

Crecimiento epitaxial de un pozo cuántico de $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}/\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ utilizando vapores metalorgánicos y arsénico sólido como precursores

Castillo-Ojeda R. *

Universidad Politécnica de Pachuca
Km. 20, Rancho Luna, Ex-Hacienda de Santa Bárbara
Zempoala. Hidalgo. 43830. México

Galván-Arellano M.

CINVESTAV-IPN, Depto. de Ing. Eléctrica, SEES
Apdo. Postal 14-740, México, D. F. 07000. México

Díaz-Reyes J.

Centro de Investigación en Biotecnología Aplicada, Instituto Politécnico Nacional
Ex-Hacienda de San Juan Molino Km. 1.5, Tepetitla,
Tlaxcala. 90700. México

(Recibido: 12 de marzo de 2013; Aceptado: 1 de octubre de 2013)

En este trabajo se discute la utilización de un sistema de deposición de capas epitaxiales semiconductoras del tipo MOCVD (Metal Organic Chemical Vapor Deposition), distinto a los convencionales que utilizan arsina como precursor del arsénico. En el sistema de crecimiento utilizado se ha sustituido la arsina por arsénico elemental, el cual es fácilmente manejable, sin los peligros que presenta la manipulación de cilindros de alta presión de arsina. Como consecuencia de la sustitución de la arsina por arsénico sólido, la cinética de incorporación de las especies sobre la superficie de crecimiento es severamente modificada, de tal forma, que la incorporación de impurezas tales como carbono y oxígeno se incrementa, deteriorando de esta manera las propiedades físicas de los materiales crecidos. En este trabajo hacemos un estudio sobre los efectos del uso del arsénico como precursor, a la vez que presentamos los resultados obtenidos durante la elaboración de una estructura cuántica mediante este sistema no convencional. Para la evaluación de las características ópticas de las muestras se midió fotoluminiscencia a baja temperatura, la existencia del pozo cuántico está apoyada por mediciones del perfil de concentración mediante espectroscopia de masas de iones secundarios (SIMS), y por último, se presentan imágenes de microscopía de fuerza atómica (AFM) para el estudio de la rugosidad superficial

Palabras claves: MOCVD; Arsénico elemental; Pozo cuántico

In this work is discussed the use of a deposition system of semiconductor epitaxial layers of the MOCVD type (Metal Organic Chemical Vapour Deposition), different of the conventional ones that use arsine as arsenic precursor. In the growth system has replaced the arsine by elemental arsenic, which is more easily manageable without the hazards presented by the handling of high pressure cylinders of arsine. As a result of the substitution of the arsine by solid arsenic, the incorporation kinetic of the species on the growth surface is severely modified, of such way, that the impurities incorporation of such as carbon and oxygen is increased, deteriorating of this way the physical properties of the grown materials. In this work we make a study on the effects of the use of arsenic like precursor, at the same time as we presented the results obtained during the elaboration of a quantum structure by means of this nonconventional system. In order to evaluate the optical characteristics of the samples, it was measured low temperature photoluminescence, the existence of the quantum well is supported by depth profile measurements by secondary ion mass spectroscopy (SIMS), and finally atomic force microscopy (AFM) images are presented to evaluate the surface roughness

Keywords: MOCVD; Elemental arsenic; Quantum well

1. Introducción

El sistema de deposición de vapores metalorgánicos (MOCVD), ha sido ampliamente utilizado para el crecimiento de capas epitaxiales semiconductoras de alta calidad y excelente morfología superficial, sobre todo en lo que se refiere al crecimiento de estructuras basadas en GaAs y sus aleaciones semiconductoras $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, como la atestiguan la gran cantidad de dispositivos electrónicos que se pueden encontrar disponibles para una amplia gama

de aplicaciones, así encontramos láseres, lectores de discos compactos, dispositivos electroluminiscentes, detectores de radiación, transistores de alta velocidad, compuertas ópticas, etc. Sin embargo, esta técnica no está exenta de problemas. El principal problema de los sistemas MOCVD es el uso de gases altamente tóxicos, como es el caso de la arsina y fosfina, ambos compuestos químicos empleados como precursores de los elementos de la familia V, para el arsénico y el fósforo, respectivamente. En este trabajo, presentamos los resultados obtenidos del crecimiento de

