



**T. C.
SİVAS CUMHURİYET ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MORÖTESİ BÖLGEDE IŞIK YAYAN DİYOT YAPILARININ (UV-LED)
BÜYÜTÜLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

DOKTORA TEZİ

**Barış BULUT
(201592032116)**

Fizik Ana Bilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Sezai ELAGÖZ

**SİVAS
AĞUSTOS 2022**

Barış BULUT'un hazırladığı ve “**MORÖTESİ BÖLGEDE IŞIK YAYAN DİYOT YAPILARININ (UV-LED) BÜYÜTÜLMESİ VE KARAKTERİZASYONU** ” adlı bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından **FİZİK ANA BİLİM DALI**'nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı	Prof. Dr. Sezai ELAGÖZ Aselsan MGEO
Jüri Üyesi	Prof. Dr. Ebru ŞENADIM TÜZEMEN Sivas Cumhuriyet Üniversitesi
Jüri Üyesi	Prof. Dr. Emre GÜR Atatürk Üniversitesi
Jüri Üyesi	Prof. Dr. Esin KASAPOĞLU Sivas Cumhuriyet Üniversitesi
Jüri Üyesi	Doç. Dr. Sabit HOROZ Sivas Bilim Ve Teknoloji Üniversitesi

Bu tez, Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından **DOKTORA TEZİ** olarak onaylanmıştır.

Prof. Dr. Nevcihan GÜRSOY
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRÜ

Bu tez, Cumhuriyet Üniversitesi Senatosu'nun 20.08.2014 tarihli ve 7 sayılı kararı ile kabul edilen Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Tez Yazım Kılavuzu (Yönerge)'nda belirtilen kurallara uygun olarak hazırlanmıştır.



Bütün hakları saklıdır.

Kaynak göstermek koşuluyla alıntı ve gönderme yapılabilir.

© Barış BULUT, 2022

Tüm çalışmalarım ve eğitimim boyunca bana karşı destek ve anlayış gösteren aileme ve
tüm arkadaşlarıma...



ETİK

Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tez Yazım Kılavuzu (Yönerge)'nda belirtilen kurallara uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- ✓ Bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- ✓ Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- ✓ Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere, bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu ve atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- ✓ Bütün bilgilerin doğru ve tam olduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- ✓ Tezin herhangi bir bölümünü, Cumhuriyet Üniversitesi veya bir başka üniversitede, bir başka tez çalışması olarak sunmadığımı; beyan ederim.

18.08.2022

Barış BULUT

KATKI BELİRTME VE TEŞEKKÜR

Yarıiletken tabanlı UV-LED yapıları üzerine doktora tezi yapma şansı verdiği ve eğitim hayatım boyunca rehberliği, teşviği ve meslek hayatıma katkıları için tez danışman hocam Prof. Dr. Sezai Elagöz' e en içten teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım. Meslek hayatıma katkısı gözden kaçamaz.

Tüm yüksek lisans, doktora sürecini birlikte geçirdiğim ve aynı zamanda iş arkadaşım olan Dr. Aliye Alev Kızılbulut' a çalışmalarımın her aşamasında yanımda olduğu ve desteklerini esirgemediği için teşekkür ederim.

Dr. Behçet Özgür Alaydın'a bilimsel tartışmalara sürekli olarak açık olduğu ve çalışmalarım sırasında simülasyon desteği verdiği için kendisine teşekkür ederim.

Bu tezi yazmama zemin hazırlayan ve meslek hayatımda uzmanlaşmama yardımcı olan Nanofotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi çalışanları; Dr. Öğr. Üyesi İsmail Altuntaş, Dr. Öğr. Üyesi Didem Altun, Arş. Gör. Ozan Öztürk, Prof. Dr. Ebru Şenadım Tüzemen, Prof. Dr. Pınar Başer, Arş. Gör. Deniz Kartal ve Fikret Akkuş'a teşekkür ederim. Ayrıca, tez konusunda bana ilham veren Doç. Dr. İlkay Demir'e destekleri için kendisine teşekkür ederim.

Tez süresince desteklerini esirgemeyen ERMAKSAN optoelektronik Ar&Ge Merkezi çalışanları; Fotolitografi uzmanı Alper Yanılmaz, Plazma sistemleri uzmanı Evren Kınık, Metal kaplama sistemleri uzmanı Koray Keser, Karakterizasyon sistemleri uzmanı Hasan Mert Bayramlı'ya teşekkür ederim. Bu çalışmanın devamında, bu ekip ile ülkemize katma değer kazandıracak ticari UV-LED'lerin yapılması dileğiyle...

Ayrıca tezimin her aşamasını destekleyen, çalışmalarım boyunca tüm alt yapı ve maddi imkânlarından yararlandığım ERMAKSAN A.Ş.' ye desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

Son olarak, maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen anneme, babama ve kardeşime ayrı ayrı en içten duygularıyla teşekkür ederim.

ÖZET

MORÖTESİ BÖLGEDE IŞIK YAYAN DİYOT YAPILARININ (UV-LED) BÜYÜTÜLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Barış BULUT

Doktora Tezi

Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Sezai ELAGÖZ

2021, 154+xix sayfa

Morötesi bölgede ışık yayan diyotlar, su arıtma, biyolojik analiz, algılama, yüksek optik depolama, beyaz ışık aydınlatma, UV kütleme/kaplama, sterilizasyon gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Morötesi bölgede çalışan yarıiletken tabanlı LED'lerin emisyonları UVA (400–320 nm), UVB (320–280 nm) ve UVC (280–210 nm) spektral aralığında çeşitli kullanım amaçlarına göre ayarlanabilir. Morötesi bölgede ışık yayan diyot (UV-LED) yapısı, temel olarak ışığın çıktığı aktif bölgeyi oluşturan çoklu kuantum kuyu (MQW), bu bölgeye elektron ve deşik enjeksiyonunu sağlayan n-tipi ve p-tipi yarıiletken malzemelerinin epitaksiyel olarak büyütülmesiyle oluşur. Ayrıca, III-Nitrür malzemelerinin külçe yapıda elde edilememesinden dolayı büyütme farklı bir elementel/moleküler alttaş üzerine AlN, GaN veya $Al_xGa_{1-x}N$ tampon tabaklar büyütülerek gerçekleştirilir.

Bu tezde, MOCVD (Metal Organik Kimyasal Buhar Biriktirme) sistemi ile c-düzlemine sahip Al_2O_3 alttaş üzerine büyütülen UV-LED yapısını oluşturan her bir tabakanın büyütme sorunları ve bu sorunların çözümleri araştırılmıştır. Safir alttaş üzerine büyütülen UV-LED tabakalarının arasında tampon görevi gören kalın AlGaIn tabakasının çatlaksız ve yüksek kristal kalitede büyütülmesi için sunulan çözüm önerileri, bu tezin özgünlüğünü ortaya çıkarmıştır.

Anahtar kelimeler: UV-LED, AlN, AlGaIn, MOCVD, Heteroepitaksi

ABSTRACT

GROWTH AND CHARACTERIZATION OF ULTRAVIOLET LIGHT EMITTING DIODE (UV-LED)

Bariş BULUT

PhD Thesis

Department of Physics

Supervisor: Prof. Dr. Sezai ELAGÖZ

2022, 154+xix pages

Light emitting diodes, operating in the ultraviolet region, are used in many fields such as water treatment, biological analysis, sensing, high optical storage, white light illumination, UV curing/coating, sterilization. Emission of LEDs which is operating in the ultraviolet region can be adjusted for various purposes in the UVA (400–320 nm), UVB (320–280 nm) and UVC (280–210 nm) spectral ranges. The light-emitting diode (UV-LED) structure in the ultraviolet region is obtained by epitaxial growth of semiconductor materials. The UV-LED structure consists of multiple quantum wells that form the active region from which the light comes out, n-type and p-type semiconductor materials that provide electron and hole injection. In addition to, Due to the fact that III-Nitride materials cannot be grown homomorphically, growth is achieved by growing AlN, GaN or Al_xGa_{1-x}N buffer layers on a different elemental/molecular substrate.

In this thesis, the growth problems of each region forming the UV-LED structure grown on a c-plane Al₂O₃ substrate with the MOCVD (Metal Organic Chemical Vapor Deposition) system and the solutions to these problems were investigated. The solutions presented for the crack-free and high crystal quality growth of the thick AlGaIn layer, which acts as a buffer between the UV-LED layers grown on the sapphire substrate, revealed the originality of this thesis.

Key Words: UV-LED, AlN, AlGaIn, MOCVD, Heteroepitaxy

İÇİNDEKİLER

ETİK	vi
KATKI BELİRTME VE TEŞEKKÜR.....	vii
ÖZET	viii
ABSTRACT.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
TABLolar DİZİNİ.....	xvii
SİMGELER DİZİNİ.....	xviii
KISATMALAR DİZİNİ.....	xix
1 GİRİŞ.....	1
2 DENEYSEL METOD VE KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ.....	8
2.1 Metalorganik Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi (MOCVD) ile Nitrit Tabanlı Materyallerin Büyütülmesi	8
2.1.1 Temel Prensibi	8
2.1.2 Büyütme Mekanizması	12
2.1.3 Close-coupled Showerhead (CCS) Reaktör.....	17
2.1.4 Yansıma Ölçümleri	19
2.1.5 Sıcaklık Ölçümü	22
2.1.6 Kavis (Curvature) Ölçümleri	25
2.2 Yüksek Çözünürlüklü X-Işını Kırımı (HR-XRD).....	28
2.2.1 Tarama Tipleri	31
2.2.2 Arayüzey Saçılmaları ve X-ışını Reflektivite (XRR).....	33
2.2.3 Kusur Yoğunluklarının Belirlenmesi.....	35
2.2.4 Diğer Karakterizasyon Yöntemleri	36
3 MORÖTESİ BÖLGEDE IŞIK YAYAN (UV-LED) YAPILARININ BÜYÜTÜLMESİ VE KARAKTERİZASYONU	38
3.1 $Al_xGa_{1-x}N$ Tampon Tabakasının Büyütülmesi	38
3.1.1 AlN Çekirdeklenme Tabaka Kalınlığının Bulk AlN Yapısı Üzerine Etkisi.....	40
3.1.2 GaN Çekirdeklenme Tabakası Kalınlığının Bulk-GaN Tabakasına Etkisi.....	54
3.1.3 $Al_xGa_{1-x}N$ büyütmesinde Tampon tabakaların kıyaslanması.....	64
3.1.4 Safir Alttaşı Üzerine AlGaIn/AlN Heteroyapısının Büyütülmesi.....	75
3.2 AlN-NL üzerine AlGaIn Büyütme Çalışmaları.....	93
3.3 NL-AlN üzerine Kalın AlGaIn Yapılarının Büyütülmesi	105

3.3.1	DeneySEL Sonular ve Tartışmalar	105
3.4	Si Katkılı AlGaN Yapılarının Büyütölmesi Ve Karakterizasyonu	115
3.4.1	DeneySEL Sonular ve Tartışmalar	117
3.5	Al(In)GaN/GaN oklu Kuantum Kuyu Büyütölmesi ve Karakterizasyonu..	121
3.5.1	DeneySEL Metod ve Karakterizasyon Sonuları	124
3.6	Mg Katkılı AlGaN Yapılarının Büyütölmesi ve Karakterizasyonu	132
4	SONU	141
5	KAYNAKA	144



ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1-1 Çeşitli dalgalarda UV-LED'lerin uygulama alanları ve günümüze kadar yapılan, çeşitli ışık çıkış gücünde ve dalgalarda UV-LED'ler (Kai Ding, 2017).....	2
Şekil 1-2 UV-LED yapısının şematik gösterimi ve yapıda oluşan sorunlar.....	5
Şekil 2-1 MOCVD sisteminin şematik diyagramı	9
Şekil 2-2 Gaz konsantrasyonu izleme sistemi (Epison).....	11
Şekil 2-3 MOCVD ile GaN büyütmesinde gerçekleşen büyütme mekanizması	13
Şekil 2-4 Ga(CH ₃) ₃ / NH ₃ gaz faz reaksiyonları için iki farklı reaksiyon yolu	16
Şekil 2-5 Close-coupled showerhead reaktör kesiti.....	17
Şekil 2-6 Showerhead'in ara kesiti ve üzerinde bulunan tüpler	18
Şekil 2-7 Safir alttaş üzerine GaN tabakasının büyütülmesi esnasında n ₁ ve n ₂ farklı indislerine sahip olması nedeniyle oluşan yansımanın Fabry-Pérot osilasyonu	19
Şekil 2-8 GaN tabakasında üç farklı yüzey morfolojisinde yansıma sinyalinin değişimi	20
Şekil 2-9 Yüzey morfolojisine bağlı olarak değişen yansıma eğrisinin A: Çekirdeklenme tabakası, B: Yeniden kristallenme, C: 3D ada büyütme, D: Yeniden birleşme 3D-2D, E: Tabaka tabaka büyütme.....	21
Şekil 2-10 800 K, 1000 K ve 1400 K'de siyah cisim ışımasının spektrumu (a) şiddetin tüm spektrumu, (b) 300-1000 nm aralığında logaritmik skalada şiddetin spektrumu.....	23
Şekil 2-11 Safir alttaş üzerine büyütülen GaN tabakasının zamana karşı reaktör sıcaklığı, yüzey sıcaklığı ve emisivite değeri doğrulanmış yüzey sıcaklığı eğrisi, (b) grafit susceptor'ün yüzey sıcaklığının ölçülmesi. Burada E ₀ susceptor yüzeyinin radyasyonu, E _R radyasyon kaybı, E _T fotodedektörün algılandığı radyasyondur.	24
Şekil 2-12 Argus'dan alınan 2-boyutlu sıcaklık haritası.....	25
Şekil 2-13 Büyütme anında numune kavisi ölçümünün optik düzeneği	26
Şekil 2-14 LED büyütme sürecinde kavis (curvature) ölçümü	28
Şekil 2-15 X-ışınım saçılmasının şematik gösterimi. Burada d kristal düzlemleri arasındaki mesafe, θ gelen x-ışını ile yüzey arasındaki açıyı temsil etmektedir.....	29
Şekil 2-16 Ewald küre yapısı ters uzay geometrisi.....	30
Şekil 2-17 (a) Yeniden kristallenme sürecine geçmemiş GaN tampon tabakası (b) safir alttaş üzerine büyütülen 40 nm kalınlığında AlN çekirdeklenme tabakası ve (d) bu tabaka üzerine büyütülen 180 nm kalınlığına sahip AlGaIn tabakası. Bu eğride görüldüğü üzere kalın AlGaIn katmanından gelen saçaklar, taramada sıklığı armakatadır. Ayrıca, AlN katmanından gelen saçaklar, yalnızca x-ışınının daha fazla nüfuz ettiği, daha yüksek açılarda görülür.	34
Şekil 3-1 (0 0 0 1) Al ile sonlanmış bir safir yüzeyine ilk gelen elementlerin türlerine göre a) N, b) Al durumuna göre AlN yapısının atomik dizilimleri.....	42

Şekil 3-2	a) reaksiyon sıcaklığının tersine bağlı olarak büyütme oranının değişimi b) NL-AlN büyütme sıcaklığına bağlı olarak yansıma değişimi c) farklı NL-AlN büyütme sıcaklığında büyütülen AlN tabakaların yansıma eğrileri	43
Şekil 3-3	a) (002) düzlemine ait omega taraması sonuçları, b)(103) düzlemine ait omega taraması sonuçları, c) NL-AlN tabakasının büyütme sıcaklığına bağlı olarak (002), (103), (110)-Omega FWHM değişimi, d) Büyütme sıcaklığına bağlı olarak FWHM değişim tablosu	45
Şekil 3-4	Farklı NL-AlN büyütme sıcaklığında büyütülen yaklaşık 230 nm kalınlıklı AlN tabakasının reflektivite ölçüm sonuçları ve ölçüm sonucuna yapılan fitler	46
Şekil 3-5	Yapılan RSM taraması sonucunda w ve Q açılarının açısal birime dönüşümü ve örgü sabitlerinin belirlenmesi	47
Şekil 3-6	NL-AlN büyütme sıcaklığına bağlı olarak a-yöneliminde (in-plane) ϵ_a ve c-yöneliminde (out of plane) ϵ_c stress değerleri	48
Şekil 3-7	qx, qz koordinatlarında yansıtılan ters uzay haritalamasında elde edilen eliptik şeklinin şematik temsili ve bu eliptik şekilden twist açısının belirlenmesi....	49
Şekil 3-8	Farklı sıcaklıklarda 877 °C, 847 °C, 817 °C, 787 °C büyütülen NL-AlN tabakası üzerine büyütülen AlN tabakasının (114) düzlemine ait ters uzay haritalaması	50
Şekil 3-9	χ açısına karşı ω - ve ϕ - taramalarından elde edilen FWHM değerlerinin değişimi ve bu değişimlere çizilen uygun eğriler sonucunda twist açısının belirlenmesi, belirlenen tilt ve twist değerleri kullanılarak kusur yoğunluğunun hesaplanması	52
Şekil 3-10	Farklı NL-AlN büyütme sıcaklığına sahip AlN tabakalarının χ açısına karşı ω - ve ϕ - taramalarından elde edilen FWHM değerlerinin değişimi ve bu değişimlere yapılan fitler.....	52
Şekil 3-11	NL-AlN büyütme sıcaklığına karşı kenar ve vida tipi kusur yoğunluğunun değişimi	53
Şekil 3-12	NL-AlN tabakalarının büyütme esnasında susceptor üzerindeki pozisyonu	55
Şekil 3-13	Farklı kalınlıklarda büyütülen düşük sıcaklıklı GaN tabakasının 406 nm dalgaboyu ile alınan büyütme anındaki yansıma eğrileri.....	55
Şekil 3-14	Farklı sürelerde a) 455 s, b) 310 s, c) 390 s d) 350 s f) 425 s büyütülen düşük sıcaklıklı GaN tabakasının f)'deki pozisyonlara göre reflektivite ölçümü ve ölçüm sonucuna yapılan fit	56
Şekil 3-15	LT-GaN tabakasının kalınlığının, 950 nm dalgaboylu lazer ile ölçülen yansıma artış değeri ve büyütme süresi ile değişimi.....	58
Şekil 3-16	Farklı sıcaklıklarda büyütülen düşük sıcaklıklı (LT) GaN tabakasının üzerinde yüksek sıcaklıklı (HT) GaN tabakasının 950 nm dalgaboyu ile alınan yansıma eğrileri	60
Şekil 3-17	Farklı LT-GaN büyütme süresine sahip numuneler için yapılan simetrik (002) omega ve asimetrik (102) ω taramaları.....	60
Şekil 3-18	a) Farklı NL-GaN kalınlıklarına sahip GaN numunelerinin 266 nm dalgaboylu lazer ile alınan fotoluminesans ölçüm sonuçları b) NL-GaN kalınlığına bağlı olarak GaN kenar piki ve kusur pik şiddet oranı değişimi..	61
Şekil 3-19	NL-GaN kalınlığına karşı ortalama yüzey direncinin değişim eğrisi	62
Şekil 3-20	Farklı sürelerde büyütülen a) 455 sn, b) 310 sn LT-GaN tabakası üzerine büyütülen HT-GaN tabakalarına ait yüzey görüntüleri.....	63

Şekil 3-21	Yerinde izleme (in-situ) eğrilerinin analiz grafiklerinde kırmızı eğri NL-AlN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakası mavi eğri HT-GaN/LT-GaN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasını temsil etmektedir.	64
Şekil 3-22	Gerçek zamanlı (in-situ) NL-AlN ve HT-GaN/LT-GaN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının a) 406 nm dalgaboyunda yansıma, b) alttaş-kavis (curvature) eğrileri.....	67
Şekil 3-23	a)HT-GaN/LT-GaN, b) NL-AlN üzerine büyütülen AlGaIn tabakalarına ait yerinde 406 nm dalgaboylu lazer kullanılarak ölçülen yansıma eğrisi (mavi) ve fit (kırmızı) sonuçları.....	68
Şekil 3-24	Mavi eğri HT-GaN/LT-GaN, kırmızı eğri NL-AlN üzerine büyütülen AlGaIn tabakalarına ait HR-XRD ölçüm sonuçları	69
Şekil 3-25	a) $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ /HT-GaN/LT-GaN (114) düzlemine ait, b) $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ /L-AlN (103) düzlemine ait RSM tarama sonuçları.....	70
Şekil 3-26	a)NL-AlN, b) HT-GaN/LT-GaN farklı Tampon tabaka üzerine büyütülen AlGaIn tabakasına ait yüzey görüntüleri	72
Şekil 3-27	Mavi eğri HT-GaN/LT-GaN, kırmızı eğri NL-AlN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ örneklerinin PL sonuçları.....	74
Şekil 3-28	Aynı koşullarda büyütülen AlGaIn/NL-AlN tabakasının yansıma eğrilerinin karşılaştırılması	76
Şekil 3-29	Art arda büyütülen AlGaIn/NL-AlN heteroyapsısının a) 2-theta/omega taramaları, b) simetrik düzlemin salantı eğrileri, c)asimetrik düzlemin sallantı eğrileri	77
Şekil 3-30	Tekrarlanan büyütme sonunda simetrik (kırmızı eğri), asimetrik (mavi eğri) FWHM değişimi	78
Şekil 3-31	Art arda büyütülen AlGaIn/AlN heteroyapısına ait kırmızı eğri XRD-reflektivite ölçümü mavi eğri simülasyon sonuçları	79
Şekil 3-32	Referans örneği için uygulanan büyütme şartlarının şematik gösterimi ve bu büyütmeğe ait 405 nm yansıma ve sıcaklık eğrileri	82
Şekil 3-33	Referans örneğinin simetrik 2theta/omega tarama sonuçları.....	83
Şekil 3-34	Başlangıç N atomlarının süperpozisyonuna göre yapının Al-polar veya N-polar olmasının şematik gösterimi	84
Şekil 3-35	a) 2 s, b) 5 s, c) 7 s, d) 10 s nitridasyon sürelerinde büyütülen AlN tabakasının (002) düzlemine ait omega tarama sonuçları, e) Bu taramaların FWHM sonuçları.....	85
Şekil 3-36	Nitridasyon çalışmasına ait reflektivite sonuçları.....	86
Şekil 3-37	a) GAP pozisyonu 11 mm, b) GAP pozisyonu 20 mm olan numunelerin (002) düzlemine ait sallantı eğri sonuçları	88
Şekil 3-38	11 mm ve 20 mm GAP pozisyonuna ait kırmızı eğri ölçüm sonucu mavi eğri similasyon sonucunu göstermektedir	88
Şekil 3-39	a) 960 °C, b) 1060 °C, c)1160 °C farklı kusturma sıcaklıklarında büyütülen AlN çekirdek tabakalarının (002) düzlemine ait sallantı eğri taramaları, d) bu tarama sonuçlarından belirlenen kusturma sıcaklığına karşı FWHM değişimi	89
Şekil 3-40	Kusturma sıcaklığı çalışmasına ait reflektivite sonuçları	90
Şekil 3-41	a) 6 dk, b) 15 dk, c)30 dk kusturma sürelerine ait (002) sallantı eğri ölçüm sonuçları, d) sonuçlara yapılan fit ile belirlenen FWHM değerinin kusturma süresi ile değişimi.....	92

