

УДК 548.571;548.4

**ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ
В ГЕТЕРОЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЯХ CdTe И CdZnTe,
ВЫРАЩЕННЫХ НА GaAs**

© Ю.Ю.Логинов, П.Д.Браун,¹ К.Дж.Хамфрейс¹

Красноярский государственный университет,
660000 Красноярск, Россия

¹Университет г. Кембридж, Великобритания
(Поступила в Редакцию 13 декабря 1994 г.

В окончательной редакции 23 июня 1995 г.)

Методами просвечивающей и высокоразрешающей электронной микроскопии исследовано формирование структурных дефектов в эпитаксиальных системах {111}CdTe/{001}GaAs, {111}CdTe/{111}GaAs, {001}CdTe/{001}GaAs и {001}HgMnTe/{001}CdTe/{001}GaAs, выращенных методом металлорганической парофазовой эпитаксии, а также методом молекулярно-пучковой эпитаксии в сверхструктуре {001}CdZnTe//{001}CdZnTe/{001}GaAs.

Основной задачей программы выращивания эпитаксиальных слоев является получение качественных материалов, пригодных для изготовления приборов. Однако коммерческое их применение часто сдерживается из-за наличия в эпитаксиальных слоях структурных дефектов, для понимания процессов образования которых и их контроля необходимо изучать закономерности образования дислокаций несоответствия на гетерогранице и дефектов в эпилсе.

Эпитаксиальные пленки CdTe являются идеальными подложками для выращивания Hg_{1-x}Cd_xTe^[1-3], используемого для производства инфракрасных приемников. Одновременно CdTe действует как буфер между HgCdTe и GaAs, предотвращая диффузию Ga в HgCdTe из GaAs-подложки^[3]. Гетероструктуры (Cd,Zn)Te также часто используют в качестве буферных слоев, снижающих плотность прорастающих в эпитаксиальную пленку HgCdTe дислокаций^[2,4-7]. Кроме того, сверхструктуры CdTe//ZnTe обладают интересными оптоэлектронными свойствами^[8,9], а (Cd,Zn)Te может быть использован для создания новых *p-i-n*-ZnTe/(Cd,Zn)Te/CdS-структур солнечных элементов^[7]. Дополнительно в гетероструктурах CdTe/CdZnTe и CdTe/CdMnTe, выращенных вдоль {111}-кристаллографических направлений, обнаружены больше пьезоэлектрические поля^[10].

Известно, что {111}-ориентированные слои CdTe формируются на {111}GaAs-подложках, в то время как на {001}GaAs-подложках могут быть выращены {111}- или {001}-ориентированные эпитаксиаль-

ные слои CdTe в зависимости от обработки подложки [11]. Например, тонкий слой ZnTe иногда осаждают на (001)GaAs-подложку для того, чтобы получить (001)CdTe.

В последнее время изучение дефектообразования в гетероэпитетаксиальных слоях на основе CdTe является предметом интенсивных электронно-микроскопических исследований [1-4,6,7,11-19]. Ламели двойников, параллельные поверхности подложки, обнаружены в {111}CdTe, выращенном методами молекулярно-лучевой эпитаксии [14,17] и металлоганической парофазовой эпитаксии (МОПФЭ) [11,18] на {001}GaAs, а также методом МОПФЭ [1,11] на {111}GaAs. Дислокации несоответствия и наклонные к гетерогранице эпилей-подложка микродвойники и дефекты упаковки являются характерными дефектами в гетероструктуре {001}CdTe/{001}GaAs, выращенной методами молекулярно-лучевой эпитаксии (МПЭ) [15,17] и МОПФЭ [1,3,7,11,12,18]. Наклонные ламели двойников обнаружены в слоях CdTe, выращенных на GaAs-подложках с «нетрадиционной» ориентацией {311} и {211} [13]. ПЭМ-исследования гетероструктур (Cd,Zn)Te/GaAs, выращенных методами МОПФЭ и МПЭ, проведены в [2,7,12] и [6,7] соответственно. Несмотря на это, многие вопросы, например связанные с нуклеацией наклонных к гетерогранице микродвойников, остаются открытыми.

В данной работе методами просвечивающей и высокоразрешающей электронной микроскопии (ПЭМ и ВРЭМ) проводятся более детальные исследования {111}- и {001}-ориентированных слоев CdTe, выращенных в одних лабораторных условиях на {111}- и {001}-подложках GaAs методом МОПФЭ, и проводится сравнение с {001}(Cd,Zn)Te, выращенным на {001}GaAs методом МПЭ, и с {001}Hg_{0.9}Mn_{0.1}Te, выращенным на {001}CdTe методом МОПФЭ. Тем более что HgMnTe был впервые выращен методом МОПФЭ в 1991 г. [20] и детальных ПЭМ-исследований не проводилось.