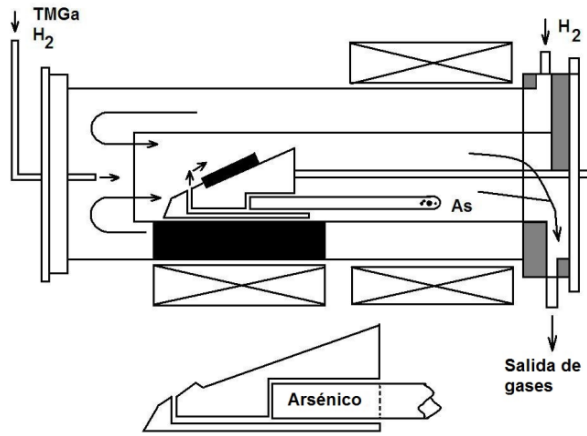


Figura 1. Diagrama esquemático de la cámara de crecimiento de MOCVD no convencional usada en este trabajo.

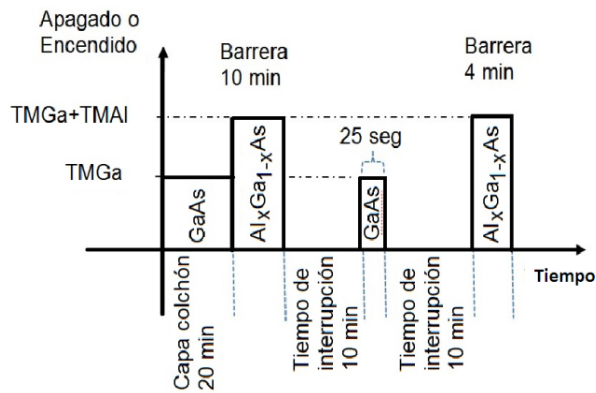


Figura 2. Diagrama de tiempos para el crecimiento de las heteroestructuras, la cual no está a escala.

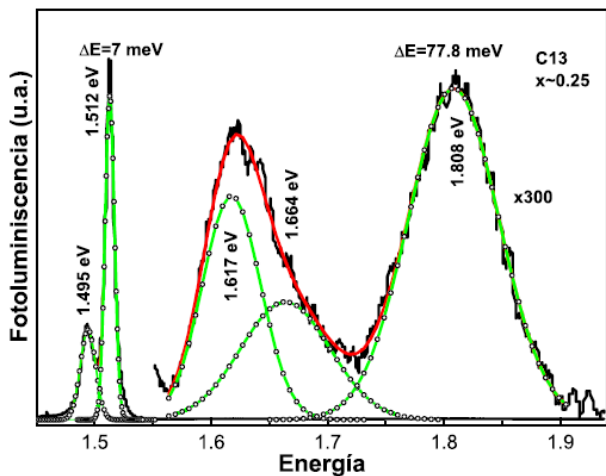


Figura 3. Espectro de fotoluminiscencia típico de nuestras estructuras medidas a 10 K.

capas epitaxiales de $Al_xGa_{1-x}As/GaAs/Al_xGa_{1-x}As$ lo que constituye la estructura de un pozo cuántico, con un sistema alternativo del tipo MOCVD en el cual se ha sustituido la arsina por arsénico elemental. El uso de arsénico sólido en lugar de arsina ofrece como principal ventaja, la manipulación fácil y segura del sistema de deposición, sin el peligro de intoxicación y muerte por inhalación de arsina. El arsénico sólido, al tener una presión de vapor despreciable a temperatura ambiente, permite su manipulación sin necesidad de contenedores especiales y de sistemas de alta seguridad. Incluso, cuando se requiere eliminar los polvos de arsénico que quedan en la cámara de crecimiento solo se requiere de una limpieza utilizando agua regia. Con las ventajas mencionadas del arsénico sólido en comparación con la arsina, sería deseable que la calidad de las muestras obtenidas con este sistema fuese tan buena como de las obtenidas con arsina. Nuestros resultados experimentales muestran lo difícil que es acercarse a esta meta [1-4], y esto no solo se debe a los procedimientos experimentales que se deben de utilizar para la obtención de las capas epitaxiales, sino a que la sustitución de la arsina por arsénico sólido, modifica radicalmente, la cinética de incorporación de las especies en la superficie de crecimiento.

