

AKÜ FEMÜBİD 19 (2019) 011102 (54-59)

AKU J. Sci. Eng. 19 (2019) 011102 (54-59)

Doi: 10.35414/akufemubid.394717

Araştırma Makalesi / Research Article

Alternatif InGaN İnce Film Üretim Yöntemi: Termiyonik Vakum Ark

Soner ÖZEN ¹¹Yozgat Bozok Üniversitesi, Akdağmadeni Sağlık Yüksekokulu, İş Sağlığı ve Güvenliği Bölümü, 66300, Akdağmadeni/YOZGATe-posta: soner.ozen@bozok.edu.trID: <https://orcid.org/0000-0002-2351-3234>

Geliş Tarihi: 14.02.2018

; Kabul Tarihi: 20.02.2019

Öz

Anahtar kelimeler

InGaN; Termiyonik vakum ark; Yapısal özellikler; Yüzey özellikleri

Bu çalışmanın kapsamında, amorf cam alttaşlar üzerine indiyum galyum nitrat ince filmler hızlı ve düşük maliyetli olan termiyonik vakum ark yöntemi ile doğrudan üretilmiştir. İnce filmler tek bir deneyde alttaş ısıtma uygulamadan 2 farklı anot-alttaş arası mesafede biriktirilmiştir. Üretilen InGaN ince filmlerin yapısal ve yüzey özellikleri uygun analiz yöntemleri ile belirlenmiştir. X-ışını kırınım (XRD) cihazı ile XRD desenleri belirlenerek kristal boyutları Scherrer yöntemi tarafından hesaplanmıştır. Hekzagonal wurtzite kristal yapılı %50 In katkılı GaN filmlerin üretildiği belirlenmiştir. InGaN ince filmlerin yüzey özellikleri ise atomik kuvvet mikroskobu aracılığıyla tespit edilmiştir. Yüzey özellikleri belirlenirken histogram analizleri ve boyut analizleri yapılmıştır. GaN temelli cihazların üretiminde termiyonik vakum ark yönteminin alternatif üretim sistemi olduğu görülmüştür.

An Alternative InGaN Thin Film Production Method: Thermionic Vacuum Arc

Abstract

Keywords

InGaN; Thermionic vacuum arc; Structural properties; Surface properties

In the scope of this study, indium gallium nitride thin films onto amorphous glass substrates were directly produced by using thermionic vacuum arc method which rapid and low cost. These thin films were produced in a single experiment at two different anode-substrate distance without substrate heating. The structural and surface properties of the produced InGaN thin films were determined by appropriate analysis methods. The XRD patterns were determined by X-ray diffraction (XRD) device and its crystalline sizes were calculated using the Scherrer method. It was determined that 50% In-doped GaN films with hexagonal wurtzite crystal structure were produced. The surface properties of InGaN thin films were determined by atomic force microscopy. Histogram analysis and dimension analysis were performed while surface properties were determined. It has been found that the thermionic vacuum arc method is an alternative production system to the production of GaN-based devices.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

1. Giriş

Galyum nitrat (GaN) ince filmler zincblende, wurtzite ve rocksalt (NaCl) kristal yapılarında oluşabilmektedir (Achour et al. 2014, Sukserm et al. 2017, Yao and Klug 2013). GaN bileşiklerinin dış ortam koşullarında termodinamiksel olarak kararlı olduğu kristal yapısı wurtzitedir (Achour et al. 2014). GaN ve InN ince filmler amorf alttaşlar üzerine büyütüldüklerinde polikristal yapıda kristalleştikleri gözlemlenmiştir (Chen et al. 2014, Fujiwara et al.

2016, Kazazis et al. 2016). Yüksek dış basınç altında ince film biriktirme gerçekleştirildiğinde rocksalt yapıda kristallenme olduğu tespit edilmiştir (Cheng et al. 2015, Oliva et al. 2014). In katkılama ile GaN temelli ince filmler güneş pilleri için toksik etkiye sahip olmayan doğrudan geçişli ayarlanabilir geniş optik bant aralığına sahip olması, yüksek elektron mobiliteli transistör (HEMT) cihazlar için uygun ısı iletkenliğe sahip olması, çok yüksek sıcaklıklara dayanıklılığı ticari ve askeri uygulamalar için umut vaat eden bileşikler olarak ön plana çıkmaktadır

(Gundogdu et al. 2014, Mori et al. 2017, Schaake et al. 2013).