1. Экспериментальная часть

Гетероструктуры CdTe/GaAs и (Hg,Mn)Te/CdTe/{001}GaAs были выращены методом МОПФЭ, (Cd,Zn)Te//CdTe/{001}GaAs методом МПЭ. Перед наращиванием эпилей подложку GaAs обезжиривали и затем травили в растворе H₂SO₄:H₂O:H₂O₂ = 4:1:1, после чего подложку прогревали в реакторе при 610 °C (CdZnTe) и 550 °C (CdTe) для десорбции остаточной тонкой поверхностной пленки окисла. В методе МОПФЭ в качестве источников Cd, Te, Hg и Mn были использованы диметилкадмия, дизопропилтителлур, элементарная ртуть и трикарбонил-цикlopентадиенилметил марганца. Гетероструктуры {001}CdTe/{001}GaAs были выращены при температуре 300 °C со скоростью 0.4 nm/s за время 60 min с толщиной пленки ≈ 1.43 μm, а {111}CdTe/{001}GaAs при 390 °C. Пленка Hg_{0.9}Mn_{0.1}Te была выращена при температуре 350 °C на буферном слое {001}CdTe толщиной 1 μm, который в свою очередь был осажден при 350 °C на {001}-ориентированную подложку GaAs [20]. Для получения {001}CdTe на {001}GaAs обычно между GaAs и CdTe наносился тонкий слой ZnTe

(несколько атомных слоев). Сверхструктура $\text{Cd}_{0.92}\text{Zn}_{0.08}\text{Te}/\text{CdTe}$, состоящая из 50 слоев CdZnTe (21 nm) и CdTe (19 nm), и буферный слой $\text{Cd}_{0.96}\text{Zn}_{0.04}\text{Te}$ были выращены на $\{001\}\text{GaAs}$ при температуре 250 °C в установке МПЭ «Varian 360». Образцы для электронно-микроскопических исследований были приготовлены в виде поперечных срезов стандартными методами с использованием техники ионного травления ионами Ar^+ и затем, на конечной стадии приготовления образцов, ионами I^+ [21]. Тонкие фольги исследовались на приборах JEM-100 CX и JEOL-4000 EX.

2. Результаты и обсуждение

На рис. 1 показано ПЭМ-изображение гетерограницы $\{111\}\text{CdTe}/\{001\}\text{GaAs}$ в проекции $\langle 110 \rangle$ с соответствующими электронограммами, полученными в результате микродифракции электронов от эпитаксиальной пленки CdTe , выращенной вдоль направления $\langle 111 \rangle$, от гетерограницы CdTe/GaAs и от подложки $\{100\}\text{GaAs}$. Видно, что пленка CdTe содержит большое число дислокаций, прорастающих в эпилей от границы раздела, и двойников, параллельных поверхности подложки, что согласуется с результатами исследования подобных структур, выращенных методами МПЭ [14,17] и МОПФЭ [11,18] на $\{001\}\text{GaAs}$.

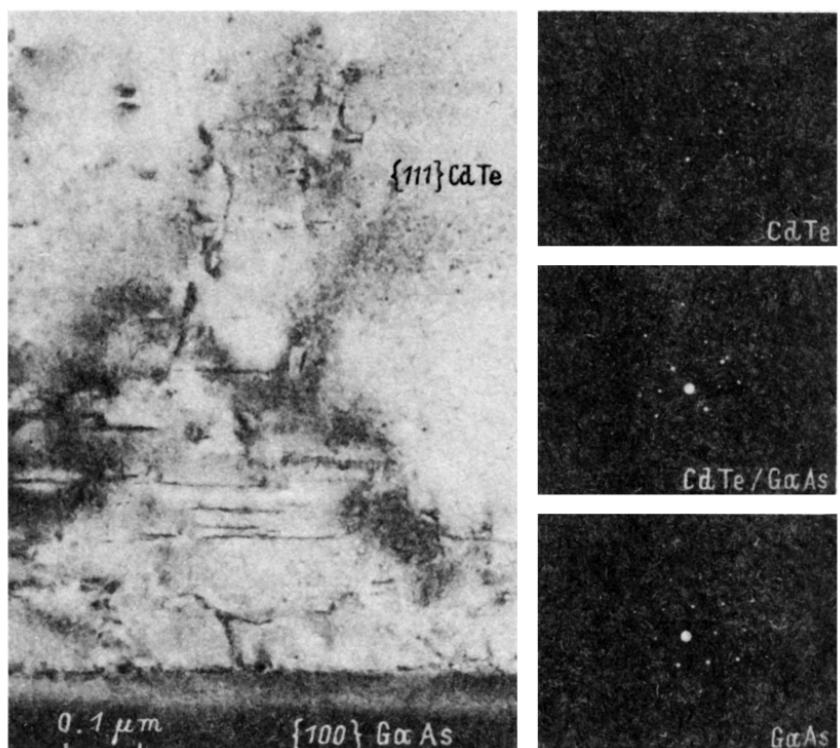


Рис. 1. Поперечный срез гетероэпитаксиальной структуры $\{111\}\text{CdTe}/\{100\}\text{GaAs}$, выращенной методом МОПФЭ.
Светлопольное изображение. Ось зоны $\langle 110 \rangle$.