2. Detalles experimentales

Las películas epitaxiales de $Al_xGa_{1-x}As$ se depositaron usando un sistema MOCVD a presión atmosférica. Este sistema emplea una fuente de arsénico metálico en lugar de arsina, característica que lo hace seguro en su operación. La temperatura del sustrato se obtiene con un sistema constituido por 4 lámparas de halógeno de 500 Watts, regulándose esta temperatura mediante un controlador de temperatura de tipo PID, el cual se ilustra en la Fig. 1. Como gas transportador se utilizó un flujo de 7 litros/minuto de hidrógeno purificado mediante difusión a través de una celda de Plata-Paladio (Ag-Pd). Para la temperatura de la fuente de arsénico se utilizó un horno de resistencias. Las películas se depositaron sobre sustratos semiaislantes de GaAs (100) impurificados con cromo y sobre sustratos de conductividad tipo n impurificados con silicio. Pevio al crecimiento, los sustratos se prepararon utilizando un procedimiento normal de limpieza. Los precursores para galio y aluminio fueron trimetilgalio (TMGa) y trimetilaluminio (TMAI), respectivamente, y para el arsénico se usó arsénico metálico de 7N de pureza. Durante la deposición de las capas, se exploró un amplio rango de temperaturas reportando la calidad de estas películas previamente [3,4], el rango de temperaturas explorado fue de 650 a 950°C.

La caracterización eléctrica por el método de Van der Pauw fue realizada a 77 y 300 K, para el caso de las capas depositadas individualmente sobre sustratos semi-aislantes, se obtuvieron en general movilidades de alrededor de 2500 $cm^2/V\cdot seg$, y concentraciones de $2 \times 10^{17} cm^{-3}$ para muestras crecidas a 850°C y temperatura de arsénico de 567°C [5]. La caracterización por fotoluminiscencia a baja temperatura se realizó utilizando un monocromador doble

marca SPEX y como fuente de excitación un láser rojo ($\lambda = 632.8 \text{ nm}$) con una potencia nominal de 20 mW. Las muestras fueron montadas en un criostato de ciclo cerrado de helio, y las mediciones fueron realizadas en aproximadamente a 10 K. Las mediciones de dispersión Raman fueron realizadas a temperatura ambiente usando la línea 514.5 nm de un láser de ion-Ar en una incidencia normal para excitar la muestra. El láser fue introducido a un microscopio teniendo un objetivo de 50X (apertura numérica de 0.9). Las mediciones fueron realizadas con una potencia nominal del láser de 20 mW. Se tuvo especial cuidado en no calentar la muestra para no cambiar el espectro Raman. La luz dispersada fue analizada utilizando un espectrómetro triple T64000 Jobin-Yvon, operándolo en la configuración substractiva y un dispositivo detector de carga acoplada multicanal enfriado a 140 K utilizando nitrógeno líquido. El tiempo de adquisición del espectro típico fue limitado a 60 seg para minimizar efectos de calentamiento de la muestra antes mencionados. La calibración de la posición característica espectral absoluta para mejor que 0.5 cm^{-1} se realizó utilizando la posición observada de la línea 34 (5287 \AA) del plasma del láser ion-Ar que es desplazada hacia el rojo por 521.2 cm^{-1} desde la línea de excitación.