Bu çalışma ile herhangi bir ısı işlem ya da aşındırma yöntemi uygulamadan amorf alüminyum üzerine yüksek In katkılı GaN ince film üremek için alternatif üretim yöntemi sunulmaktadır. InGaN ince film biriktirme için Termiyonik Vakum Ark (TVA) yöntemi kullanılmıştır. Termiyon kavramı yüksek sıcaklıkta materyalden elektriksel yüklü parçacığın (elektron veya iyon) salınımı şeklinde tanımlanabilir (Brewer 1928, Richardson 1909). Bu yöntem yüksek erime sıcaklığına sahip materyallerin kullanılabilmesi, yüksek saflıkta, yüksek yüzey tutunmasına sahip ince filmler, düşük erime sıcaklığına sahip materyalin bile üzerine kaplama yapabileme imkânı, ayarlanabilir kaplama hızı, 1 dakikadan daha kısa sürede kaplama yapabileme gibi avantajlara sahiptir (Dinca-Balan et al. 2017, Jepu et al. 2014, Kaplan et al. 2017, Özen et al. 2016a, Özen et al. 2016b).

2. Materyal ve Metot

TVA sistemi basit olarak; yüksek enerjili elektron emisyonunun sağlandığı katot elektrot, kaplama yapılacak materyalin konulduğu anot elektrot ve bu elektrotlar sisteminin üstüne yerleştirilen numune tutucudan oluşmaktadır. TVA ile anot materyalinin yüksek vakumda plazması oluşturulması esnasında tampon gazı kullanılmadığı için oluşan deşarj, gaz karışımı içermeyen saf materyal plazması olmaktadır. TVA elektrotları arasına uygulanan yüksek voltaj ile yayınlanan elektronların anot içinde bulunan materyal üzerine hızlanması ve materyal plazmasının oluşması sağlanır.

InGaN ince film üretimi TVA tekniği ile cam alüminyum üzerine tek katman olarak biriktirilmiştir. 2 farklı numune tek bir deney ile üretilmiştir. Numune tutucuya yerleştirilen cam alüminyum ile üretilen materyalin konulduğu anot potası arası mesafe Numune 1 için 80 mm ve Numune 2 için 90 mm olarak ölçülmüştür. Katot filamentleri olarak tungsten tel kullanılmıştır. Anot materyalin konulduğu pota olarak da molibden pota tercih edilmiştir. Üretimde anot malzemeleri olarak Alfa Aesar marka %99.99 saflıkta 0,03 gr toz GaN ve 0,01 gr In malzemeler

kullanılmıştır. Toz halinde olan GaN malzeme vakumlama sırasında uçmaması için press makinesi ile sıkıştırılarak tek bir parça haline getirilmiştir. Anot ve katot elektrotları arası mesafe 4 mm olarak ayarlanmıştır. Daha sonra vakum odası kapatılarak önce mekanik pompa vasıtasıyla 10^{-3} Torr basınç değerine, difüzyon pompası ile de 10^{-5} Torr vakum değerine ulaşılmıştır. Yüksek vakum koşullarına ulaşıldığında güç kaynağı aracılığıyla katot filamentleri 18 A değeri ile ısıtılarak termiyonik elektron emisyonu sağlanmıştır. Bu termiyonik emisyon ile birlikte DC güç kaynağı vasıtasıyla 400V'luk güç uygulanarak parlak materyal plazması oluşmuştur. Plazmanın oluşması ile voltmetreden okunan voltaj değeri 0V'u, ampermetreden okunan deşarj akımı ise yaklaşık 800mA değerini göstermiştir. Anot potasında yer alan malzemeler bitene kadar deney devam etmiştir. Deney süresi 30 saniye olarak tespit edilmiştir.