Şekil 3-42 Kusturma süresine çalışmasına ait reflektivite ölçüm ve simülasyon sonuçları	92
Şekil 3-43 Farklı kristal kalitesine sahip çekirdeklenme tabakalarının üzerine büyütülen AlGaIn tabakalarının 2-theta/omega ölçüm sonuçları	94
Şekil 3-44 a) Farklı kristal kalitelere sahip NL-AlIn tabakası üzerine büyütülen AlGaIn yapılarının (0002) düzlemine ait omega taraması sonuçları, b) bu yapıların kırmızı kare simetrik, mavi yıldız asimetrik FWHM değişimini göstermektedir.	95
Şekil 3-45 a) Son çalışmada, b) reaktörün temiz olduğu durumda yapılan ilk AlGaIn büyütmesi sonucunda yüzey görünümü	96
Şekil 3-46 Reaktör değişimi ile safir alttaş üzerine büyütülen NL-AlIn tabakasının (0002) düzlemine ait omega tarama sonuçları	97
Şekil 3-47 a) Aixtron firmasını yaptığı 2200 °C ısıtma gücünde reaktörde oluşan ısı değişim b) bu sıcaklık değerinde Argus ile alınan susceptor sıcaklık değeri.	98
Şekil 3-48 H ₂ akışı altında çeşitli sıcaklıklarda N ve Al(Ga) polariteye sahip AlIn ve GaIn tabakalarının ayrışma oranları	99
Şekil 3-49 GaIn büyütme ve kaldırma işleminde alınan in-situ yansıma ve sıcaklık eğrisi	99
Şekil 3-50 a) GaIn kaplamasından önce, b) GaIn kaplamasından sonra reflektivite ölçüm sonuçları	100
Şekil 3-51 GaIn kaplama ve kaldırma işleminde gerçekleşen süreçler	102
Şekil 3-52 GaIn kaplama öncesi ve sonrası 2-theta/omega tarama sonuçları	103
Şekil 3-53 a) NL-AlIn yapısı üzerine gerçekleştirilen GaIn kaplama ve kaldırma prosedüründen sonra büyütülen AlGaIn örneğinin, b) başlangıç AlGaIn örneğinin PL sonuçları	104
Şekil 3-54 Kırmızı eğri başlangıç reçetesi olan ilk büyütme, mavi eğri gerçekleşen süreçler sonunda elde edilen son AlGaIn/NL-AlIn büyütmelerinin 2-theta/omega tarama sonuçları	104
Şekil 3-55 Kalın AlGaIn büyütme çalışmalarında elde edilen in-situ yansıma eğrileri	107
Şekil 3-56 Kalın AlGaIn büyütme çalışmasında elde edilen in-situ kavis ölçüm sonuçları	109
Şekil 3-57 Al ₂ O ₃ alttaş üzerine büyütülmek istenilen AlIn tabakasının kristalografik 30° açı yapması ile hexagonal örgü noktalarının şematik gösterimi	109
Şekil 3-58 a) safir alttaş üzerine büyütülen 300 nm kalınlığa sahip AlIn örneğinin XRD sistemi ile twist açısının belirlenmesi b) AlIn kolonlarının safir alttaş üzerinde oluşumunun şematik gösterimi	110
Şekil 3-59 Kalın AlGaIn büyütme çalışmasında elde edilen yüzeylerin optik mikroskop görüntüleri	112
Şekil 3-60 Büyütülen yapıların XRD taraması sonucunda elde edilen 2Theta/Omega taramaları	113
Şekil 3-61 Kalın AlGaIn büyütme çalışmasının simetrik ve asimetrik XRD tarama sonuçları	114
Şekil 3-62 A-D numunelerinin 266 nm dalga boylu Q-switch lazeri ile uyarılan ve 270-520 nm aralığında alınan fotoluminesans ölçümü, b) kenar band emisyonları, c) optiksel parametrelerinin kıyaslanması	115
Şekil 3-63 a) nAlGaIn-1, b) nAlGaIn-2, c) nAlGaIn-3 örneklerinin büyütme aşamaları	116

Şekil 3-64 AlGa _N örneklerinin Si katkılama çalışmalarında elde edilen optik mikroskop görüntüleri	119
Şekil 3-65 Si katkılı AlGa _N çalışmasında, a) 0002-omega ölçüm sonuçları, b) simetrik ve asimetrik FWHM değerleri.....	120
Şekil 3-66 Ga _N ve AlGa _N yapılarında yük dağılımı sonucunda kendiliğinden ve piezoelektrik polarizasyonun doğrultuları (Paiella, 2017)	123
Şekil 3-67 Kuantum kuyusunun elektronik bant yapısı ve kuantum stark etkisi ile elektron ve delik dalga fonksiyonlarının uzamsal ayrımı (Priante, 2019). ..	123
Şekil 3-68 MQW-1 yapısının XRD tarama sonuçları a) (11-24) düzlemine yapılan RSM taraması, b) (0002) düzlemine yapılan 2-theta/omega taraması ve tarama sonucuna yapılan fit, c) fit sonuçları	125
Şekil 3-69 a) MQW-1 yapısının PL sonucu, b) yapılan simülasyon sonucunda dalga fonksiyonlarının ayrılması	126
Şekil 3-70 Çoklu Kuantum Kuyu çalışmasında (0002) düzlemine ait 2-theta/omega tarama sonuçları	128
Şekil 3-71 a) MQW-1, b) MQW-2, c) MQW-3, d) MQW-4 numune yapılarının şematik gösterimi ve nextnano programı yardımıyla yapılan simülasyon sonuçları.	130
Şekil 3-72 Çoklu Kuantum Kuyu çalışmasında fotoluminesans ölçüm sonuçları	131
Şekil 3-73 Delta Mg katkılı AlGa _N yapısında büyütme aşamaları ve parametreleri ...	133
Şekil 3-74 Cp ₂ Mg akışı çalışmasında büyütülen pAlGa _N yapılarının in-situ yansıma eğrileri	133
Şekil 3-75 Mg katkılı AlGa _N yapılarında katkılamada kullanılan Cp ₂ Mg kaynağında 200 ve 400 sccm akışlarına karşılıklı gelen simetrik HRXRD tarama sonuçları	134
Şekil 3-76 Delta Mg katkılı AlGa _N çalışmalarında Cp ₂ Mg akışına karşılık gelen a) PL, b) spektrofotometre ölçüm sonuçları.....	136
Şekil 3-77 Farklı Cp ₂ Mg akışına karşılık gelen delta katkılı p-AlGa _N katmanlarının taşıyıcı konsantrasyonu, mobilite ve özdirenç sonuçları.....	137
Şekil 3-78 Cp ₂ Mg dozaj süresi çalışmasında büyütülen pAlGa _N yapılarının in-situ yansıma eğrileri	138
Şekil 3-79 Delta katkılı AlGa _N örneklerinin farklı Cp ₂ Mg akış sürelerinde spektrofotometre ölçüm sonuçları	139
Şekil 3-80 Farklı Cp ₂ Mg akış süresine karşılık gelen delta katkılı p-AlGa _N katmanlarının taşıyıcı konsantrasyonu, mobilite ve özdirenç sonuçları	140
Şekil 4-1 40 nm NL-AlN/safir yüzeyine büyütülen yaklaşık 2 µm kalınlığına sahip AlGa _N yapısının a) simetrik ve asimetrik HRXRD ölçüm sonucu b) Bu çalışmadaki sonuçların literatürde benzer şekilde büyütülen AlGa _N yapıları ile kıyaslanması, c) kalınlığı, d) kenar bant ışımalarının pik dalgaboyunu 2-inç yüzey üzerinde dağılımı	143

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 2-1 Hidrojen ve Azot kaynaklarının gaz özelliklerinin karşılaştırılması	15
Tablo 2-2 III-Nitritlerin ve alüminyumun malzeme özellikleri (Edgar J. H., 1994).....	27
Tablo 2-3 XRD sisteminde tarama türleri	32
Tablo 3-1 NL-AlN büyütme sıcaklığı çalışmasına ait parametreler	44
Tablo 3-2 Farklı NL büyütme sıcaklığında büyütülmüş örneklerin RSM sonucunda belirlenen açıl pozisyon ve örgü sabitleri	48
Tablo 3-3 Farklı NL-AlN büyütme sıcaklıklarına sahip AlN tabakalarına ait (114) RSM taramasından elde edilen tilt açıları	51
Tablo 3-4 Farklı NL-AlN büyütme sıcaklıklarına sahip AlN tabakalarına ait yapılan fit sonucunda elde edilen twist açıları	53
Tablo 3-5 Fit sonucunda bulunan kalınlık değerleri ve kalınlığın yüzey üzerinden standart sapması	57
Tablo 3-6 Farklı sürelerde düşük sıcaklıkta büyütülen GaN tabakasının büyütme parametreleri	59
Tablo 3-7 HR-XRD ölçüm ve hesaplama sonuçları	72
Tablo 3-8 Hesaplamalarda kullanılan örgü sabitleri ve elastik sabitler	73
Tablo 3-9 Nitradasyon çalışmasının Global Fit sonuçları.....	87
Tablo 3-10 Kusturma sıcaklığı çalışmasına ait reflektivite ölçümlerine yapılan fit sonuçları	91
Tablo 3-11 Kusurma süresi çalışmasının reflektivite ölçümlerine yapılan fit sonuçları	93
Tablo 3-12 Farklı çekirdeklenme kristal kalitesine sahip AlN tabakası üzerine büyütülen AlGaIn yapısının (002)-omega ve (114)-omega taramalarının FWHM sonuçları	94
Tablo 3-13 Si katkılı AlGaIn örneklerinin elektriksel karakterizasyon sonuçları	121
Tablo 3-14 Nextnano programında kullanılan metaryal parametreleri (Ajay, 2018) ..	127

SİMGELER DİZİNİ

X_{MO}	Molar Akış Oranı
Q_s	Taşıyıcı Gaz Miktarı
P_{MO}	MO kaynağının buhar basıncı
P_c	Kaynak Basıncı
γ	Öz Isı
R	Evrensel gaz Sabiti
T	Sıcaklık
M	Moleküler Ağırlık
ρ	Gaz Yoğunluğu
δ	Sınır Tabakasını Genişliği
Gr	Grashof sayısı
H	Reaktör Yüksekliği
T_s	Susceptor Sıcaklığı
μ	Dinamik Gaz Viskozitesi
λ	Dalgaboyu
n	Kırılma İndisi
R_g	Büyüme Oranı
h	Planck Sabiti
c	Işık Hızı
k	Boltzman Sabiti
Δz	Alttaş ve Susceptor arasındaki boşluk
R_c	Alttaşın Eğrilik Yarıçapı
k_0	Düzlem İçin Gelen Işın Vektörü
k_h	Kırınıma Uğrayan Işın Vektörü
S	Saçılma Vektörü
ε	Strain (Gerilme)
ϕ	Phi Taraması
χ	Chi Taraması
T	Film Kalınlığı
b	Burger Vektörü
u	Kusur Çizgisi
Q_x	Yatay Yönde Saçılma Vektörü
Q_z	Düşey Yönde Saçılma Vektörü
α_{twist}	Dönme Açısı
I_b	Bant Kenarı Lüminesans Şiddeti
I_d	Derin Seviye Lüminesans Şiddeti
a	Yatay Düzlemde Örgü Sabiti
c	Dikey Düzlemde Örgü Sabiti
E_g	Yarıiletkenin bant aralığı, eV
M_s	Biaxial Modül Sabiti
P_{sp}	Kendiliğinden Polarizasyon
P_{PE}	Piezoelektrik Polarizasyon
Γ_{e-hh}	Elektron-Deşik Dalga Fonksiyonu Örtüşmesi