3. Deposición de las capas epitaxiales

Para la deposición de las capas que conforman los pozos y con el fin de que se pueda ver los efectos de confinamiento cuántico de portadores de carga, es necesario que la capa central del pozo sea de un espesor menor de 300 \AA [4]. Para la obtención de los pozos cuánticos, se siguió el siguiente procedimiento: la primera capa fue de GaAs no impurificado, mientras que la segunda capa, la que sería la primera barrera de confinamiento, fue de $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ con una concentración molar de aluminio de 0.3 medida mediante doble difracción de rayos X, enseguida se depositó una capa muy delgada de GaAs (capa de confinamiento) para después depositar la segunda capa barrera de $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ con la misma concentración molar que la primera. Por la naturaleza de este tipo de sistema de crecimiento, los cambios en la composición molar de las capas se consigue por la conmutación de las válvulas que controlan los flujos de los compuestos metalorgánicos, trimetilgalio y trimetilaluminio. Para asegurar que la cámara de crecimiento se evacue adecuadamente después de la deposición de alguna capa, y obtener interfaces abruptas, entre capa y capa, se realizaron tiempos de espera de aproximadamente de 10 min, como se muestra en el diagrama de tiempos que se presenta en la Fig. 2. En promedio, la razón de crecimiento con los flujos utilizados para la obtención de estas capas fue de 4 \mu m/h para el $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ y 1.4 \mu m/h para el GaAs. Este fue el caso de la muestra C13, la cual se obtuvo con una temperatura de crecimiento (T_C) de 850°C y una temperatura de la fuente de arsénico (T_{As}) de 567°C .

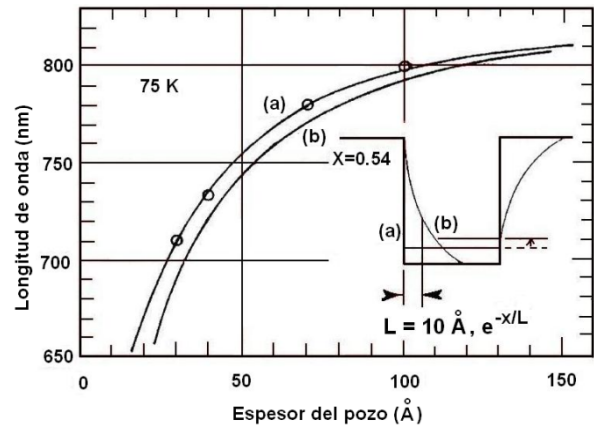


Figura 4. La longitud de onda de la emisión contra la anchura del pozo cuántico. La curva (a) denota los valores calculados para los pozos rectangulares. La curva (b) demuestra los valores obtenidos por la solución numérica directa para la ecuación de Schrödinger en el caso de un interfaz pozo graduado-barrera, como es mostrado en el inserto. Los círculos en la curva (a) son las longitudes de onda de los picos observados a 75 K. Figura tomada de la Ref. [6].

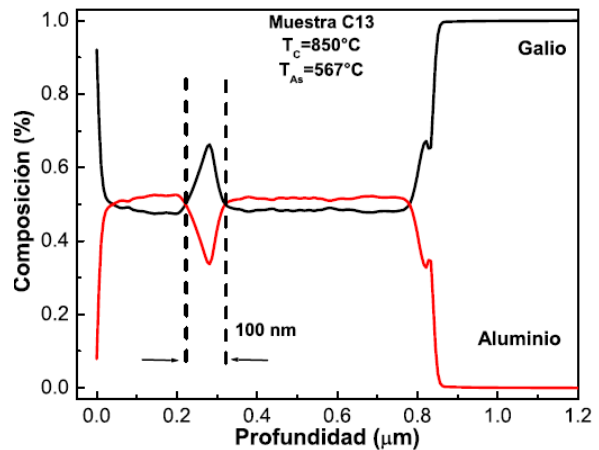


Figura 5. Perfiles de concentración de aluminio y galio que están presentes en la muestra C13.

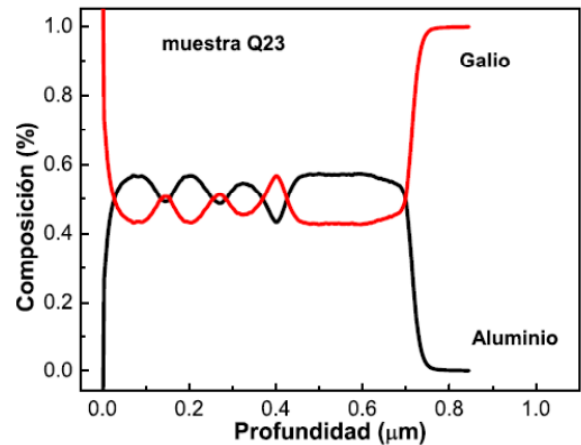


Figura 6. Estructura de multicapas crecida con el sistema de crecimiento MOCVD usando arsénico sólido.