3. Bulgular

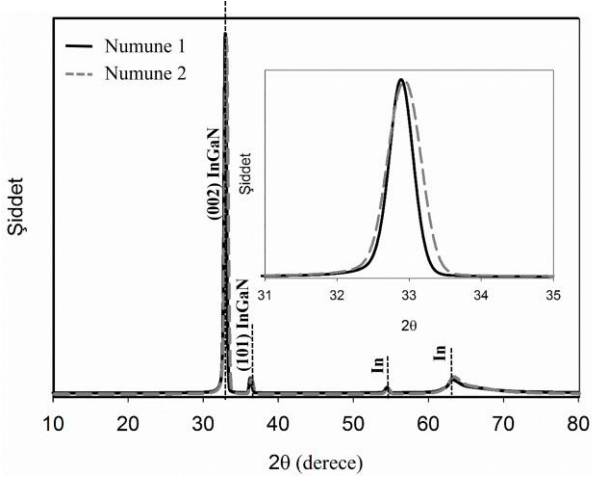
Üretilen ince filmlerin yapısal özellikleri, SmartLab gonyometreli Rigaku MiniFlex 600 X-ışını kırınım (XRD) cihazı kullanılarak elde edilen XRD desenlerinden belirlenmiştir. Numunelerin analizi, oda sıcaklığında, $10^{\circ} \leq 2\theta \leq 80^{\circ}$ tarama aralığında, dakikada 3 derece tarama hızında, $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ dalga boyuna sahip $\text{CuK}\alpha$ ışını kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen X-ışını kırınım desenleri Şekil 1 de Numune 1 ve Numune 2 için verilmiştir. Numune 1 için XRD deseni $32,92^{\circ}$, $36,25^{\circ}$, $54,50^{\circ}$, $63,14^{\circ}$ 2θ değerlerinde, Numune 2 için XRD deseni $32,93^{\circ}$, $36,27^{\circ}$, $54,52^{\circ}$, $63,15^{\circ}$ 2θ değerlerinde kırınım pikleri göstermiştir. Şekil 1 üzerinde (002) yönelimli ve (101) yönelimli %50 indiyum oranına sahip hekzagonal GaN yapısına ve In kristallerinin piklerine ait oldukları gösterilmiştir (Park et al. 2015, Shen et al. 2012, Yi et al. 2015). XRD kırınım desenlerinin radyan cinsinden pik genişliklerinden (β), üretilen ince filmlerin kristal büyüklükleri (K.B.),

$$K.B. = \frac{0,94 \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \quad (1)$$

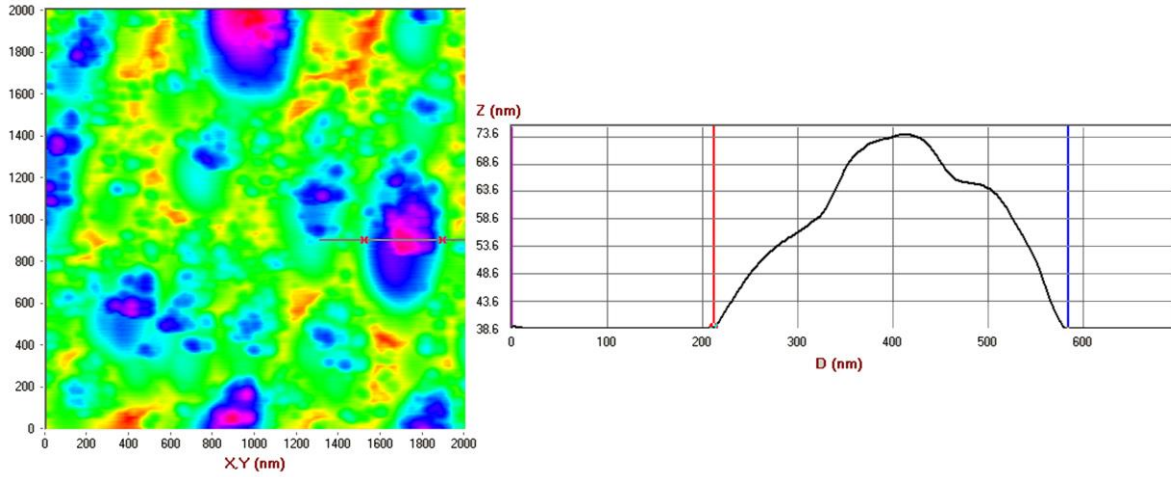
ile verilen Scherrer eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır (Jabri et al. 2016, Naz et al. 2017).