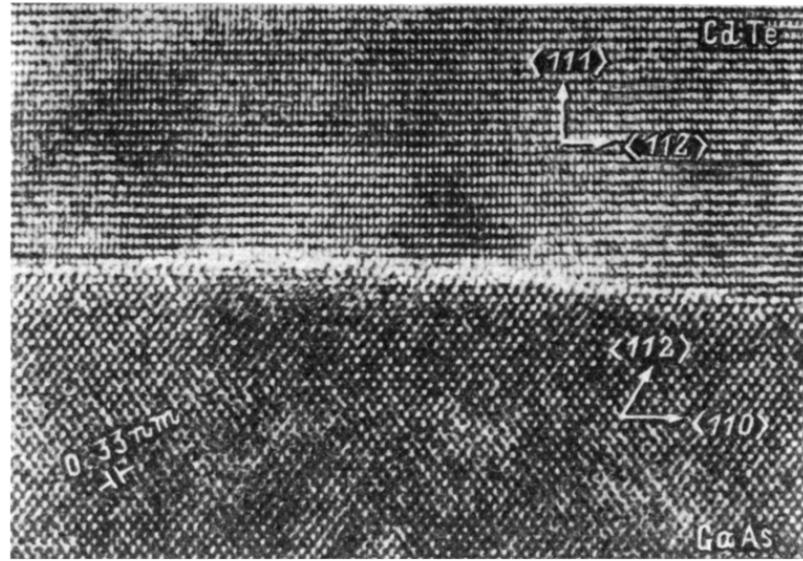


Рис. 2. ВРЭМ-снимок гетерограницы $\{111\}$ CdTe/ $\{100\}$ GaAs.

Ось зоны $\langle 110 \rangle$.

На рис. 2 приведен ВРЭМ-снимок гетерограницы $\{111\}$ CdTe/ $\{001\}$ GaAs, показанной на рис. 1. Видны атомные ступеньки на поверхности подложки. При этом в правой части снимка поверхность GaAs расположена на пять атомных слоев ниже, чем в центре снимка. Известно, что ВРЭМ-изображение, зависящее от величины тока объективной линзы (фокусировки) и толщины образца, является изображением точек, соответствующих колонкам каналов или колонкам близких пар атомов в кристаллах со структурой пинковой обманки. В верхней части рис. 2 колонки атомов (каналов) в CdTe расположены в двух взаимно перпендикулярных направлениях $\langle 111 \rangle$ и $\langle 112 \rangle$ (при этом направление роста пленки совпадает с направлением $\langle 111 \rangle$), а в GaAs колонки атомов (каналов) расположены строго вдоль $\langle 112 \rangle$ - и $\langle 110 \rangle$ -направлений, как показано на этом рисунке.

Ламели двойников, параллельные гетерогранице и формирующиеся в эпитаксиальном слое $\{111\}$ CdTe, выращенном на $\{111\}$ GaAs, показаны на рис. 3, а. Один из возможных механизмов формирования таких двойников был предложен в [14].

Формирование двойников связано с внутренней природой материала, с низким значением энергии дефекта упаковки (ЭДУ-SFE) [12]. Если сравнивать полупроводниковые соединения A_2B_6 с материалами IV группы или A_3B_5 , то переход от IV группы к A_3B_5 и затем к A_2B_6 сопровождается снижением энергии дефекта упаковки, а следовательно, повышается вероятность образования более протяженных и более разнообразных дефектов в A_2B_6 (по сравнению с Si, Ge или A_3B_5).

Ламели двойников разделены латеральными, некогерентными двойниковыми границами. Согласно моделям кристаллических решеток, такие латеральные границы могут быть четырех типов: $\{112\}_m - \{112\}_d$, $\{115\}_m - \{111\}_d$, $\{110\}_m - \{114\}_d$ и $\{001\}_m - \{221\}_d$ [22], где m — матрица, d — двойник. Все четыре типа границ были иденти-