4. Caracterización óptica por fotoluminiscencia medida a 10 K

La Fig. 3 ilustra el espectro de fotoluminiscencia de la muestra C13 medida a 10 K, en éste se puede apreciar la presencia de un pico ancho en 1.617 eV, el cual no podría atribuirse a desviaciones de la concentración molar de aluminio, debido a que ésta no se esperaría mayor al 0.08%, adicionalmente se nota un pico en 1.808 eV. La debilidad de estas señales de fotoluminiscencia es evidente, si se comparan con las señales correspondientes al GaAs que aparecen en 1.512 eV y con la asociada a los aceptores en 1.495 eV. Sin embargo, la intensidad de estos picos es suficiente como para ser claramente identificables, pues están muy por encima del nivel de ruido presente en la medición. La identificación del pico en 1.808 eV, se esperaría fuese el correspondiente a la banda excitónica y a los aceptores en $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, mientras que el pico que aparece en 1.617 eV es asociado a emisiones inducidas por la existencia de la capa intermedia de GaAs, y finalmente el pico situado en 1.664 eV es asociado a defectos estructurales.

De la caracterización por fotoluminiscencia, no se puede deducir la existencia del pozo cuántico en la estructura, sin embargo la debilidad y el ancho del pico en 1.617 eV se puede deber a la contribución de excitones distribuidos en un volumen con una distribución de anchos promedio muy amplia. La señal de fotoluminiscencia debida a la recombinación de excitones es la contribución promedio de excitones cuyo radio depende de las dimensiones del pozo, como se ilustra en la gráfica correspondiente a la Fig. 4 tomada de la ref. [6]. En nuestro caso al tener una rugosidad muy grande se espera que la señal de fotoluminiscencia refleje la gran variación que produce ésta en el ancho del pozo en donde se encuentren, así mismo, teniendo en cuenta que el área donde incide el láser sobre la muestra es de aproximadamente 200 μm de diámetro, la distribución promedio de los espesores de la capa resulta ser amplia. Adicionalmente, no descartamos que la existencia del pico en 1.617 eV se pueda deber a otro tipo de problemas como una concentración de aluminio local distinta, debido a posibles fluctuaciones de los parámetros del sistema de deposición.

5. Perfiles de concentración de galio y aluminio obtenidos por SIMS

La mejor prueba de la existencia del pozo cuántico en la heteroestructura, fue obtenida utilizando espectroscopia de masa de iones secundarios (SIMS). Al respecto de la utilización de esta técnica de caracterización, se puede mencionar que la colisión de cada ion expulsa una gran cantidad de material, considerándose que puede llegar a penetrar hasta 100 Å, por lo cual es de esperarse que el pozo (la capa central de GaAs) se encuentre mejor definido que lo que se muestra en la Fig.5, adicionalmente, por la naturaleza de esta técnica de medición el espesor del pozo

cuántico se espera que sea menor que lo que se muestra en el perfil de concentración [7,8].

Con el fin de explorar las capacidades del sistema, para el de crecimiento de multicapa con espesores cerca de 100 nm fue crecida la muestra Q23 que se muestra en la Fig. 6. En esta muestra el número de capas crecidas fue 8, la capa colchón (GaAs)/ $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /GaAs/ $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /... Todas las capas de $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ se crecieron con la misma concentración molar de aluminio. La temperatura del sustrato fue 855°C y la temperatura de la fuente de arsénico 570°C. Con estas temperaturas los flujos molares calculados fueron 9 $\mu\text{mol}/\text{min}$ del arsénico, 2.2×10^{-6} mol/min para el TMGa. Y 2.4×10^{-6} mol/min para el TMAI. Para purgar la cámara de crecimiento después de la crecida de la interfaz invertida ($\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$) tiempos de interrupción de 10 min fueron aplicados, esto fue hecho para asegurar que las interfaces fueran abruptas. Durante estos tiempos, la temperatura del sustrato fue disminuida a 750°C.