Numune 1 için (002) yönelimli InGaN kristalinin hesaplanan kristal boyutu 22,2 nm ve (101) yönelimli InGaN kristalinin hesaplanan kristal boyutu 21,3 nm'dir. Numune 2 için (002) yönelimli InGaN kristalinin hesaplanan kristal boyutu 16,1 nm ve (101) yönelimli InGaN kristalinin hesaplanan kristal boyutu 16,7 nm'dir. Hesaplanan değerler analiz hataları içerme olasılığından dolayı; Numune 1 için yaklaşık 20 nm ve Numune 2 için yaklaşık 15nm kristal boyutlarına sahiptir diyebiliriz.

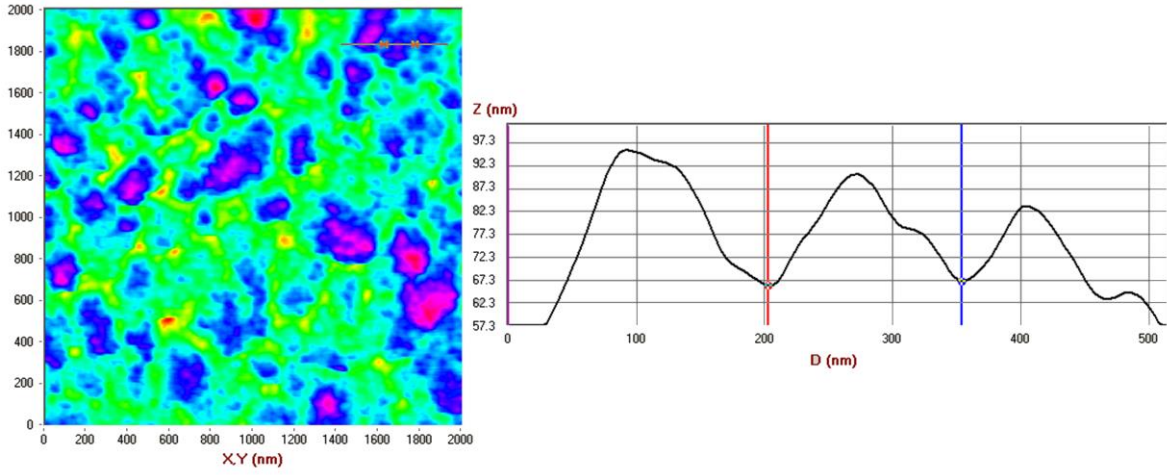
Ambios Q-Scope atomik kuvvet mikroskop cihazı (AFM) kullanılarak TVA yöntemi ile cam alttaşlar üzerine biriktirilen ince filmlerin yüzey analizleri yapılmıştır. Üretilen InGaN ince filmlerin 2000 nm x 2000 nm tarama alanında 2 boyutlu AFM görüntüleri ve boyut analizleri Şekil 2 ve Şekil 3 te verilmiştir. Numune 1'in yüzeyinde yapıların yer yer daha fazla biriktiği ve daha geniş yapıların olduğu gözlemlenmiştir. Numune 2 de birikmelerin daha homojen olduğu görülmüştür. Numunelerin boyut analizi yapıldığında; Numune 1 için film yüzeyinde 20 nm kristal boyutların birikmesiyle oluşan büyük yapıların genişliklerinin yaklaşık 300-400 nm aralığında ve Numune 2 için film yüzeyinde 15 nm kristal boyutların birikmesiyle oluşan yapıların genişliklerinin 100-200 nm aralığında oldukları tespit edilmiştir.