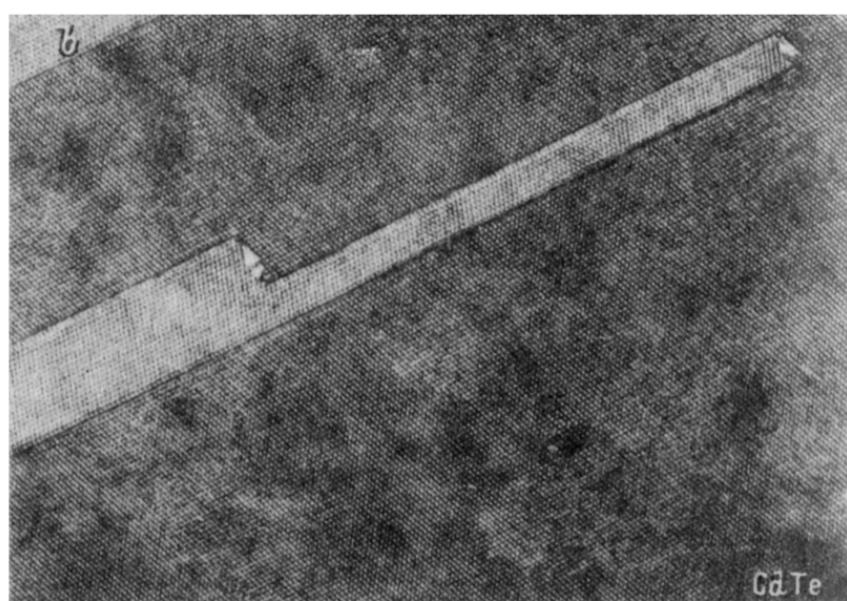
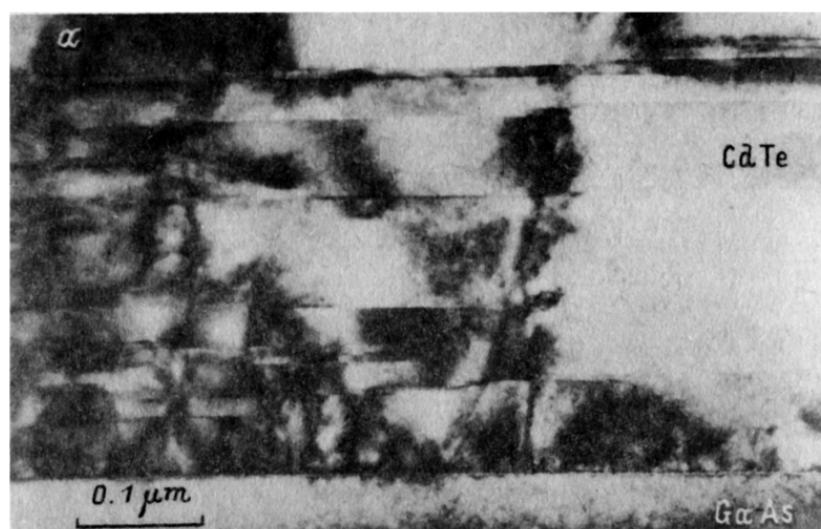


Рис. 3. Ламели двойников в гетероэпитаксиальной структуре $\{111\}$ CdTe/ $\{111\}$ GaAs.

a — ПЭМ-, *b* — ВРЭМ-изображения. Ось зоны $\langle 110 \rangle$ (*b*). Стрелками указаны латеральные границы двойников.

фицированы как для объемно выращенных кристаллов, так и для эпитаксиальных структур CdTe [1]. На рис. 3,*b* приведен снимок с высоким разрешением двойников с латеральными границами $\{112\}_m - \{112\}_d$ или $\{110\}_m - \{114\}_d$ (отмечено стрелками).

Предрасположенность CdTe к двойникование — пример влияния внутренней природы материала на образование структурных дефектов в гетероэпитаксиальном слое, что является доминирующим в формировании микроструктуры растущей пленки в данном случае.

Родственной проблемой формированию ламелей двойников является проблема образования наклонных к поверхности подложки микро-

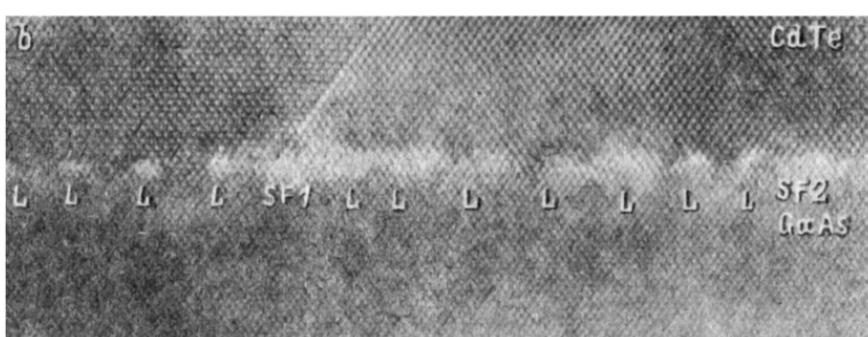
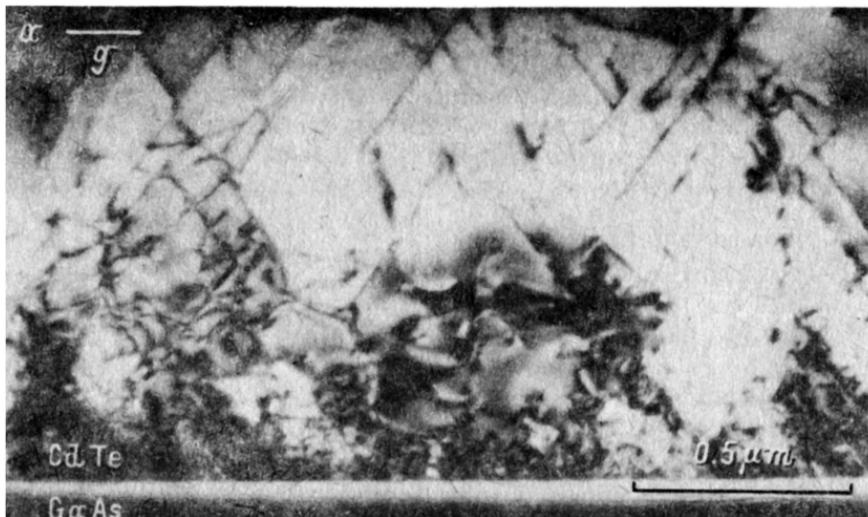