6. Rugosidad de la superficie

De la Fig. 7, es evidente que la rugosidad es muy elevada. Esta rugosidad elevada, también es consecuencia de la sustitución de la arsina por arsénico sólido, que como se ha mencionado anteriormente, el cual modifica la cinética de incorporación en comparación con las muestras que son obtenidas utilizando arsina. Cabe mencionar, que aunque se hizo una amplia exploración de la influencia de los parámetros de crecimiento, tales como la temperatura del sustrato, temperatura de la fuente de arsénico y variación de la cantidad del flujo molar de aluminio, sobre la rugosidad de las superficies, en términos generales no se notó una mejora importante en lo que respecta al grado de rugosidad obtenido. Las mediciones realizadas dieron una rugosidad promedio de 25 nm, en un área de 5 μm x 5 μm , para la rugosidad cuadrática media ésta fue de 26 nm, mientras que la medición de pico a pico fue de 180 nm.

7. Mediciones con espectroscopia Raman

Con el fin de explorar la calidad de las capas depositadas, se realizaron mediciones utilizando espectroscopia Raman. El espectro Raman de la capa epitaxial de AlGaAs crecido sobre GaAs se muestra en la Fig. 8, que presenta dos bandas dominantes en alrededor de 275 y 377 cm^{-1} . Las bandas dominantes pueden ser asociados a los modos de vibración de los compuestos semiconductores GaAs y AlAs [9], respectivamente. Un procedimiento de ajuste estándar realizado en el intervalo de 200 a 450 cm^{-1} sugiere esta asociación. Los resultados se muestran en la Fig. 8, respectivamente. Para la muestra C13, las cuatro señales de forma de curvas Lorentzianas se muestra en la figura. 5a, las cuales están centradas en 262, 275, 369 y 377 cm^{-1} . Ajustes razonables del espectro Raman se consigue con cuatro curvas Lorentzianas, como se puede ver en la Fig. 8. La mayor intensidad de los dos modos es debido al hecho

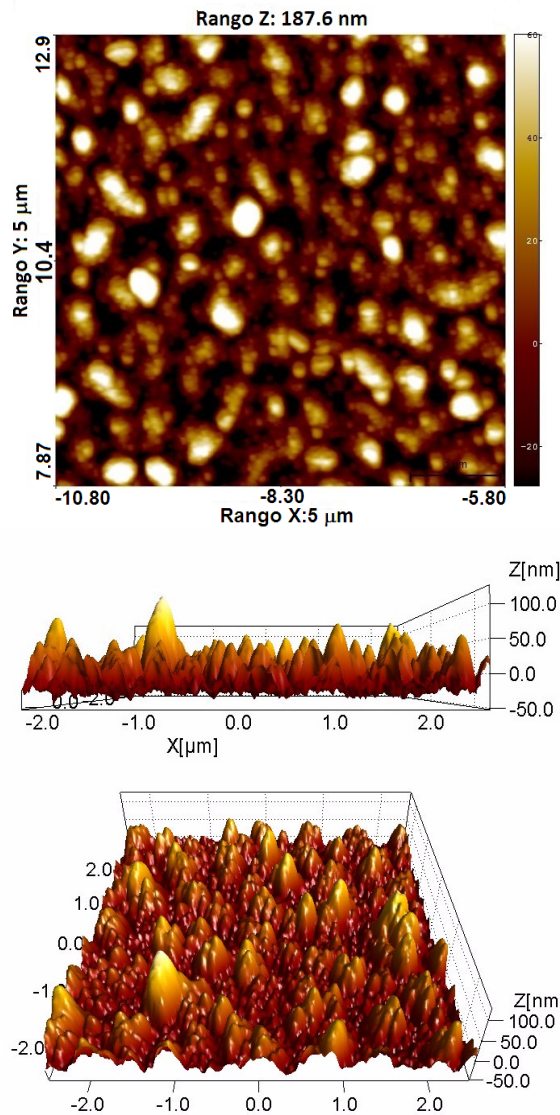


Figura 7. Rugosidad típica de las superficies medida utilizando microscopía de fuerza atómica.