Şekil 1. InGaN ince filmlerin XRD kırınım desenleri

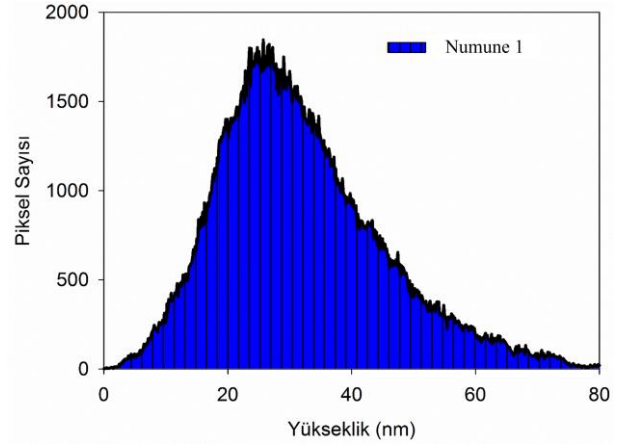


Şekil 2. Numune 1'in 2 boyutlu renklendirilmiş AFM görüntüsü ve boyut analizi

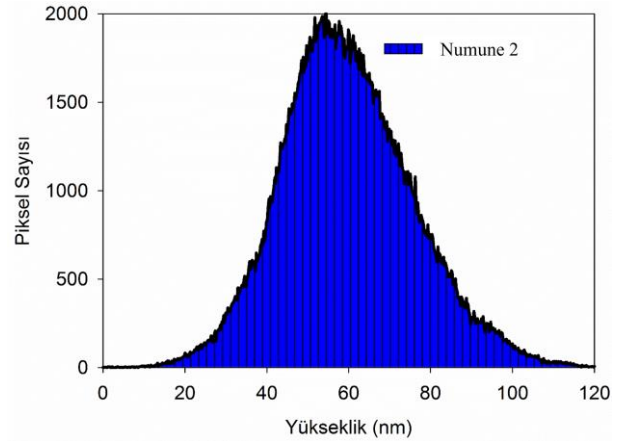


Şekil 3. Numune 2 'nin 2 boyutlu renklendirilmiş AFM görüntüsü ve boyut analizi

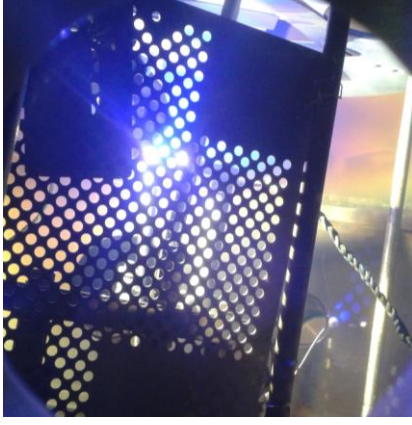
Şekil 4 ve Şekil 5 de üretilen InGaN ince filmlerin yüzey morfolojisinin AFM yükseklik dağılım grafikleri verilmiştir. Yükseklik dağılım grafiklerinden üretilen ince filmlerin yüzey özellikleri belirlenmiştir. Numune 1 için; ortalama yüksekliği 32 nm, ortalama yüzey pürüzlülüğü 10 nm, simetrisinin ölçüsü olan skewness değeri 0,7; basıklığın ölçüsü olan kurtosis değeri 0,4; pik yüksekliği 51 nm ve çukur derinliği 32 nm olarak tespit edilmiştir. Numune 2 için; ortalama yüksekliği 58 nm, ortalama yüzey pürüzlülüğü 8 nm, simetrisinin ölçüsü olan skewness değeri 0,2; basıklığın ölçüsü olan kurtosis değeri 0,1; pik yüksekliği 60 nm ve çukur derinliği 58 nm olarak tespit edilmiştir. Yükseklik dağılım sonuçlarında skewness değeri 0 (sıfır)'a yaklaştıkça simetrik dağılım gösterirken, kurtosis değeri 0 (sıfır)'a yaklaştıkça Gauss tipi dağılım göstermektedir. Bu doğrultuda, Numune 2 Numune 1'e göre daha yüksek piklere sahip ve daha simetrik dağılıma sahip olduğu belirlenmiştir.