Рис. 4. ПЭМ- (а) и ВРЭМ-изображения (б) гетерограницы {100}CdTe/{100}GaAs. Ось зоны <110>.

двойников и дефектов упаковки. Эти дефекты уменьшают величину упругих напряжений на гетерогранице дополнительно к действию дислокаций несоответствия.

Гетерограница, содержащая 60° и 90° дислокации несоответствия, наклонные нарушения упаковки, является типичной для гетероструктур $A_2B_6/(001)GaAs$ с большими параметрами несоответствия решеток эпилоя и подложки и низкой ЭДУ. На рис. 4 показан пример гетероструктуры {100}CdTe/{100}GaAs, где видны прорастающие в эпилой дислокации (рис. 4, а), наклонные к гетерогранице нарушения упаковки и дислокации несоответствия (рис. 4, б).

Системы с большим параметром несоответствия решеток ($f = 12.7\%$ для CdTe/GaAs) характеризуются содержанием большой плотности прорастающих дислокаций и имеют теоретически предсказанную критическую толщину всего в несколько атомных слоев. Например, 7 атомных слоев для ZnTe/GaAs и 5-6 атомных слоев для CdTe/GaAs [23].

В соответствии с моделью, предложенной в [24], плотность прорастающих дислокаций D в тонком эпитаксиальном слое при высоком параметре несоответствия решеток эпилоя и подложки пропорциональ-

на f и обратно пропорциональна толщине пленки h

$$D = \frac{|f|\sqrt{2}(1+\nu)(1-2\nu)\ln\left|\frac{2\pi|f|}{1-\nu}\right|}{\alpha bh(1-\nu)^3 \left(1 - \ln(2b\sqrt{D})\right)},$$

где ν — коэффициент Пуассона, $b = \{a_e\}/\sqrt{2}$ — вектор Бюргерса, $\alpha \geq 1$ — геометрический параметр.

Для CdTe с $\nu \approx 0.4$, $a_e = 0.648$ nm, $\alpha = 1$ и $f \approx 12.7\%$ получаем значения $D \approx 2.25 \cdot 10^9$ и $\approx 4.78 \cdot 10^9$ cm $^{-2}$ для $h \approx 1$ и 0.5 μ m соответственно. Эти значения отражают равновесную плотность прорастающих в пленке дислокаций.

Измеряя толщину фольги в ПЭМ по толщинным контурам на изображениях, полученных в слабом пучке, можно экспериментально оценить плотность прорастающих дислокаций на единицу площади поверхности пленки D (cm $^{-2}$) для заданной величины h при изучении поперечных срезов эпилоя. Исследование ряда образцов показывает, что плотность прорастающих дислокаций близка к теоретически предсказанный и в первую очередь зависит от h , в то время как вариации в условиях роста имеют меньшее влияние. Некоторые изменения в D различаются в 2 или 3 раза, что незначительно по сравнению с порядком плотности дислокаций, и, по-видимому, малозначимы для качества материала будущего прибора.

Дислокации несоответствия в плоскости гетерограницы {100}CdTe/{1090}GaAs в основном являются 90° дислокациями (Ломер-Коттрелловский замок), что хорошо видно из рис. 4,б (отмечены буквами L), хотя 60° дислокации также имеются (в меньшем количестве) и, например, присутствуют в области наклонных дефектов упаковки (SF на рис. 4,б). Среднее расстояние между дислокациями несоответствия

