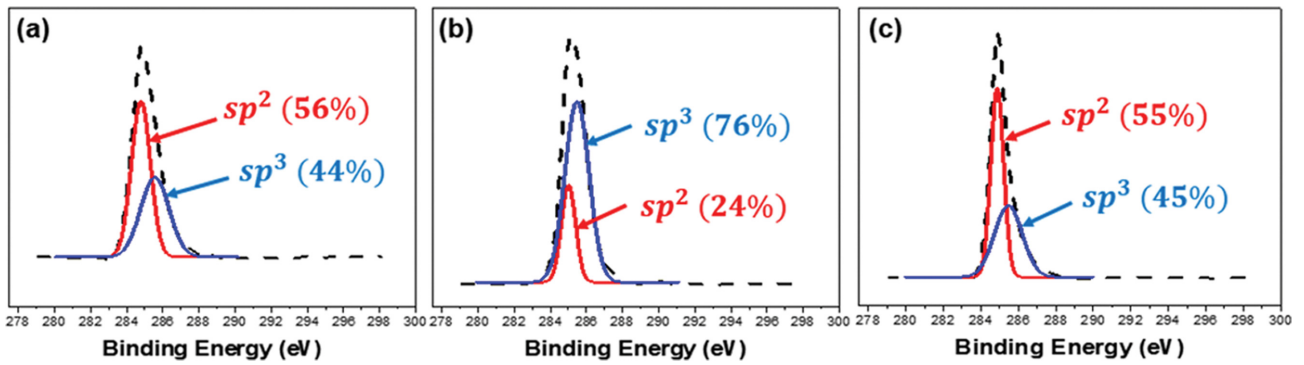


Fig. 5. X-ray photoelectron spectra of SiC-graphite interfaces bonded with (a) Type A, (b) Type B, and (c) Type C.

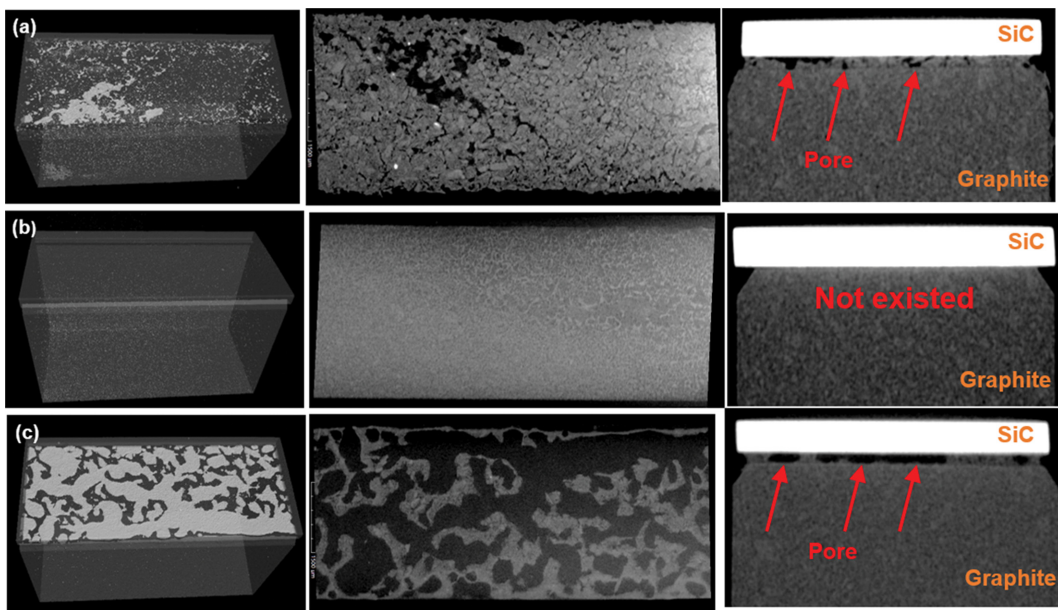


Fig. 6. X-ray computed tomography of SiC-graphite bonded specimen and their SiC-graphite interfaces bonded with (a) Type A, (b) Type B, and (c) Type C.

따라 Type B의 경우에서 높은 계면접합력을 나타낼 수 있는 것이 원자결합측면에서 설명된다.