KISATMALAR DİZİNİ

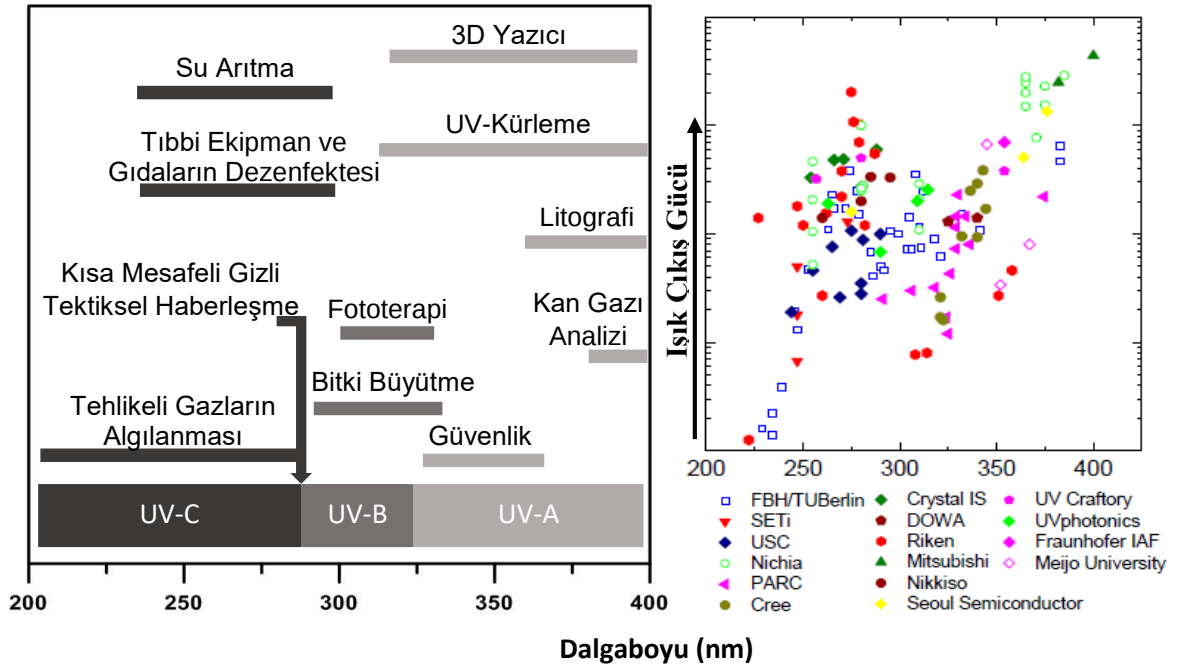
UV	Mor ötesi
DUV	Derin Mor Ötesi
LED	Işık Yayan Diyot
MQW	Çoklu Kuantum Kuyusu
AlN	Alüminyum Nitrür
GaN	Galyum Nitrür
Al ₂ O ₃	Safir
MOCVD	Metal Organik Kimyasal Buhar Biriktirme
AlGaIn	Alüminyum Galyum Nitrür
PL	Fotoluminesans
HRXRD	Yüksek Çözünürlüklü X-Işınları Kırınımı
HEMS	Hall Etkisi Ölçüm Sistemi
LD	Laser Diyot
InN	İndiyum Nitrür
SO ₂	Sülfür Dioksit
NH ₃	Amonyak
EBL	Elektron Engelleme Tabakası
HBL	Deşik Engelleme Tabakası
IQE	İç Kuantum Verimi
QCSE	Kuantum Stark Etkisi
HBT	Hetero-Bipolar Transistör
HEMT	Yüksek Elektron Mobilite Transistör
TMIn	Üç-Metil İndiyum
PH ₃	Fosfin
VPE	Buhar Faz Epitaksi
CVD	Kimyasal Buhar Biriktirme
TEGa	Üç-Etil Galyum
TMGa	Üç-Metil Galyum
SiH ₄	Silan
MFC	Kütle Akış Kontrolörü
CCS	Close-Coupled Showerhead (Kapalı Duş Akışı)
FP	Fabry-Pérot
RSM	Ters Uzay Haritalandırma
XRR	X-ışını Reflectivity
ELO	Epitaksiyel Yanal Büyütme
MO	Metal Organik
FACEL	Yüzey Kontrollü Yanal Epitaksi
NL	Çekirdeklenme Tabakası
PALE	Atımlı Atomik Tabaka Büyütmesi
HT	Yüksek Sıcaklık
LT	Düşük Sıcaklık
DIC	Arayüzey Saçılma Ayrımı
GAP	Susceptor ve Showerhead Arasındaki Mesafe
RMS	Birim Karede Ortalama Yüzey Pürüzlülüğü
KK	Kuantum Kuyu
KB	Kuantum Bariyer
DAP	Donor-Accepto

1 GİRİŞ

III-Nitrürler üzerinde yapılan araştırmalar ve gelişmeler, silikon ve diğer III-V tabanlı geleneksel yarıiletken malzemelerden daha hızlı ivme kazanmıştır. Bunun arkasında yatan sebep, III-Nitrür kristallerinin külçe yapıdaki üretiminin, silikon ve diğer III-V tabanlı malzemelerin üretimine kıyasla daha zor olmasıdır. AlN, InN, GaN ve bunların bileşenlerinin son otuz yıla kadar cihaz üretimi için yeterli kalite elde edilememesi nedeniyle III-Nitrür malzemeler ile yarıiletken tabanlı görünür ışık spektrumunda bulunan yeşil, mavi ve mor ışık yayan diyotlar (LED) ve lazer diyotlar (LD) üretilemedi. LED ve LD'lar için III-Nitrürler üretime uygun doğrudan enerji bandına sahip olmasına rağmen, uygun örgü uyumlu alttaş eksikliği ve külçe yapıda üretilme zorluğu nedeniyle araştırmalar sınırlıydı. GaN ve onun üçlü alaşımları InGaN ve AlGaIn üzerine uzun süreli araştırmalardan sonra, düşük sıcaklıkta çekirdeklenme katmanı kullanarak yüksek kaliteli tek kristal materyallerin büyütülmesini sağlayan deneysel prosedürler geliştirilmiştir. Bu gelişmeden kısa süre sonra, p-tipi GaN'nın yüksek aktivasyon enerjisi nedeniyle elde edilememe sıkıntısı, magnezyum katkılı GaN katmanını düşük enerjili elektron ışınlamaya maruz bırakılarak çözüldü (Amano H. , 1989). Magnezyum katkılanarak elde edilen p-GaN tabakasında büyütme esnasında Mg-H komplekslerinin oluştuğu teorik olarak belirlendi ve bu nedenle termal tavlamanın, Mg-H bağlarını koparmak için p-GaN'nın aktivasyonunda daha etkili bir yöntem olduğu görüldü. Bu iki gelişme, menekşe / mavi / yeşil / beyaz LED'lerin ve mor lazer diyotların gelişiminde muazzam bir büyüme, hızlı bir ilerleme dönemini başlattı. AlInGaP tabanlı kırmızı ve sarı LED'ler mevcut olduğundan, yarı iletken kaynaklar kullanılarak elde edilebilen renk spektrumu böylelikle tamamlandı. Görünür bölgede ışık yayan diyot teknolojisi geniş bir pazar olup neredeyse %100'e dayanan dış kuantum verimleri nedeniyle giderek olgunluğa ulaşmaktadır ve birçok araştırma grubu çalışma odağını daha kısa dalgaboylu cihazların üretimine çevirmektedir. Bu ilginin nedeni, düşük ve orta basınçlı civa lambaları gibi geleneksel UV kaynaklarla karşılaştırıldığında, yarıiletken tabanlı UV-LED'ler birçok avantaj sunmasıdır. UV-LED'ler son derece sağlam, kompakt, çevre dostu ve uzun ömürlüdür. Ayrıca ısınma problemi yoktur ve daha hızlı bir şekilde açılıp kapatılabilirler. Bu benzersiz özellikler, geleneksel UV kaynakları ile gerçekleştirilemeyen bir dizi yeni uygulama için UV-

LED'leri anahtar sağlayan bir bileşen olarak tanımlamaktadır. Örneğin, UV-LED'leri hızlı açıp kapatabilme yeteneği, sistemin hassasiyetini önemli ölçüde artıracak gelişmiş ölçüm algılama algoritmalarına ve daha hassas gaz algılama kalibrasyonlarını sağlayabilecektir. UV-LED'ler, kolayca elektronik olarak kontrol edilebilen DC voltajda çalışır, dolayısıyla gerekli olan UV radyasyon dozu uygulanan voltaj değiştirilerek ayarlanabilir.

UV-LED'lerin uygulama alanları ve günümüze kadar yapılan çalışmalarda elde edilen ışık çıkış güçlerinin değişimi Şekil 1-1'de verilmiştir. Aktif bölgesi $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, GaN , $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$, $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ yapılarıyla oluşturulan 400-320 nm spektral aralığı UV-A bölgesi olarak adlandırılır. Bu bölgedeki önemli uygulama alanları arasında 3D baskı, UV kütleme kan gazı analizi gibi tıbbi alanlar, litografi, kimlik kartları ve banknotlarda güvenlik özelliklerinin saptanması gibi uygulamalar bulunur. Aktif bölgesi çeşitli Al alaşım oranına sahip $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ yapılarıyla oluşturulan 320-280 nm spektral aralığı UV-B bölgesi olarak adlandırılır. Bu bölgedeki anahtar uygulamalar, fototerapi ve bitki büyüme aydınlatmasıdır. Aktif bölgesi yüksek Al alaşım oranına sahip $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ yapılarıyla oluşturulan 280-210 nm spektral aralığı UV-C bölgesi olarak adlandırılır. Bu bölgedeki uygulamalar, atık su arıtımı ve geri dönüşümü, tıbbi ekipman ve gıdaların dezenfekte edilmesidir. Ayrıca, pek çok gazın (örn. SO_2 , NO_x , NH_3) bu spektral bölgelerde emilim sergilemesinden dolayı gaz algılama dedektörlerinde kullanılır. UVC-LED'ler aynı zamanda kısa mesafe gizli taktiksel haberleşme için de kullanılabilir.



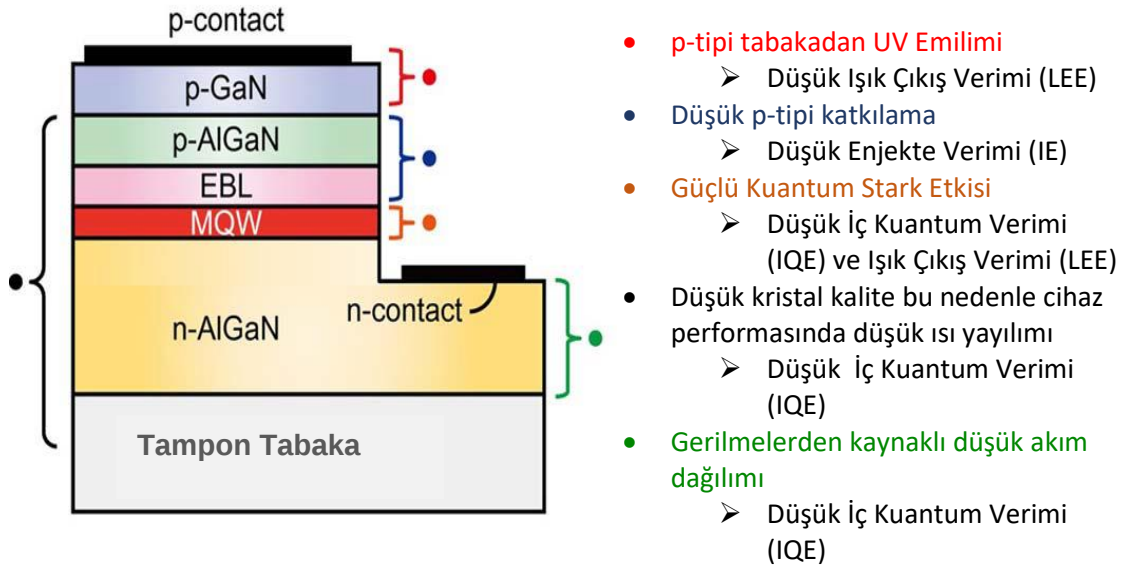
Şekil 1-1 Çeşitli dalgaboylarında UV-LED'lerin uygulama alanları ve günümüze kadar yapılan, çeşitli ışık çıkış gücünde ve dalgaboyunda UV-LED'ler (Kai Ding, 2017)

Yarıiletken tabanlı mavi ve beyaz ışıkların başarılı gelişminden sonra ışık yayan diyotların bilgi ve tecrübeleri, morötesi (ultraviyole, UV) bölgedeki LED'leri geliştirmek için kullanılmaktadır. Daha kısa dalgalı boylarında emisyon elde etmek için GaN, InGaN yerine geniş yasak enerji aralığına sahip AlGaIn, AlInGaIn veya AlInN bileşikleri kullanılır. Ancak, daha derin bir emisyon dalgalı boyu için kullanılan alüminyum üçlü veya dörtlü bileşikleri cihaz yapımında yeni yapısal, katkılama ve kontak problemleri getirmektedir ve bu durum kuantum verimliliğinde düşüşe neden olmaktadır. Dünya genelinde birçok araştırma grubu UV-LED'lerinin geliştirilmesinde aktiftir ve birçok start-up şirketi araştırma sonuçlarını cihaz yapımında kullanmaktadır. Morötesi bölgede ışık yayan LED'ler UV-A bölgesinde endüstriyel ölçekte üretilmektedir. Bununla birlikte, birkaç şirket tarafından, UV-B LED'leri şu anda sadece ticari olarak sunulmaktadır. Çeşitli araştırma grupları 1999 yılında 360 nm'nin altında AlGaIn tabanlı UV-LED'lerin araştırmalarına başladı (J. Han, 1999). Güney Carolina Üniversitesinde 2004 yılında ilk 250-280 nm dalgalı boyu aralığında AlGaIn tabanlı UV-C bölgesindeki LED'lerin geliştirildiği açıklandı (Wenhong Sun, 2004) (V. Adivarahan, 2004) (V. Adivarahan S. W., 2004). ABD'de, DARPA'nın (Defense Advanced Research Projects Agency) Yarıiletken Ultraviyole Optik Kaynaklar (SUVOS) programı tarafından derin morötesi bölgedeki ışık kaynakları ile ilgili projesi yürütüldü. Yoshitaka Taniyasu ve arkadaşları tarafından 2006 yılında AlN aktif bölgesine sahip litaretürdeki yarıiletken tabanlı en kısa dalga boylu (210 nm) LED sonuçları yayınlanmıştır (Yoshitaka Taniyasu, 2006).