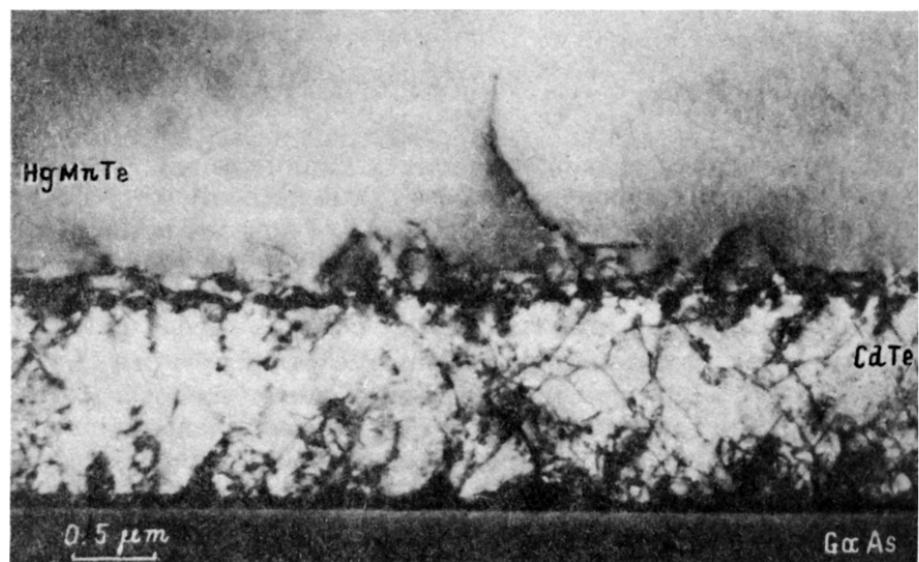


Рис. 5. Изображение поперечного среза гетероструктуры {100}HgMnTe/{100}CdTe/{100}GaAs.

с вектором Бюргерса типа $b = a/2\langle 110 \rangle$ можно рассчитать по формуле $d = kb/f$ [25], где $k = 1$ и 0.5 для чисто краевых и 60° дислокаций соответственно. Учитывая, что экстраплоскости дислокаций Ломера находятся в подложке и $|b|_{\text{GaAs}} = 0.3997 \text{ nm}$, получим для $k = 1$ $d = 3.15 \text{ nm}$. Экспериментальное значение d , определенное из рис. 4, б, составляет 3.19 nm , что хорошо согласуется с теоретическими представлениями.

Необходимо отметить, что дислокации несоответствия справа от дефекта упаковки ДУ1 (SF1) (рис. 4, б) локализованы на одну атомную ступень выше, чем дислокации слева от ДУ1 (SF1), что свидетельствует о возможности гетерогенного зарождения дефектов упаковки на атомных ступеньках подложки.

На рис. 5 показана гетероструктура $(\text{Hg}, \text{Mn})\text{Te}/\text{CdTe}/\{001\}\text{GaAs}$. Слой $\{001\}(\text{Hg}, \text{Mn})\text{Te}$ толщиной $\approx 2 \mu\text{m}$ расположен на буферном слое $\{001\}\text{CdTe}$ толщиной $\approx 1 \mu\text{m}$, который в свою очередь выращен на $\{001\}\text{GaAs}$. Высокая плотность прорастающих дислокаций в CdTe существенно снижается на границе раздела $(\text{Hg}, \text{Mn})\text{Te}/\text{CdTe}$ с даль-



Рис. 6. Гетероструктура $\{100\}(\text{Cd}, \text{Zn})\text{Te}/\{100\}\text{GaAs}$, выращенная методом МПЭ. Поперечный срез. а — светлопольное изображение, б и с — ВРЭМ-изображения чередующихся слоев $\text{CdTe}/\text{Cd}_{0.92}\text{Zn}_{0.08}\text{Te}$ и границы раздела $\text{Cd}_{0.96}\text{Zn}_{0.04}\text{Te}/\text{GaAs}$ соответственно.

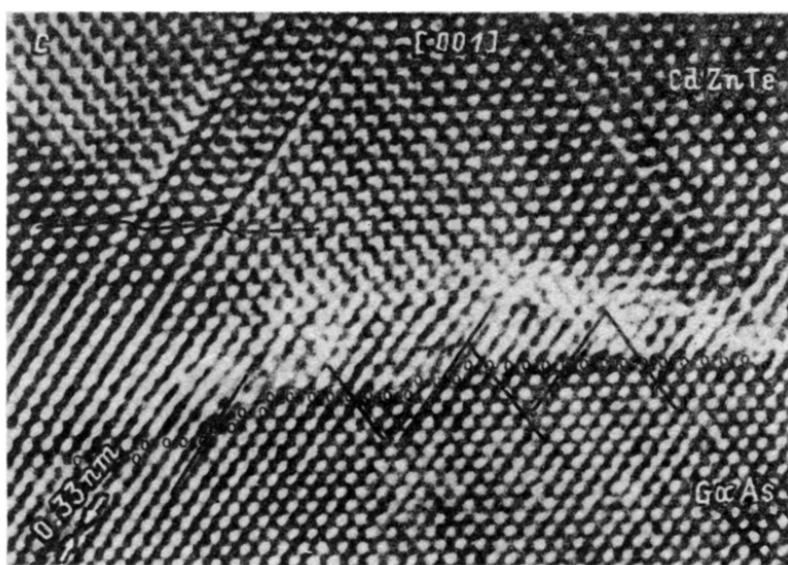
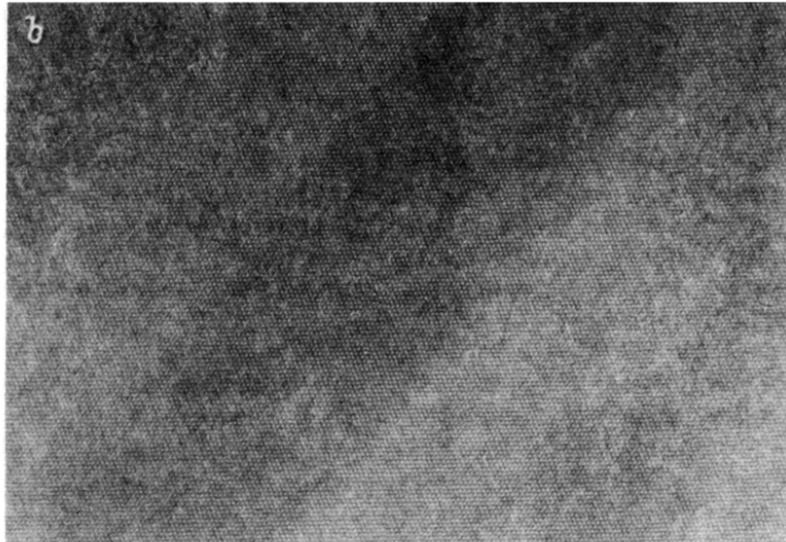