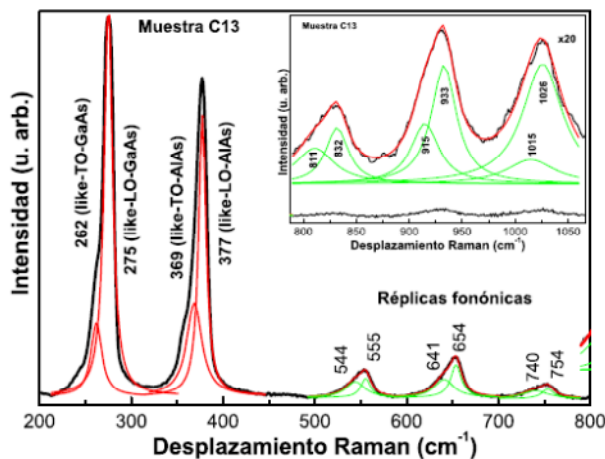


Figura 8. Espectro Raman característico de las estructuras depositadas. En el inserto se muestran las réplicas fonónicas de segundo orden.

de que la aleación es rica en GaAs. El desplazamiento Raman de estos modos de vibración en las aleaciones se modifica con respecto a sus valores de bulto debido al efecto de la tensión interna que se origina debido a la diferencia en las constantes de red entre AlAs y GaAs [9]. Teniendo en cuenta que los fonones son activos en el proceso Raman de primer orden en la configuración retrodispersión en la cara (001), es posible asignar las bandas de vibración situadas alrededor de 262, 275, 369 y 377 cm^{-1} como los modos TO-GaAs-like, LO-GaAs-like, TO-AlAs-like y LO-AlAs-like, respectivamente. Debido al grueso de la epicapas de $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, los modos correspondientes a GaAs no deben asignarse a la capa del almacenador intermediario. Entonces, la asimetría del modo de GaAs-like es obviamente debido a la contribución del proceso de dispersión de fonones con vectores- \mathbf{q} distintos de cero que se vuelven activos debido al proceso de desorden de la aleación [10]. Los modos TO-GaAs-like y TO-AlAs-like que son prohibidas por la orientación (100) del sustrato pasan a estar activos por la ruptura de las reglas de selección en la configuración de retro-dispersión [11]. Este rompimiento es atribuido a defectos estructurales en la aleación originados a partir de las fluctuaciones de composición y por dispersión elástica y por las impurezas ionizados [12]. Su aparición indica que la calidad cristalina de las capas AlGaAs no es perfecta debido a la presencia de defectos estructurales y la tensión de la red por la incorporación de carbono y oxígeno, pero su cristalinidad es lo suficientemente buena. Los modos TO-like [13] que son prohibidas para esta dirección de crecimiento y como sus intensidades son muy débiles suponemos que su presencia es posiblemente debido a los defectos cristalinos de las capas de aleaciones ternarias; pero como el espectro Raman es el resultado de promediado por lo menos en 20 puntos sobre la muestra la homogeneidad y la calidad cristalina de las muestras debe ser bastante bueno. La composición de Al para las muestras de $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ puede determinarse utilizando las curvas ajustadas que relacionan la frecuencia LO-fonón con el contenido de aluminio en el sistema de $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, según las ecuaciones siguientes [14]:

$$\omega_{LO}^{GaAs}(x) = 290.2 - 36.7x \text{ cm}^{-1} \quad (1)$$

$$\omega_{LO}^{AlAs}(x) = 364.7 + 46.7x - 9.4x^2 \text{ cm}^{-1} \quad (2)$$

En este caso, se puede decir a partir del espectro Raman de la figura, que ambas barreras tienen concentraciones molares de aluminio muy semejantes tal y como se planificó la estructura.