III-Nitrür büyütmelerinde alttaş olarak kullanılabilecek ve benzer özellikler gösteren AlN, InN ve GaN kristallerinin ucuz ve kolay bir biçimde ticari ölçekte üretilmemesinden dolayı araştırmacıların çoğu III-N tabanlı cihaz yapımında yabancı bir alttaş üzerine yönelmişlerdir. Bu yüzden, III-N materyallerin büyütülmesi çoğunlukla heteroepitaksiyel tekniğe dayanmaktadır. Heteroepitaksiste, büyütülen film ile alttaş arasındaki örgü uyumsuzluğu, esas olarak yığılma faylarının (stacking faults) ve "threading dislocations-TDs" olarak adlandırılan iplik kusurlarının oluşumuna neden olur (O. Reentila, 2008). Buna ek olarak, büyüyen film ve alttaş arasındaki termal genişleme katsayısındaki fark, büyüyen filmde çatlak oluşumuna sebep olabilir. Alttaş seçiminde dikkat edilmesi gereken hususlar; alttaşın fiyatı, örgü parametreleri arasındaki farklar, kimyasal ve fiziksel karakteristikler, yüzey özellikleri, termal ve elektriksel özellikler gibi epitaksiyel tabakanın kristal kalitesini önemli derecede

etkileyecek unsurlar olarak sıralayabiliriz (Altuntaş, 2017). Yüksek kaliteli bir malzemenin epitaksiyel olarak büyütülmesi, verimli optoelektronik cihazların geliştirilmesi için en önemli unsurdur. Çünkü çatlaklar, dislokasyonlar ve istenmeden dahil edilen safsızlık atomları gibi kusurlar, yasak enerji bölgesinin içinde veya dışında kusur durumları üreterek enerji kaybına neden olabilir. Safir (Al_2O_3) ile GaN aralarındaki örgü uyumsuzluğuna ve büyük termal genleşme katsayıları farkına rağmen GaN' in epitaksiyel olarak büyütülmesinde alttaş olarak en çok kullanılan malzemedir. Fakat GaN ve safir arasında örgü uyumsuzluğu ve zayıf termal iletkenliği nedeniyle büyütme esnasında kusurlar ve kırılmalar meydana gelmektedir. Bu nedenle GaN'ın kristal kalitesini geliştirecek birçok atılımlar yapılmıştır. Bunlar arasında en önemlilerinden birisi, Akasaki ve grubunun 1986 yılındaki MOCVD ile safir alttaş üzerine öncelikle düşük sıcaklıkta AlN ara tabaka büyütülerek, devamında yüksek sıcaklıkta GaN tabakasının büyütüldüğü çalışmadır (H. Amano, 1986). Bu çalışmada büyütülen tampon tabakanın alttaş ile GaN tabakası arasındaki arayüzey serbest enerjisini düşürdüğü ve bu sayede daha az pürüzlü bir arayüzey ve daha kaliteli GaN kristalinin büyütüldüğü ortaya koyulmuştur. Nakamura ve grubu daha sonra GaN kristal kalitesini iyileştirmek için düşük sıcaklıkta GaN ara tabakası büyütmüşlerdir (Nakamura, 1991). AlN büyütmelelerinde yine yaygın olarak safir alttaş kullanılmaktadır. Heteroepitaksi nedeniyle AlN büyütmelelerinde GaN gibi benzer sıkıntılara ek olarak Al adatomlarını düşük yüzey hareketliliği nedeniyle yüzey hareketliliğini artıracak yeni yöntemler geliştirilmiştir. Bu yöntemlerden biri, Göç Arttırıcı Büyütme (Migration Enhanced Epitaxy, MEMOCVD), bu büyütme rejiminde V grubu için kullanılan NH_3 kaynağı açılıp kapatılarak Al göçünün arttığı görülmüştür. Bu nedenle, bu yöntem yüksek kaliteli AlN elde etmek için etkilidir. Ayrıca, reaktör ortamında Al fazlalığı, büyüme koşullarını koruyarak Al'den N'ye polarite inversiyonunu bastırmak için gerekli olan kararlı Al (+c) polaritesinin elde edilmesi için etkilidir (H. Hirayama, 2007). Diğer bir yöntem, Atımlı Atomik Tabaka Büyütmesi (Pulsed Atomic Layer Epitaxy, PALE), III grubu TMAI ve V grubu NH_3 arasındaki paristik reaksiyonlar Al atomlarının yüzey göçünü ekstra düşürür. Bu nedenle III ve V kaynakları ayrı ayrı gönderilerek gaz fazındaki reaksiyonlar bastırılır ve Al atomlarının göçü artar. (L.W. Sang, 2008). Yüksek Sıcaklıkta Büyütme (High Temperature Growth), yüksek sıcaklık nedeniyle yüksek enerjili Al atomlarının yüzey difüzyon uzunluğu artacaktır (F. Brunner). Bu yöntemle atomik olarak düzgün bir yüzey elde edilebilmesine karşın yüksek sıcaklığın getirdiği dezavantajlar (1300 °C üzerindeki sıcaklıklarda büyütme yapabilmek için özel

reaktör dizaynı, yüksek sıcaklıkta safsızlık atomlarının tepkimeye girme olasılıklarının artması gibi) sunmaktadır. Özellikle kırılma oluşumunu engellemek için kullanılan diğer bir yöntem, 3 Boyutlu Yanal Büyütme (Lateral Epitaxy Overgrowth), desenlendirilmiş safir alttaş üzerine büyütme başlangıç olarak adalar şeklinde büyüme rejimi gerçekleşir. Daha sonra bu adalar birleşerek tabaka tabaka büyümeye devam eder. Kolonlar arasındaki boşluklar gerilme stresini azaltacağı için nihai olarak soğuma esnasında kırılmalar gözlemlenmemektedir. Ayrıca, desenlendirilmiş safir alttaş kullanılarak yapılan AlN tabakalarının 3D yanal büyütülmesinin dislokasyon yoğunluğunu azaltmak için de uygun bir yöntem olduğu görülmüştür. Fakat bu yöntemde, ada birleşmesi oldukça uzun sürede gerçekleştiğinden (yaklaşık 4 µm kalınlıklı), fazla kaynak tüketimi ve zamansal olarak dezavantaj sunmaktadır. Yine kırılma oluşumunu engellemek için kullanılan bir yöntem olan Çoklu Büyüme Modu (Multi Growth Mode), başlangıçta oluşan tanecik (grain) büyüklüğünün V/III oranı aşamalı olarak değiştirilerek daha büyük olduğu görülmüştür. Bu durumda küçük taneciklere oranla büyük taneciklerin alttaş ile AlN tabakası arasındaki örgü uyumsuzluğunu minimize ederek gerilme stresinin azaltılması sonucunda termal genişleme katsayı farkından dolayı kırılmaların bastırıldığı gösterilmiştir (N. Okada, 2007).



Şekil 1-2 UV-LED yapısının şematik gösterimi ve yapıda oluşan sorunlar

Şekil 1-2’de görüldüğü üzere tipik olarak bir UV-LED yapısı 2,5 µm kalınlıklı ve büyütülecek olan UV-LED’in dalga boyuna bağlı olarak AlN (< 360 nm) veya GaN (>

360 nm) tampon tabakası, 2 μm kalınlığında Si katkılı AlGaIn elektron enjeksiyon tabakası, devamında aktif bölgeyi oluşturan 3 tekrarlı yaklaşık olarak kuantum kuyu kalınlığı 1,5 nm, kuantum bariyer kalınlığı 7 nm olan multi kuantum kuyu bölgesi, 10 nm kalınlığında p-AlGaIn elektron kaçımasını engelleyen tabaka (Electron Blocking Layer, EBL), yaklaşık 15 nm kalınlığında Mg katkılı AlGaIn p-tabakası ve son olarak 100 nm kalınlığında Mg katkılı GaIn kontak tabakasından oluşur. Yüksek kaliteli n-AlGaIn tabakalarının büyümesi, n-AlGaIn ve tampon tabaka arasındaki örgü uyumsuzluğu nedeniyle zordur. n-AlGaIn epitaksial tabakası hem elektronların enjekte edildiği bölge olup hem de ışığın çıktığı bölgeyi (aktif bölge) oluşturan katmana tampon görevi görmektedir. Dolayısıyla n-AlGaIn tabakasında oluşan stres ve kusurlar bu aktif bölgeyi oluşturan tabakaya yansımaktadır. Bu durumda radyal olmayan rekombinasyon merkezleri oluşacak ve iç kuantum veriminde ciddi ölçüde düşüş meydana gelecektir. Yüksek elektron enjekte edilmesi için epitaksial tabaka kalınlığının fazla olması gerekmektedir. Tabaka kalınlığı arttıkça gerilme artmaktadır ve gerilimi gevşetmek için epitaksial tabakanın yüzeyinde çatlaklar başlamaktadır. Çatlaklara ek olarak, atomik boşluklar başka bir stres gevşeme yoludur. Bu durumda büyütülen AlGaIn epitaksial tabakalarının kusur yoğunluğu 10^{10} cm^{-2} mertebesinde daha yüksek olmaktadır. Ayrıca bu durumun getirdiği sebepten dolayı yüzeyde akım dağılımı zayıftır (Y.A. Xi, 2007). 2002 yılında Zhang ve arkadaşları (J. P. Zhang, 2002), tampon tabaka ve AlGaIn tabakası arasına bir geçiş AlN / $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ süperörgü (superlattice) tabakası eklendiğinde stresin azaldığını göstermişlerdir.

Aktif bölgenin optimizasyonu, iç kuantum verimliliğini (IQE) arttırmanın bir yoludur. Amaç, radyasyonlu rekombinasyon olayını arttırmak için kuantum kuyularındaki (QWs) taşıyıcı hapsini arttırmaktır. Bariyer yüksekliği-genişliği ve bir elektron engelleme tabakasının (Elektron Blocking Layer, EBL) ve deşik engelleme tabakasının (Hole Blocking Layer, HBL) yüksekliği-genişliği, IQE üzerinde güçlü bir etkisi olması beklenir. Kuantum Stark Etkisi (QCSE) olarak bilinen elektron ve deşik dalga fonksiyonlarının ayrılması olayı iç kuantum verimini azaltan bir olaydır. Çünkü, aktif bölgedeki taşıyıcı dalga fonksiyonlarının örtüşmesinde bir azalmaya neden olur ve dolayısıyla elektron-deşik birleşme olasılığı azalır (Tim Kolbe, 2010). Hirayama ve arkadaşları (Hideki Hirayama, 2002), kuantum kuyu kalınlıklarının artmasıyla kuantum stark etkisinin arttığını gözlemlemiştir. Bu nedenle optimum UV LED'ler için kuantum kuyu kalınlığının kabaca 1,5 ile 2,5 nm arasında olduğunu bildirmiştir.