탄화규소-흑연 접합 샘플의 접합 계면을 확인하기 위해 X선 전산화단층촬영을 행하였다. Figure 6은 탄화규소-흑연 접합 샘플의 접합 계면을 3차원 CT 이미지와 단면 CT 이미지로 나타낸 결과이다. 3차원 이미지에서 흰색 영역이 기공을 의미하는 반면, 단면 CT 이미지에서는 이미지가 반전되어 있어 검은색 영역이 기공을 의미한다[13,14]. Figure 6에서 Type A와 Type C의 CT 이미지 확인 결과, 접합 계면 일부 영역에서 기공이 많이 존재하는 것이 확인된다. 단면이미지에 대하여 기공율을 이미지 프로세싱 소프트웨어(PicMan, WaferMasters Inc.)로 분석한 결과, Type A, Type B, Type C에서 각각 40%, 14%, 59%의 기공율을 얻었다. Type A와 Type C의 기공율이 높게 나타난 이유는 분말형태인 Carbon 계열 접착제를 도포 시 분말입자 사이에 기공이

생성된 것으로 파악된다. 반면, Type B를 적용한 접합에서는 액체형태인 Photoresist 계열 접착제를 도포하여 열처리를 진행하기 때문에 Type A와 Type C보다 접착제가 균일하게 도포된 것을 확인할 수 있었다. 따라서 접합계면에 대한 이미지 분석 및 원자결합구조 분석결과 Type B를 적용하였을 때 계면접합력이 다른 조건대비 높게 나타나는 이유를 확인할 수 있었다.

본 연구의 이러한 분석결과를 반영하여 Type B를 대구경의 탄화규소-흑연 종자결정접합모듈에 적용할 수 있을 것으로 판단하였다. 이에 따라 Type B를 접착제로 적용하여 직경 50 mm의 탄화규소-흑연 종자결정접합모듈을 제작하고 이를 상부종자 용액성장법으로 탄화규소 단결정을 성장시켰다. Figure 7에 용액성장법으로 성장시킨 탄화규소 단결정과 X선 컴퓨터 단층촬영한 단면 이미지를 도시하였다. 약 15시간 성장시킨 탄화규소 단결정의 두께는 2.65 mm이며, 성장 속도는 177 μm/h이

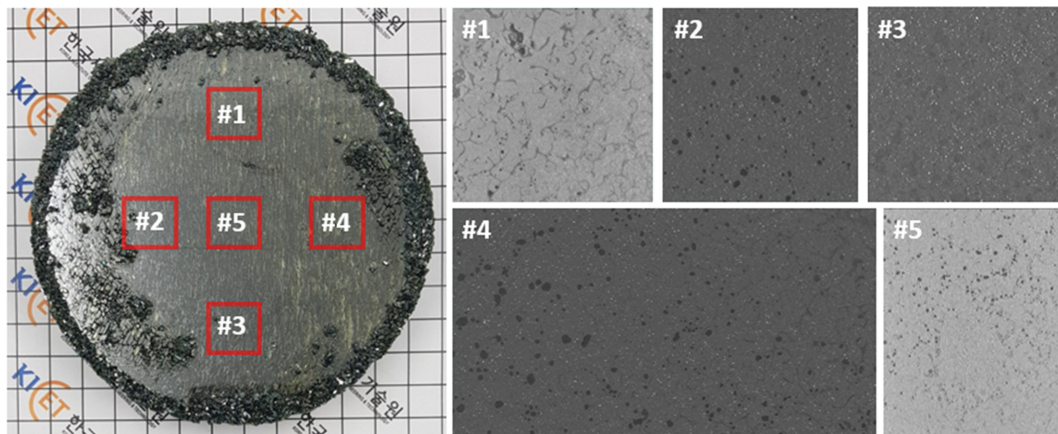


Fig. 7. 4-inch SiC grown ingot by applying Type B agent and X-ray Computed Tomography image of SiC-graphite interfaces bonded with Type B in 4-inch SiC grown ingot.