Рис. 6 (продолжение).

нейшим распространением в пленку $(\text{Hg}, \text{Mn})\text{Te}$ лишь отдельных дефектов. Гетероэпитаксиальная структура $\text{Hg}_{0.9}\text{Mn}_{0.1}\text{Te}/\text{CdTe}$ является системой с практически полной компенсацией несоответствия на гетерогранице ($f = 0.9\%$) по сравнению, например, с CdTe/GaAs ($f = 12.7\%$) с соответствующими параметрами кристаллических решеток $a(\text{HgTe}) = 0.643 \text{ nm}$, $a(\text{MnTe}) = 0.634 \text{ nm}$, $a(\text{Hg}_{0.9}\text{Mn}_{0.1}\text{Te}) = 0.642 \text{ nm}$ и $a(\text{CdTe}) = 0.648 \text{ nm}$. Кроме того, слой $\text{Hg}_{0.9}\text{Mn}_{0.1}\text{Te}$ находится в условиях растяжения ($a_{\text{HgMnTe}} < a_{\text{CdTe}}$), а слой CdTe на подложке GaAs в условиях напряжения сжатия ($a_{\text{CdTe}} > a_{\text{GaAs}}$). Это является причиной использования эпилоя $(\text{Hg}, \text{Mn})\text{Te}$ в качестве «дислокационного фильтра», что, как видно из рис. 5, вполне реально.

На рис. 6,а показана сверхструктура $(\text{Cd}, \text{Zn})\text{Te}/\text{CdTe}/\{001\}\text{GaAs}$. На границе раздела с GaAs виден буферный слой $\text{Cd}_{0.96}\text{Zn}_{0.04}\text{Te}$ толщиной $\approx 0.5 \mu\text{m}$, на котором наращены 50 слоев CdTe (19 нм): $\text{Cd}_{0.92}\text{Zn}_{0.08}\text{Te}$ (21 нм). Видно, что сверхструктура содержит большое число прорастающих в эпилей дислокаций и наклонных к поверхности гетерограницы под углом $\approx 55^\circ$ микродвойников, лежащих в плоскостях $\{111\}$. Вопрос об анизотропии распределения таких двойников для ортогональных проекций $[1\bar{1}0]$ и $[110]$ [6,7], а также об их зарождении и распространении является важным в понимании физики явлений гетероэпитаксии, но не обсуждается в данной работе. На рис. 6,б и с показаны $\langle 110 \rangle$ ВРЭМ-снимки мультислоев CdTe:CdZnTe и границы раздела $\text{Cd}_{0.96}\text{Zn}_{0.04}\text{Te}/\text{GaAs}$ соответственно. Из рис. 6,с видно, что на поверхности подложки имеются атомные ступеньки, а экстраплоскости дислокаций из подложки не обязательно оканчиваются на границе раздела, а могут простираяться в растущий эпитаксиальный слой. Кроме того, на рис. 6,с видны наклонные к гетерогранице микродвойники.

Примеры структур, показанных на рис. 4–6, являются больше примерами непосредственно проблем гетерограниц, чем проблем, связанных с внутренними свойствами отдельных материалов эпилей и подложки, в противоположность примерам, показанным на рис. 1–3.