UV-LED'ler için yeterince yüksek deşik konsantrasyonlarına sahip p tipi Al-zengin ($x > 0.5$) $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ alaşımlarının geliştirilmesi çok önemlidir. Çalışmalar, p-tipi katkılamanın iyileştirilmesinin, AlGaN tabanlı UV-LED'lerin hem elektriksel hem de optiksel özelliklerinin geliştirilmesi üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu göstermiştir (Jinchai Li, 2009). Fakat, Al-zengin AlGaN bileşiklerinde p-tipi elde edilmesi hala büyük zorluklardan biri olmaya devam etmektedir. III-Nitrür teknolojisinde p-tipi katkılamanın zor olmasının nedenleri: (i) III-nitritlerdeki alıcı deşiklerin düşük çözünürlükleri (Gon Namkoong, 2000), (ii) doğal kusurlar nedeniyle, verici benzeri kusurların ve/veya komplekslerin varlığından kaynaklanan güçlü kendi kendini dengeleme etkisi (Neugebauer, 2004), ve (iii) $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 'de Mg alıcı atomlarının 160 meV'den ($x=0$), 500 meV'e ($x=1$) kadar yüksek aktivasyon enerjisidir (Maki Katsuragawa, 1998). Yakın zamandaki araştırmalar, 10^{17} cm^{-3} mertebesinde deşik konsantrasyonun, Mg atomlarının katıldığı optimum bir pencere içinde, Mg katkılı $\text{Al}_{0.45}\text{Ga}_{0.55}\text{N}$ alaşımı için elde edilebildiğini göstermiştir (S.-R. Jeon, 2005). Aktif bölgede elektron-deşik birleşmesini arttırmak için deşik konsantrasyonunu daha da arttırmak gerekmektedir. Bu nedenle yüksek katkılı p-tipi malzemeler elde edebilmek için Mg delta doping (M. L. Nakarmi, 2003), superlattice doping (J. K. Kim, 2004) ve alternatif co-doping (Yoshinobu Aoyagi, 2011) gibi birçok katkılama stratejisi geliştirilerek p-tipi AlGaN tabakasının delik konsantrasyonu iyileştirilmeye çalışılmıştır. Bu çabalar arasında Mg-delta-doping'in, malzeme içerisinde oluşan difüzyonların Mg katkılı tabakanın kendini dengelemesini ve deşik konsantrasyonunu arttırarak AlGaN'nin p-tipi iletimini iyileştirmek için etkili bir yol olduğu kanıtlanmıştır. Diğer taraftan, p-AlGaN tabakasının büyütülmesi esnasında indiyum (In) tepkimeye sokularak, İndiyum'un Al ve/veya N boşluk kusurlarının bastırılması nedeniyle Mg-katkılı p-tipi AlGaN'de deşik konsantrasyonunu arttırmak için In kaynağının etkili bir materyal olduğu gösterilmiştir (Yingda Chen, 2015). Fakat LED teknolojisinde verimi daha da yukarı çekebilmek için p-tipi tabaka hala daha fazla gelişme ihtiyaç duymaktadır.

2 DENEYSEL METOD VE KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ

2.1 Metalorganik Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi (MOCVD) ile Nitrit Tabanlı Materyallerin Büyütülmesi

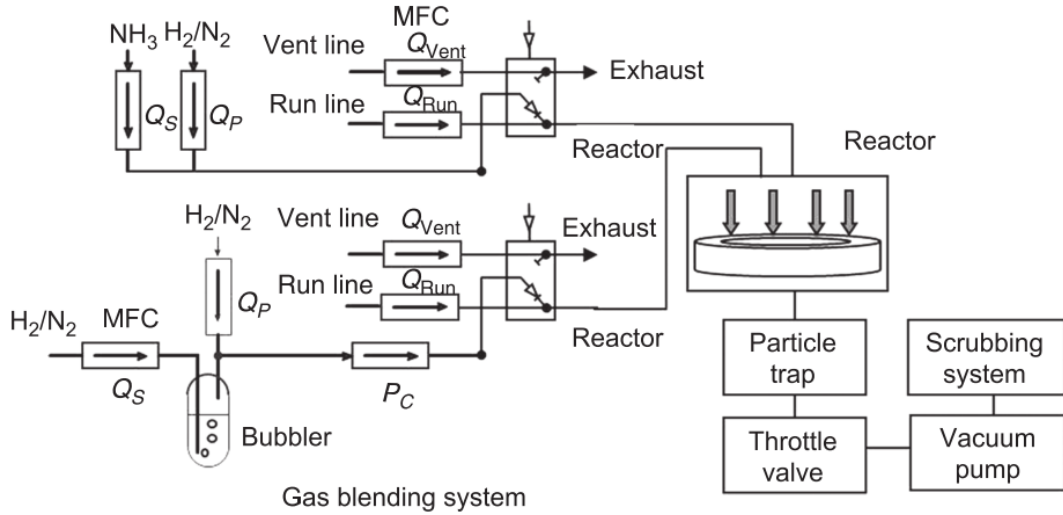
Son yıllarda heteroepitaksi büyütme rejimine dayanan yarıiletken tabanlı cihazların geliştirilmesi ve üretilmesinde metal-organik kimyasal buhar biriktirme (MOCVD) sistemleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Günümüzde seri üretim için kullanılan MOCVD sistemlerinde, büyüme hızı, katkı seviyeleri ve tabakalar arası keskin arayüzler gibi büyütme parametrelerin kontrol edilebilirliği muazzamdır. Bu özelliklerin tümü, yüksek verimlerde çalışabilen yarıiletken tabanlı cihazları elde etmek için önemlidir. MOCVD, ışık yayan diyotlar (LED'ler), lazer diyotlar, güneş pilleri ve fotodetektörler, hetero-bipolar transistörleri (HBT'ler), yüksek elektron mobilite transistörleri (HEMT'ler) gibi GaN ve GaAs tabanlı optoelektronik cihazların üretimi için en popüler sistem haline gelmiştir. Metalorganik kimyasal buhar biriktirme tekniğinde buhar fazındaki metalorganik öncüllerin (precursors) ve hidritlerin taşıyıcı gaz yardımı ile reaksiyon bölmesine (reaktöre) taşınarak çeşitli kimyasal reaksiyonlar sonucunda katı fazdaki alttaş üzerine ince film halinde epitaksiyel olarak büyütülmesidir.

Metalorganik (veya organometalik) ve hidrit kaynaklar ile III-V yarıiletken bileşiklerinin büyütülmesi ilk kez 1960'da Didchenko tarafından gerçekleştirilmiştir (Razeghi M. , 2010). Bu büyütme deneyinde trimetilindiyum (TMIn) ve fosfin (PH_3) kullanılarak InP tabakası elde edilmiştir. Daha sonra 1970'lerde Manasevit birçok metalorganik kaynaktan çeşitli yarıiletken bileşikler elde etmeyi başarmıştır ve bu tekniğe metalorganik kimyasal buhar biriktirme (Metal Organic Chemical Vapor Deposition) adını vermiştir (Manasevit H. E., 1971). MOCVD, buhar faz epitaksinin (VPE, CVD) gelişmiş halidir. VPE ile daha ziyade homoepitaksiyel büyütme mümkün iken bu teknik ile yüksek kalitede heteroepitaksiyel büyütme yapılabilir.

2.1.1 Temel Prensibi

MOCVD sisteminin temel diyagramı Şekil 2-1'de gösterilmiştir. Nitrit bazlı cihazlar için tipik büyütme basıncı, malzeme özellikleri ve reaktör tasarımının kısıtlamaları

nedeniyle 30 ila 1000 mbar aralığında olup throttle valve (kelebek valfi) ile egzoz borusunun kesiti değiştirilerek, reaktör basıncını kontrol edilebilir. Taşıyıcı gazı (hidrojen veya azot), grup III öncüllerini ve grup V reaktif gazlarını kontrol eden ve karıştıran gaz karıştırma bölgesinden geçerek reaktöre gönderilir. Reaktörde bulunun susceptor olarak adlandırılan altta tutucu GaN tabakasını büyütme sıcaklığına dayanıklı SiC kaplı grafit parçadan oluşur. Metal-organik (MO) öncüller bulunduğu haznede sabit buhar basıncındadır ve taşıyıcı gaz tarafından reaktöre taşınır, taşınan kaynaklar sıcak susceptor üzerinde bulunan altta üzerine yaklaşırken yavaş yavaş ısınır ve ayrışır (piroliz olayı). Susceptor, gaz dağılımının asimetriğini engellemek adına büyütme şartlarının ortalamasını alarak homojen bir büyütme için döndürülür. Kullanılmayan kaynak ve reaksiyon ürünleri parçacık filtresinden daha sonra scrubber sisteminden geçirilerek zehirli kaynaklar tuzaklanır ve zararsız olan atıl gazlar egzozdan atılır.



Şekil 2-1 MOCVD sisteminin şematik diyagramı

Nitrit-MOCVD sisteminde tabakaları büyütme için kullanılan tipik grup III MO öncüleri: trimetilalüminyum (TMAI), trimetilindiyum (TMIn), trimetilgaliyum (TMGa) ve trietilgaliyum (TEGa)'dur. Fakat TMGa buhar basıncı, TEGa buhar basıncından yaklaşık 30 kat yüksek olması nedeniyle az kaynak tüketimi için çoğunlukla TMGa kaynağı kullanılır (STOCKMAN, 1994). Azot atomları için kullanılan kaynak genel olarak amonyaktır (NH_3). Amonyak, özellikle indiyum alaşım içeren tabaka büyütme sıcaklığında güçlü N-H bağı nedeniyle düşük piroliz olma olasılığından dolayı ideal bir kaynak değildir. Ancak, yüksek saflıkta fiyatının uygun olması, ayrıca diğer kaynaklardan üretilen azot için kullanılan kaynakların daha

toksik, yanıcı veya patlayıcı olması araştırmacıları genel olarak azot atomları için NH_3 kaynağına yönlendirir. Katkı atomları için n-tipi katkılamada SiH_4 (silan) kaynağı ve p-tipi katkılamada bis-cyclopentadienylmagnesium (Cp_2Mg) kaynakları kullanılır.

MOCVD sisteminde, kaynaklar reaktöre taşınırken, bir elektronik kontrolör ve valfler yoluyla kontrol edilerek dağıtılır. Metalorganik kaynaklar, buhar basıncını kontrol etmek ve stabilize etmek için sıcaklığı ayarlanabilen termal banyo içinde tutulurlar. Taşıyıcı gaz (H_2 veya N_2) kütle akış kontrolöründen (MFC) istenilen miktar ayarlanarak MO kabarcıklandırıcısına (bubbler) girer. MO kaynağına giren taşıyıcı gazın baloncuk biçimindeki çeperine, buhar fazındaki MO kaynağı yapışır. Böylece katı veya sıvı fazda olan metalorganik kaynaklar haznenin dışına taşınır. Baloncuktaki basınç, bir basınç kontrolörü tarafından kontrol edilir. 3D büyütme modunda adaların birleşmesini belirleyen parametrelerden biri III ve V akışlarının molar oranıdır. Reaktöre gönderilen kaynağının molar akış oranı, MO kaynağının buhar basıncı P_{mo} , kaynak basıncı P_c ve taşıyıcı gaz akış miktarı MFC Q_s ile belirlenir.

$$X_{\text{MO}} \left[\frac{\text{mol}}{\text{min}} \right] = \frac{Q_s [\text{sccm}]}{22400 \left[\frac{\text{sccm}}{\text{mol}} \right] \times \left\{ \frac{P_{\text{MO}}}{P_c - P_{\text{MO}}} \right\}} \quad [2-1]$$

Reaktör ortamına taşınacak gazın yeterli hızını sağlamak için, molar akış oranını etkilemeyen bir başka itme (PUSH) MFC Q_p vardır. Reaktör (run) hattı ve egzoz (vent) hattı, büyüme arayüzünde keskin bir geçiş olmasını sağlamak için kullanılır. Büyüme aşaması başlamadan önce, gazların stabilize olması için belli bir süre vent hattı üzerinden geçirilerek egzozu doğru akıtılır. Büyüme aşamasına geçildiğinde, pnömatik vana run hattına döner ve reaktifler reaktöre gönderilir. Reaktör / egzoz valfleri, gaz anahtarlama geçişini kısaltmak için reaktöre mümkün olduğunca yakın yerleştirilir. Bu hatlar arasındaki basınç, valf değiştirildikten sonra salınımın önüne geçmek için aynı seviyeye ayarlanır. MOCVD'deki bu reaktör tasarımı ile çok keskin ara yüzeye sahip çok ince superörgü büyütme yapılabılır (Demir, 2016).