Şekil 4. Numune 1'in AFM yükseklik dağılım grafiği



Şekil 5. Numune 2'nin AFM yükseklik dağılım grafiği



Şekil 6. InGaN materyalin TVA plazma fotoğrafı

Anot potasında yer alan InGaN materyalinin oluşan plazmasının bir fotoğrafı Şekil 6 da verilmiştir. Bir materyalin plazması üretildiğinde kendine has bir plazma rengi oluşur. Bu oluşan plazma renkleri her materyalde farklılık gösterir. InGaN materyalinin plazma renk kodu kırmızı-yeşil-mavi (RGB) üç ana renk analizi ile belirlenmiştir ve (125,175,252) dir. InGaN materyalinin renk kodundan plazma renginin çok açık cam göbeği mavisi olduğu belirlenmiştir. Bu renge karşılık gelen ışığın dalgaboyu değeri 495 nm civarındadır.

4. Tartışma ve Sonuç

GaN temelli ince film üretim yöntemlerine hızlı ve pratik özelliği ile alternatif olan TVA yöntemi ile amorf camlar üzerine In katkılı GaN ince filmler başarılı şekilde üretilmiştir. Üretilen ince filmlerin yapısal ve yüzey özellikleri 2 farklı anot-altaş arası mesafe parametresine göre incelenmiştir. Cam üzerine In katkılı GaN ince filmlerin yapısal özellikleri X-ışını kırınım cihazı ile belirlenmiştir. Elde edilen XRD desenleri 2 farklı üretimde çok ufak pik genişliği farkı ile birbiri ile çakışık şekilde oluşmuştur. Anot-altaş arası mesafe 80 mm den 90 mm ye artması ile kristal boyutları 20 nm den 15 nm ye düşmüştür. Atomik kuvvet mikroskobu aracılığıyla üretilen ince filmlerin yüzey özellikleri belirlenmiştir. Anot-altaş arası mesafe 80 mm olan numunede kristal birikmelerin yatay olarak daha geniş alana yayılarak büyüdüğü, anot-altaş arası mesafe 90 mm olan numunede kristal birikmelerin dikey olarak üst üste ve daha homojen olarak büyüdüğü tespit edilmiştir. In katkılı GaN ince filmlerin üretiminde deney süresi 30 saniye gibi kısa bir süre olup, 0,04 gram gibi çok

az miktarda materyal kullanılmıştır. Bu sonuçlara göre; kısa işlem zamanı ve düşük malzeme gereksinimi ile GaN temelli cihazların üretiminde düşük maliyetli TVA yönteminin cazip büyütme tekniği olarak öne çıkmaktadır.

5. Kaynaklar

- Achour, H., Louhibi-Fasla, S. and Mana, F., 2014. Theoretical investigation of GaN. *Physics Procedia*, **55**, 17-23.
- Brewer, A. K., 1928. The Electrostatics of Surface Catalysis. *The Journal of Physical Chemistry*, **32(7)**, 1006-1017.
- Chen, L., Detchprohm, T., Wetzel, C., Wang, G.-C. and Lu, T.-M., 2014. Photoluminescence of GaInN/GaN multiple quantum well heterostructures on amorphous surface through biaxial metal buffer layers. *Nano Energy*, **5**, 1-8.
- Cheng, Y.-W., Wu, H.-Y., Lin, Y.-Z., Lee, C.-C. and Lin, C.-F., 2015. Post-annealing effects on pulsed laser deposition-grown GaN thin films. *Thin Solid Films*, **577**, 17-25.
- Dinca-Balan, V., Vladoiu, R., Mandes, A. and Prodan, G., 2017. Correlation study of nanocrystalline carbon doped thin films prepared by a thermionic vacuum arc deposition technique. *Journal of Physics D: Applied Physics*, **50(43)**, 435305.
- Fujiwara, A., Ishizaki, S., Nakane, S., Murakami, Y. and Sato, Y., 2016. Variations in photoluminescence properties of GaN-based thin films directly grown on an amorphous quartz glass substrate. *Compound Semiconductor Week (CSW)[Includes 28th International Conference on Indium Phosphide & Related Materials (IPRM) & 43rd International Symposium on Compound Semiconductors (ISCS)*, 1-2, 2016.
- Gundogdu, T., Gökkavas, M. and Ozbay, E., 2014. Improving the efficiency enhancement of photonic crystal based InGa solar cell by using a GaN cap layer. *Advances in Materials Science and Engineering*, **2014**.
- Jabri, S., Amiri, G., Sallet, V., Souissi, A., Meftah, A., Galtier, P. and Oueslati, M., 2016. Study of the optical