8. Discusión

A partir de las mediciones presentadas, se puede concluir que es posible crecer pozos cuánticos utilizando un sistema modificado MOCVD usando arsénico sólido, sin embargo la calidad de estos pozos es muy inferior comparada con la

que obtiene utilizando arsina [6,15], como lo puede atestiguar la caracterización por fotoluminiscencia, la cual en los sistemas MOCVD tradicionales, con arsina, resulta ser herramienta común. En nuestras muestras la identificación inequívoca del pozo cuántico, utilizando únicamente la técnica de fotoluminiscencia no es posible. En los sistemas tradicionales que utilizan arsina (AsH_3), la descomposición de ésta sobre la superficie de crecimiento proporciona hidrógeno atómico que se combina con los radicales metil para formar metano y etano y otros subproductos, los cuales al ser volátiles, son eliminados fácilmente como subproductos del proceso. En el caso del arsénico sólido, estos hidrógenos atómicos se encuentran ausentes, por lo que los principales subproductos son moléculas de etano debido a la recombinación entre sí de los radicales metil, adicionalmente el arsénico que se obtiene por la sublimación del arsénico elemental es As_4 , siendo estas especies menos móviles en la superficie de crecimiento. Los factores antes mencionados repercuten en una mayor incorporación de impurezas como carbono, oxígeno y otras, adicionalmente que incrementan la rugosidad de la superficie de las capas depositadas.

9. Conclusiones

En este trabajo, se muestra, que es posible, a partir del uso de un sistema alternativo de crecimiento del tipo MOCVD con arsénico sólido, la obtención de películas de $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ las cuales presentan señal de fotoluminiscencia, lo que indica que sus propiedades ópticas son buenas, adicionalmente, se ha realizado una estructura de multicapas de pozo cuántico, la cual de acuerdo a las distintas caracterizaciones presentadas, muestra que es posible obtener estructuras de pozo cuántico, utilizando arsénico elemental, sin embargo la respuesta de estos, en lo que respecta a la emisión de fotoluminiscencia es muy débil, debido a que el grado de rugosidad que presentan las capas depositadas para la elaboración del pozo es muy alta. Es de esperarse que a medida que se logre disminuir la rugosidad de las interfaces, se pueda obtener estructuras de mayor funcionalidad y con mejores características ópticas con este tipo de sistema de crecimiento.

Referencias

- [1] R. Peña Sierra, J. G. Castro-Zavala and A. Escobosa. *J. Crystal Growth* **107**, 337 (1991).
- [2] R. Peña-Sierra, A. Escobosa and V. M. Sánchez R. *Appl. Phys. Lett.* **62**, 2359 (1993).
- [3] J. Díaz-Reyes, M. Galván-Arellano, R. S. Castillo-Ojeda, R. Peña-Sierra. *Vacuum* **84**, 1182 (2010).
- [4] R. Castillo Ojeda, S. Manrique Moreno, M. Galván Arellano and R. Peña Sierra. *Revista Mexicana de Física* **53**, 441 (2007) -446.
- [5] J. Díaz-Reyes, M. Galván-Arellano, R. Castillo-Ojeda, R. Peña Sierra y A. Escobosa-Chavarria. *Superficies y Vacío* **16**, 1 (2003).
- [6] H. Kawai, K. Kaneko and Watanabe. *J. Appl. Phys.* **56**, 463 (1984).
- [7] A. Galdikas. *Vacuum* **55**, 51 (1999).
- [8] A. Torrisi, A. Scandurra, A. Licciardello. *Appl. Surf. Sci.* **81**, 259 (1994).
- [9] J. Menéndez, A. Pinczuk, J. Bevk, J. P. Mannaerts. *J. Vac. Sci. Technol. B* **6**, 1306 (1988).
- [10] T. C. McGlenn, T. N. Krabach, M. V. Klein, G. Bajor, J. E. Greene, B. Kramer, S.A. Barnett, A. Lastras, S. Gorbakkin. *Phys. Rev. B* **33**, 8396 (1986).
- [11] R. Loudon. *Adv. Phys.* **13**, 423 (1964).
- [12] D. Olego, M. Cardona. *Phys. Rev. B* **24**, 7217 (1981).
- [13] F. Frost, G. Lippold, A. Schindler, F. Bigl. *J. Appl. Phys.* **85**, 8378 (1999).
- [14] Z. R. Wasilewski, M. N. Dion, D. J. Lockwood, P. Poole, R. W. Streater, A. J. Spring Thorpe. *J. Appl. Phys.* **81**, 1683 (1997).
- [15] G. Wicks, W. I. Wang, C. E. C. Wood, L. F. Eastman, and L. Rathbun. *J. Appl. Phys.* **52**, 5792 (1981).