Reaktör içerisindeki MO öncülerinin molar akış oranı, termal banyonun sıcaklığı değiştirilerek değiştirilebilir. MO kaynaklarının molar akış oranını belirlemek ve kontrol etmek için gaz konsantrasyonu belirleme sistemi (Epison) kullanılır (Şekil 2-2). Epison, boru hattındaki MO öncülerinin taşıyıcı gaz karışımı içerisinde konsantrasyonunu ultrasonik bir dalga göndererek hesaplar. Ultrasonik dalganın alıcısı

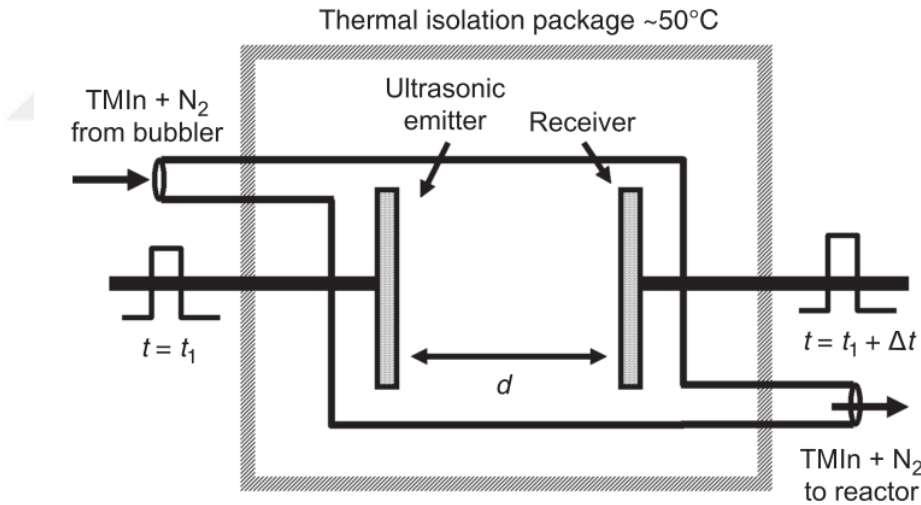
ve vericisi arasındaki seyahat zamanı (Δt) ve mesafe (d) bilinirse dalganın hızı v hesaplanabilir;

$$v = \frac{d}{\Delta t} = \left(\frac{\gamma RT}{M} \right)^{\frac{1}{2}} \quad [2-2]$$

Burada γ gaz karışımının öz ısısı, R evrensel gaz sabiti ($R=8,3143 \text{ JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$), T hücrenin sıcaklığı (K) ve M gaz karışımının moleküler ağırlığıdır. Burada MO ve taşıyıcı gazın oluşturduğu spesifik bir gaz karışımı söz konusu olduğundan;

$$\gamma = x\gamma_{MO} + (1 - x)\gamma_C \quad \text{ve} \quad M = xM_{MO} + (1 - x)M_C \quad [2-3]$$

γ_{MO} ve M_{MO} sırası ile MO öncülerinin öz ısı ve moleküler ağırlığıdır. γ_C ve M_C taşıyıcı gazın sırasıyla öz ısı ve moleküler ağırlığıdır. Bu eşitliklerin çözülmesiyle MO konsantrasyonu belirlenir. Kapalı döngü modu kullanılarak istenilen MO konsantrasyonuna bağlı olarak kaynak MFC'si Q_s ve push MFC'si Q_p 'nin akış oranları arayüz tarafından değiştirilerek ayarlanabilir.



Şekil 2-2 Gaz konsantrasyonu izleme sistemi (Epison)

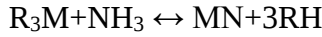
Epison çoğunlukla TMIn kaynağında kullanılmaktadır. TMIn kaynağı oda sıcaklığında katıdır ve çok düşük buhar basıncına sahiptir ($17 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de yaklaşık 0,85 Torr). TMIn kaynağının, buhar basıncının düşük olması nedeniyle, reaktör ortamına istenilen düzeyde TMIn taşınması için taşıyıcı gaz yüksek akış oranlarında kullanılır. Bu durum, TMIn'in molar akış oranı doygunluğa ulaştıracak ve süblimasyon oranı yüzey alanının sınırlı olması nedeniyle yeterli buhar sağlayamadığından verimi giderek düşürecektir.

TMIIn ile ilgili diğerk bir konu, kaynak ierisinde gzenekli yapıdaki bazı blgelerin zamanla byyp bir araya gelmesidir. Bu durum yzey alanının zamanla azalması ve bunun sonucunda kaynağın verimliliğinin zamanla dşmesine neden olur. Bu nedenle, reaktre giren TMIIn konsantrasyonunu izlemek, In ierikli malzeme bytmelerinde olduka nemlidir (Razeghi, 1995).

2.1.2 Bytme Mekanizması

MOCVD sisteminde gerekleřtirilen GaN bytmesinin basitleřtirilmiř byme mekanizması řekil 2-3'de gsterilmektedir. GaN tabanlı MOCVD reaktrnde tařıyıcı gaz trleri H_2 ve N_2 'dir ve bytme esnasında gaz ambiyansının byk bir oğunluğunu tařıyıcı gazlar oluřturur, ancak bazı durumlarda NH_3 'n priloz olma olasılığı dřk olması nedeniyle fraksiyonu % 50'ye kadar ıkabilir. MO ncleri, alttař yzeyine ulařmak iin karıřık gaz atmosferi boyunca yayılacaktır. ncler alttař yzeyine yaklařtıkk ısınır ve eřitli trlere ayrıřmaya bařlar. MO trleri yzeye ulařtıktan sonra, kristalde kendine en uygun alanı bulana kadar yzey zerinde yanal olarak yayılacaktır. N-H bağ kuvvetini yksek olması nedeniyle, azot olası miktarını arttırmak adına, NH_3 kaynağı reaktre fazla gnderilir. Bu nedenle byme hızı (bazı olasılıklar ihmal edilerek) genellikle MO ncllerinin alttař yzeyine gelme miktarına baėlıdır. Yzey reaksiyon kinetiğı, MO ncllerinin buhar basıncının alttař yzeyinde nerdeyse sıfır olduėu varsayılarak yzey kinetiğinin yeterince yksek olduėu dřnlr. Bu, gaz fazındaki MO trlerinin alttař yzeyinde rahat hareketini saėlayacak ve tabaka oluřumunda yksek konsantrasyonlu blgeden dřk konsantrasyonlu blgeye doėru MO'den ayrılan nc atom trleri zerinde bir difzyon kuvveti oluřturacaktır (bu sre adalar zerine tabakaların yanal bymesini ve yanal byme sonucunda adaların yeniden birleřmesini saėlar). MO ncleri iin bir bařka itici g, yksek basınlı blgeden (gaz giriři) dřk basınlı blgeye (egzoz) doėru iten toplam reaktr gazının tařınım gcdr. Gaz fazındaki kaynakların reaksiyona bařladıėı blge sınır tabakası olarak bilinir. Sınır tabakası, bytme basıncı-sıcaklığı gibi parametreler ile geniřler veya daralır. Bu nedenle kaynakların alttařa ulařmadan nceki kimyasal reaksiyonun gerekleřtirdiğı blgenin daraltacak veya geniřletecek parametrelerin etkisinin incelenmesi zellikle heteroepitaksiyel bytmelerde olduka nemlidir (Zembutsu, 1987).

III-N grubu büyütmeler için genel reaksiyon biçimi;

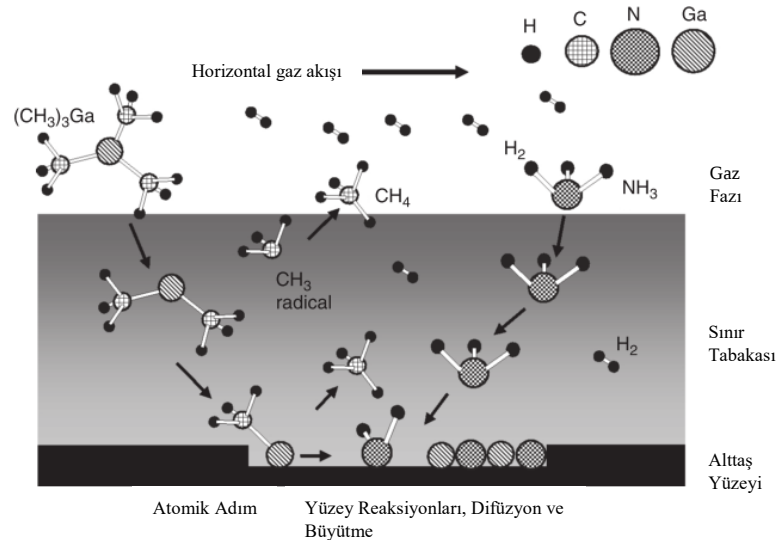


[2-4]

ile verilir. Burada, R metil (CH_3) ya da etil (C_2H_5) gibi alkil grubunu, M galyum (Ga), alüminyum (Al) ya da indiyum (In) gibi III grubu metalleri, N, azotu, H ise hidrojeni temsil etmektedir.

Büyütme aşamasında gerçekleşen örnek bir kimyasal reaksiyonun aşağıda adım adım gösterilmektedir ;

- 1 Gaz fazındaki reaktiflerin taşıyıcı gaz ile altaş üzerine taşınması.
- 2 Reaksiyon ortamına moleküllerin difüzyonu.
- 3 Altaş yüzeyi üzerinde adsorpsiyonu (moleküllerin, temas ettikleri yüzeydeki çekme kuvvetlerine bağlı olarak o yüzeye birleşmesidir.).
- 4 Moleküllerin kristalleşme bölgelerine göçü.
- 5 Kimyasal ayrışma.
- 6 Yan ürünlerin desorpsiyonu ve reaksiyon ortamından difüzyon ve konveksiyonu.
- 7 Yan ürünlerin reaktörden taşınması.



Şekil 2-3 MOCVD ile GaN büyütmesinde gerçekleşen büyütme mekanizması

Düşük büyütme sıcaklıklarında, büyüme oranı yüzey reaksiyonları ile sınırlıdır. Örneğin GaN tabakası, GaN ile safir arasındaki ara yüzey serbest enerjisini düşürmek için

başlangıçta yaklaşık 500 °C büyütme sıcaklıklarında gerilimsiz (strain relax) büyütülür. Büyütme sıcaklığının artması ile çekirdeklenme tabakasının büyüme oranı TMGa ve NH₃ akışları aynı kalmasına rağmen artacaktır. Büyüme sıcaklığı daha da arttırıldığı zaman, yüzey üzerinde reaksiyona giren türlerin difüzyon oranlarının sınırlı olması nedeniyle büyüme oranı doygunluğa ulaşır.

Nitrit epitaksiyel tabakların büyütülmesinde kullanılan sıcaklık ortalama taşınım rejimi (mass transport regime) içerisinde. Bu rejimde tabakanın büyüme oranı (Li J. , 2019)

$$R_g \sim \rho D \left(Y_{Mak} - \frac{Y_{Yüzey}}{\delta} \right) \quad [2-5]$$

$$\rho = PT^{-1} \text{ ve } D = T^{1,7} P^{-1} \quad [2-6]$$

Burada ρ gaz yoğunluğu, D MO türlerinin difüzyon katsayısı, Y_{Mak} yüzey üzerindeki maksimum MO konsantrasyonu, $Y_{Yüzey}$ yüzey üzerindeki MO konsantrasyonu, δ sınır tabakasının genişliği, P reaktör basıncı ve T gaz sıcaklığıdır. Denklemlerden de görüldüğü üzere basınç gaz yoğunluğu ile doğru orantılı, difüzyon katsayısı ile ters orantılıdır. Dolayısıyla ortalama taşınım büyüme rejimi bölgesinde, büyüme hız değişimi basınçtan bağımsızdır. Büyüme oranının reaktör basıncına bağlılığı gaz fazındaki öncülerin paristik reaksiyonlarından dolayıdır. Gaz fazı reaksiyonları için büyütme şartları düzgün ayarlanmadığı takdirde basınç arttırıldığında büyüme oranı ve numunenin yüzey morfolojisinde önemli bir değişim olur. Sıcaklık daha da arttırıldığında büyüme oranı; reaktör çeperlerine depolanmanın artması, tabaka üzerine öncülerin difüzyonunun artması nedeniyle tutunamaması ve numune yüzeyinden öncü türlerinin kusması gibi nedenlerden dolayı düşer.

Tablo 2-1MOCVD sistemi ile gerçekleşen büyütme mekanizması üzerine güçlü bir etkiye sahip olan azot (N₂) ve Hidrojen (H₂) taşıyıcı gazlarının önemli özellikleri Tablo 2-1'de özetlenmiştir. Azot atomlarının yoğunluğu moleküler ağırlığından dolayı hidrojen atomlarının yoğunluğundan 14 kat fazladır. Reaktöre gönderilen N₂ gazı aynı akış oranlarında H₂ taşıyıcı gazından daha fazla akış momentumuna sahiptir. Dolayısıyla, N₂ gazı reaktör içerisinde en derin bölgelere ulaşır. Reynold sayısı laminar akışın, türbilanslı akışa oranıdır. N₂ gazının Reynold sayısı, H₂ gazınınkinden daha büyüktür. Bu nedenle N₂ gazında, gaz dağılım gradyanti (jetting phenomenon) daha belirgindir. H₂ gazı, N₂ gazından daha fazla termal iletkenliğe sahiptir. Bu durum, N₂ gazı altında büyütmelerde, N₂ gazının arttırılmasıyla sıcaklığın azalmaya başlaması ve

bunun sonucunda MO gazlarının daha geç piroliz olmasına neden olur. N_2 gaz atmosferi boyunca MO türlerinin difüzyon katsayısı H_2 gazınınkinden çok daha düşüktür. Bu konunun anlaşılması için en iyi örnek InGaN tabakasının büyütülmesidir. H_2 atomunun küçük atomik yarıçapından dolayı InGaN tabakasının büyütülmesinde indiyum içeriği, H_2 gazının In atomlarının yapıya girmesini önemli derecede etkilediğinden, yapıdaki In alaşım oranı oldukça düşüktür. Bu nedenle InGaN büyütmelerinde H_2 taşıyıcı gazı yerine N_2 taşıyıcı gazı kullanılır. N_2 atmosferinde büyütülen InGaN tabakasının büyüme oranı H_2 atmosferi altında büyüyen GaN tabakası ile kıyaslandığında, N_2 atmosferinde MO türlerinin daha düşük difüzyon katsayılarından dolayı daha düşüktür.