다. 성장시킨 탄화규소 단결정에서 탄화규소-흑연간 계면에서의 기공율은 #1 영역에서 12.99%, #2 영역은 3.41%, #3 영역은 8.81%, #4 영역은 6.56%, #5 영역은 6.40%의 결과를 얻었다. Figure 7의 영역별 CT 이미지와 기공율 결과를 통해 Type B의 접착제를 적용한 종자결정 모듈의 경우 탄화규소-흑연 접합 계면에서 적은 기공율을 나타내므로 고온에서 탄화규소 단결정을 안정적으로 성장시킬 수 있음을 확인하였다.

본 연구에서 제시한 종자결정모듈의 탄화규소-흑연간 접합특성 평가방법은 접합력과 계면특성을 정량적으로 평가할 수 있는 방법을 제시함으로써 탄화규소 단결정성장의 핵심공정인 종자결정 준비공정을 체계화하고 단결정 성장공정을 개발하고 체계화하는데 기여할 것으로 기대된다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 탄화규소 단결정 성장 시 탄화규소 종자정이 흑연 샤프트로부터 탈착되는 문제에 대한 최적화 방법을 제시하고자 탄화규소-흑연 접합 샘플에 대한 복합모드격입시험을 시행하고 탄화규소-흑연 계면의 미세구조와 원자간 결합특성을 분석하고, 이를 통해 얻은 최적 접합조건을 이용하여 종자결정모듈에 반영하는 방법을 제시하였다.

#### References

- [ 1 ] R. Fornari, "Single crystals of electronic materials growth and properties" (Woodhead Publishing, 2019) p. 135.
- [ 2 ] T. Kimoto, "Bulk and epitaxial growth of silicon carbide", Prog. Cryst. Growth Charact. Mater. 62 (2016) 329.
- [ 3 ] Y. Wang, Z. Chen and S. Yu, "Ablation behavior and mechanism analysis of C/SiC composites", J. Mater. Res. Technol. 5 (2016) 170.
- [ 4 ] E. Preiß, "Fracture toughness of freestanding metallic thin films studied by bulge testing" (FAU University Press, 2018) p. 11.
- [ 5 ] A. Ali, "Failure analysis and prevention" (IntechOpen, London, 2017) p. 33.
- [ 6 ] T.W. Clyne, "Residual stresses in surface coatings and their effects on interfacial debonding", Key Eng. Mater. 117 (1996) 307.
- [ 7 ] T.W. Clyne and S.C. Gill, "Residual stresses in thermal spray coatings and their effect on interfacial adhesion: A review of recent work", J. Therm. Spray Technol. 5 (1996) 401.
- [ 8 ] A. Ferrari and J. Robertson, "Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon", Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys. 61 (2000) 14095.
- [ 9 ] J. Schwan, S. Ulrich, V. Batori, H. Ehrhardt and S.R.P. Silva, "Raman spectroscopy on amorphous carbon films", J. Appl. Phys. 80 (1996) 440.
- [ 10 ] A.C. Ferrari, J.C. Meyer, V. Scardaci, C. Casiraghi, M. Lazzeri, F. Mauri, S. Piscanec, D. Jiang, K.S. Novoselov, S. Roth and A.K. Geim, "Raman spectrum of graphene and graphene layers", Phys. Rev. Lett. 97 (2006) 187401.
- [ 11 ] P. Mérel, M. Tabbal, M. Chaker, S. Moisa and J. Margot, "Direct evaluation of the sp<sup>3</sup> content in diamond-like-carbon films by XPS", Appl. Surf. Sci. 136 (1998) 105.
- [ 12 ] R.C. Haddon, "Carbon nanotubes", Acc. Chem. Res. 35 (2002) 997.
- [ 13 ] S. Nickerson, Y. Shu, D. Zhong, C. Könke and A. Tandia, "Permeability of porous ceramics by X-ray CT image analysis", Acta Mater. 172 (2019) 121.
- [ 14 ] J.E. Jakes, C.R. Frihart, C.G. Hunt, D.J. Yelle, N.Z. Plaza, L. Lorenz, W. Grigsby, D.J. Ching, F. Kamke, S.C. Gieber, S. Vogt and X. Xiao, "X-ray methods to observe and quantify adhesive penetration into wood", J. Mater. Sci. 54 (2019) 705.