Полученные результаты могут быть использованы для разработки моделей формирования структурных дефектов в гетероэпитаксиальных слоях, в частности моделей зарождения наклонных нарушений упаковки. Эпитаксиальный слой $(\text{Hg}, \text{Mn})\text{Te}$ может быть использован в качестве дислокационного фильтра для системы CdTe/GaAs, в то время как сверхструктура $(\text{Cd}, \text{Zn})\text{Te}/\text{CdTe}/\text{GaAs}$ мало эффективна в качестве дислокационного фильтра и снижает плотность прорастающих в эпилей дислокаций только в несколько раз, а не на 2–3 порядка, как требуется для изготовления приборных структур.

Авторы выражают благодарность Королевскому обществу Великобритании за финансовую поддержку работы и Дж.Муллинсу и К.Дьюроузу за предоставленные образцы и полезное обсуждение результатов.

Список литературы

- [1] Brown P.D., Hails J.E., Russell G.J., Woods J. J. Cryst. Growth **86**, 511 (1988).
- [2] Sugiyama I., Hobbs A., Saito T., Ueda O., Shinohara K., Takigawa H. J. Cryst. Growth **117**, 161 (1992).
- [3] Cheng T.T., Aindow M., Jones I.P., Hails J.E., Williams D.J., Astles M.G. J.Cryst. Growth **135**, 409 (1994).
- [4] Kawano M., Oda N., Sasaki T., Ichihashi T., Iijima S., Kanno T., Saga M. J. Cryst. Growth **117**, 171 (1992).
- [5] Kleebe H.J., Hamilton W.J., Ahlgren W.L., Johnson S.M., Ruhle M. Mat. Res. Soc. Symp. Proc. **161**, 63 (1990).
- [6] Brown P.D., Golding T.D., Russell G.J., Dinan J.H., Woods J. Microscopy of Semicond. Mater. Inst. Phys. Bristol N.Y. (1989). Ser. N **100**. P. 357–362.
- [7] Brown P.D., Kelly H., Clifton P.A., Mullins J.T., Simmons M.Y., Durose K., Brinkman A.W., Golding T.D., Dinan J. Mat. Res. Soc. Symp. Proc. **216**, 427 (1991).
- [8] Miles R.H., Wu G.Y., Johnson M.B., McGill T.C., Faurie J.P., Sivananthan S. Appl. Phys. Lett. **48**, 1383 (1986).
- [9] Mathieu H., Allegre J., Chatt A., Lefebvre P., Faurie J.P. Phys. Rev. **B38**, 7740 (1988).

- [10] Cibert J., Andre R., Deshayes C., Dang Le Si, Okumura H., Tatarenko S., Fenillet G., Jouneau P.H., Mallard R., Saminadayar K. *J. Cryst. Growth* **117**, 424 (1992).
- [11] Cullis A.G., Chew N.G., Irvine S.J.C., Giess J. *Microscopy Semicond. Mater. Inst. Phys.* Bristol (1987). Ser. N **87**. P. 141–146.
- [12] Brown P.D., Loginov Y.Y., Mullins J.T., Durose K., Brinkman A.W., Humphreys C.J. *J. Cryst. Growth* **138**, 538 (1994).
- [13] Patriarche G., Tromson Carli A., Riviere J.P., Triboulet R., Marfaing Y., Castaing J. *Phys. Stat. Sol. (a)* **138**, 437 (1993).
- [14] Sabinina I.V., Gutakovskii A.K., Sidorov Yu.G., Kuzmin V.D. *Phys. Stat. Sol. (a)* **126**, 181 (1991).
- [15] Angelo J.E., Gerberich W.W., Stobbs W.M., Bratina G., Sorba L., Franciosi A. *Phil. Mag. Lett.* **67**, 4, 279 (1993).
- [16] Sabinina I.V., Gutakovskii A.K., Sidorov Yu.G., Dvoretsky S.A., Kuzmin V.D. *J. Cryst. Growth* **117**, 238 (1992).
- [17] Otsuka N., Kolodziejski L.A., Genshor R.L., Datta S., Bicknell R.N., Schetzina J.F. *Appl. Phys. Lett.* **46**, 860 (1985).
- [18] Lu P.Y., Williams L.M., Chu S.N.G. *J. Vacuum. Sci. Technol. A4*, 2137 (1986).
- [19] Hobbs A., Ueda O., Nishijima Y., Ebe H., Shinohara K., Umebu I. *J. Cryst. Growth* **126**, 605 (1993).
- [20] Al-Allak H.M., Brinkman A.W., Clifton P.A., Brown P.D. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **216**, 35 (1991).
- [21] Chew N., Cullis A.G. *Ultramicroscopy* **23**, 175 (1987).
- [22] Durose K., Russell G.J. *J. Cryst. Growth* **101**, 246 (1990).
- [23] Cohen-Solal G., Bailly F., Barde M. *J. Cryst. Growth* **138**, 68 (1994).
- [24] Ayers J.E., Ghandhi S.K., Schowalter L.J. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **209**, 661 (1991).
- [25] Booker G.R., Titchmarsh J.M., Fletcher J., Darby D.B., Hockley M., Al-Jassim M. *J. Cryst. Growth* **45**, 407 (1978).