- properties and structure of ZnSe/ZnO thin films grown by MOCVD with varying thicknesses. *Physica B: Condensed Matter*, **489**, 93-98.
- Jepu, I., Porosnicu, C., Lungu, C., Mustata, I., Luculescu, C., Kuncser, V. and Ciupina, V., 2014. Combinatorial Fe-Co thin film magnetic structures obtained by thermionic vacuum arc method. *Surface and Coatings Technology*, **240**, 344-352.
- Kaplan, H., Sarsıcı, S., Akay, S. and Ahmetoglu, M., 2017. The characteristics of ZnS/Si heterojunction diode fabricated by thermionic vacuum arc. *Journal of Alloys and Compounds*, **724**, 543-548.
- Kazazis, S., Papadomanolaki, E., Androulidaki, M., Tsagaraki, K., Kostopoulos, A., Aperathitis, E. and Iliopoulos, E., 2016. Effect of rapid thermal annealing on polycrystalline InGaN thin films deposited on fused silica substrates. *Thin Solid Films*, **611**, 46-51.
- Mori, T., Egawa, T. and Miyoshi, M., 2017. Growth of rough-surface p-GaN layers on InGaN/GaN multiple-quantum-well structures by metalorganic chemical vapor deposition and their application to GaN-based solar cells. *Materials Research Express*, **4(8)**, 085904.
- Naz, S., Nawaz, H., Arshad, U., Ansari, F. and Shahzadi, R., 2017. Biogenic Synthesis of Silver Nanoparticles and Valuation of their Antimicrobial Activity against Dengue Larvae. *J Plant Pathol Microbiol*, **8(418)**, 2.
- Oliva, R., Segura, A., Ibáñez, J., Yamaguchi, T., Nanishi, Y. and Artús, L., 2014. Pressure dependence of the refractive index in wurtzite and rocksalt indium nitride. *Applied Physics Letters*, **105(23)**, 232111.
- Özen, S., Şenay, V., Pat, S. and Korkmaz, Ş., 2016a. Morphological and optical comparison of the Si doped GaN thin film deposited onto the transparent substrates. *Materials Research Express*, **3(4)**, 045012.
- Özen, S., Şenay, V., Pat, S. and Korkmaz, Ş., 2016b. Optical, morphological properties and surface energy of the transparent Li₄Ti₅O₁₂ (LTO) thin film as anode material for secondary type batteries. *Journal of Physics D: Applied Physics*, **49(10)**, 105303.
- Park, J.-Y., Song, K. M., Min, Y.-S., Choi, C.-J., Kim, Y. S. and Lee, S.-N., 2015. Nanostructures of Indium Gallium Nitride Crystals Grown on Carbon Nanotubes. *Scientific reports*, **5**.
- Richardson, O., 1909. LXXVII. Thermionics. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, **17(102)**, 813-833.
- Schaake, C. A., Brown, D. F., Swenson, B. L., Keller, S., Speck, J. S. and Mishra, U. K., 2013. A donor-like trap at the InGaN/GaN interface with net negative polarization and its possible consequence on internal quantum efficiency. *Semiconductor Science and Technology*, **28(10)**, 105021.
- Shen, K.-C., Wang, T.-Y., Wu, D.-S. and Horng, R.-H., 2012. High indium content InGaN films grown by pulsed laser deposition using a dual-compositing target. *Optics express*, **20(14)**, 15149-15156.
- Sukserm, A., Pinsook, U. and Pluengphon, P., 2017. Structural phase transitions of Ga (Mn) N under high pressure. *Journal of Physics: Conference Series, IOP Publishing*, **012030**.
- Yao, Y. and Klug, D. D., 2013. B 4- B 1 phase transition of GaN under isotropic and uniaxial compression. *Physical Review B*, **88(1)**, 014113.
- Yi, Z., Jin-Cheng, Z., Jun-Shuai, X., Xiao-Wei, Z., Sheng-Rui, X. and Yue, H., 2015. Influence of compressive strain on the incorporation of indium in InGaN and InAlN ternary alloys. *Chinese Physics B*, **24(1)**, 017302.