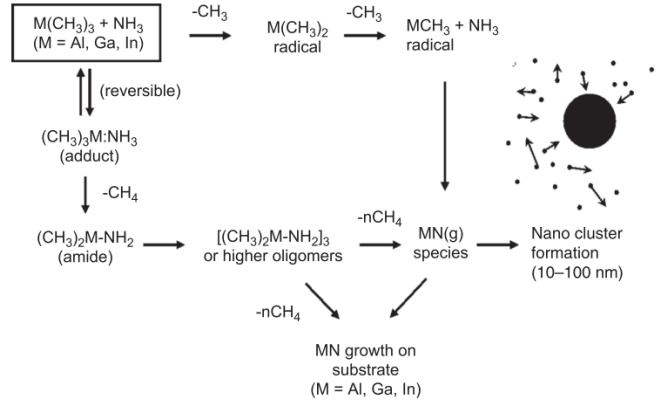
Tablo 2-1 Hidrojen ve Azot kaynaklarının gaz özelliklerinin karşılaştırılması

Özellik	Karşılaştırma	Büyütmeye Etkisi
Yoğunluk	$\rho(N_2)=14\rho(H_2)$	N_2 daha yüksek akış momentumuna sahiptir.
Reynolds Sayısı	$Re(N_2)\sim 8Re(H_2)$	N_2 daha belirgin gaz dağılım gradyanına sahiptir.
Termal iletkenlik	$T(N_2)\sim 0,1T(H_2)$	N_2 MO öncülerini daha geç ayırıştırır.
MO türlerinin difüzyonu	$D(N_2)\sim 0,2D(H_2)$	N_2 atmosferindeki MO türleri daha düşük difüzyon katsayısından dolayı daha düşük büyüme oranı

Nitrit tabakaların MOCVD sistemi ile büyütülmesinde, büyütme basıncı tipik olarak 30-1000 mbar basınç aralığında gerçekleştirilir. Reaksiyon gazlarının, gaz bulutu içerisinde olması nedeniyle reaksiyon gazlarının ortalama serbest yolu oldukça kısadır. Bu nedenle reaksiyon gazlarının, alttaş yüzeyine ulaşmadan önce aralarında etkileşimleri kaçınılmaz olur.

$M(CH_3)_3$ ve NH_3 arasında yaygın olarak kabul edilen gaz fazı reaksiyonu modeli Creighton ve diğerleri tarafından önerilmiştir (Zuo, 2012). Gaz fazının piroliz olayını ve bunun sonucunda parçacık oluşumu için Şekil 2-4’de gazın tercih ettiği iki yol gösterilmektedir. Bu modele göre, TMGa ve TMIn, metil gruplarının ayrışmasının gerçekleştiği, 10-100 arasında GaN veya InN çekirdeği oluşturmak üzere NH_3 ile reaksiyona giren mono-metil-gallium veya mono-metil-indiyumların olduğu üst yolu tercih eder. TMAI kaynağı ise alt yolu tercih eder. Bu iki yol arasındaki fark üst yolda olduğundan daha düşük bir reaktör sıcaklığında gerçekleşmesi nedeniyle alt yolda,

ayrışma sonucunda metil ligand oluşmamasıdır. Bu durum yüksek alüminyum konsantrasyonuna sahip AlGaN alaşımlarının MOCVD reaktöründe büyütülmesinin neden zor olduğunu açıklayabilir.



Şekil 2-4 Ga(CH₃)₃ / NH₃ gaz faz reaksiyonları için iki farklı reaksiyon yolu

Çekirdekler alttaş yüzeyine doğru yayılıp birikmeye başlayarak katmanın büyümesi gerçekleşir. Ayrıca, alttaş yüzeyine birikmek yerine 10-100 nm boyutunda daha büyük nanoparçacıklar halinde de birikirler. Parçacık büyüklüğü 10 ila 100 nm arasında olduğunda, termal difüzyon parçacıkları sıcak bölgeden, soğuk bölgeye sürükler. Dolayısıyla bu parçacıklar büyüme hızına katkıda bulunmayacaktır. Ayrıca oluşan nanoparçacıklar, soğuk reaktör duvarında birikecek ya da gaz akışı ile birlikte egzozu doğru akacaktır. Bu, büyüme oranını düşürecek ve ayrıca doping homojenliğini ve verimliliğini de etkileyecektir. Bir nanopartikülün yarıçapı, reaksiyon bölgesinde kalma süresi ile doğrusal olarak artar. Nanopartikülün tahmini büyüme hızı, alttaş yüzeyindeki büyüme hızından daha yüksek derecelerdedir. Bu, nanopartikülün reaksiyon bölgesinde kalma süresinin uzunluğu bir girdap oluşması durumunda daha fazla olacaktır. Bu nedenle, yüksek MO büyüme verimliliği için, reaktör geometrisinin bir laminar akış alanı oluşturması çok önemlidir.

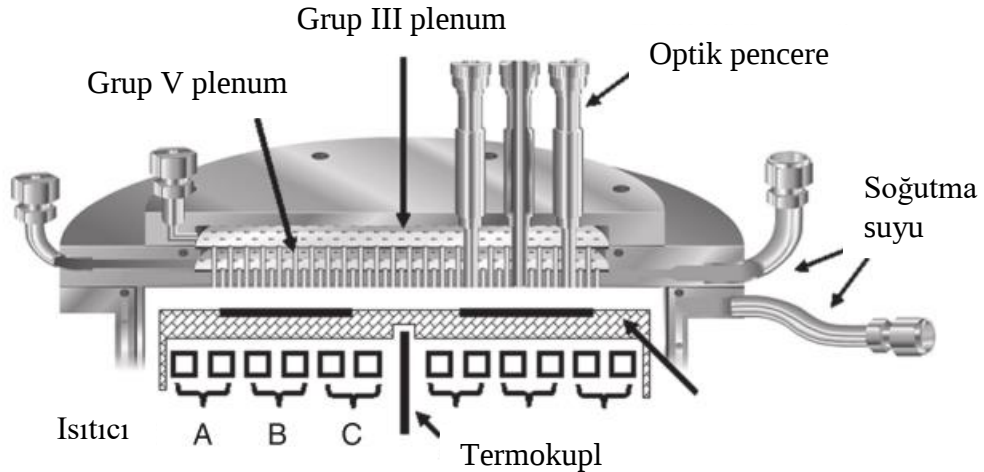
Düşük basınçlarda büyütme, gaz fazı ön reaksiyonunu önlemek için en etkili yoldur. Fakat daha iyi kristal kalitesi için azot boşluklarının oluşumunu baskılamada daha yüksek bir NH₃ kısmi basıncı için GaN-temelli LED'lerin yüksek basınçta büyütülmesi tercih edilir. Bir diğer faktör, reaktörde gazın kalma süresini azaltmaktır. Bu, daha yüksek bir toplam akış hızı ile veya dikey akış uygulanarak elde edilebilir.

2.1.3 Close-Coupled Showerhead (CCS) Reaktör

Close-coupled showerhead (kapalı duş akışı, CCS) reaktörü, reaktif gazının reaktöre küçük çapa sahip tüpler vasıtasıyla susceptörün üzerine düzgün bir şekilde enjekte edildiği bir dikey reaktör türüdür. Dikey bir reaktörde, gaz akışının laminarlığı, buoyancy kuvvetin ve viskoz kuvvetin oranı olan Grashof sayısından belirlenebilir (Smith, 2013). Daha yüksek grashof sayılarında, sınır tabakasında akış türbülanslı; daha düşük grashof sayılarında ise sınır tabakasında akış laminardır. Grashof sayısı;

$$Gr = \frac{\rho^2 g H^3 (T_s - T_0)}{T_0 \mu^2} \quad [2-7]$$

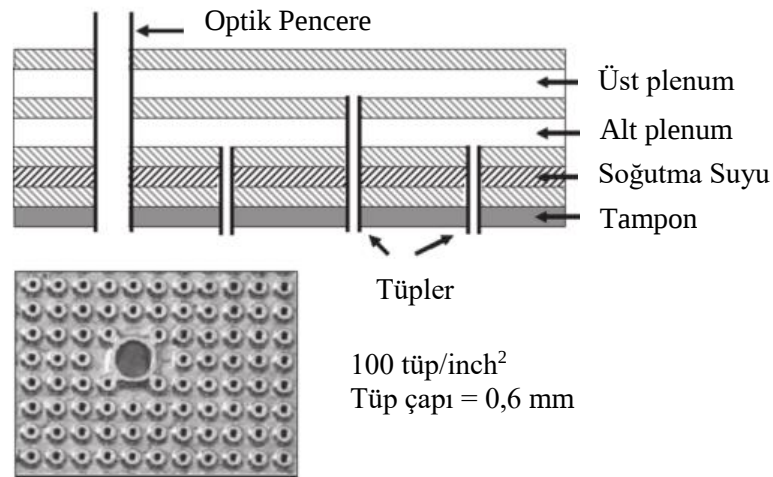
Burada g yerçekiminden dolayı ivmelenme, ρ gaz yoğunluğu, H reaktör yüksekliği, T_s susceptör sıcaklığı, T_0 reaktörün üzerindeki sıcaklık ve μ dinamik gaz viskozitesidir.



Şekil 2-5 Close-coupled showerhead reaktör kesiti

Sınır bölgesinde laminar akış için Grashof sayısının reaktör yüksekliğine kübik bir bağımlılığı, gaz yoğunluğuyla ise karesi ile bağımlılığı olduğundan, gaz girdabını bastırmanın en etkili yolu düşük basınçlarda büyütme yapmak ve susceptör ile showerhead arasındaki mesafeyi azaltmaktır. CCS reaktörünün temel prensip budur ve bu nedenle reaktör yüksekliği mekanik olarak kontrol edilebilir (standart reaktör yüksekliği 11 mm'ye ayarlıdır). Bir CCS reaktörünün showerhead kesiti, Şekil 2-5'de gösterilmektedir. Showerhead, tepkimeye girecek olan gazların ön tepkimesini azaltmak amacıyla III grubu MO öncüllerini ve V grubu hidrit gazlarının ayrı ayrı geldiği iki plenum (Kanal) içerir. Bu alt ve üst kanallarda bulunan tüpler reaktöre öncü gazların akışı için kullanılır. Susceptor bir kuvars destekleyici (susceptor support) üzerine yerleştirilir ve dirençli bir ısıtıcı ile ısıtılır. Susceptor, homojen bir sıcaklık için

ısıtmadaki herhangi bir sapmanın ortalamasını almak için 50-100 rpm hızında dönderilir. Susceptorün dönüş hızı, akış alanını etkilemeyecek kadar düşük tutulmaktadır. Alttaşlar, 6x2, 3x3, 4x1 6x1 gibi özel tasarlanmış SiC kaplı susceptor üzerine yerleştirilir. Isıtıcı, farklı bölgelere sahip olan (zoneA, zoneB, zoneC) tungsten gibi ısıya dayanıklı metalden yapılmıştır ve her bir bölgede bulunan ayrı güç kaynağı ünitelerinden beslenir. Genellikle 6 inch için tasarlanmış reaktörlerde, ısıtıcı üç bölgeye sahiptir. Daha büyük yüzey alanı ve artan termal radyasyon nedeniyle, susceptorün kenarındaki ısı dağılımı, merkezinden daha yüksektir. Bu nedenle, en yüksek güç, tüm alıcı üzerinde eşit bir sıcaklık dağılımı sağlamak için kenardaki ısıtıcı bölgesine verilir. Reaktör sıcaklığını kontrol etmek için, susceptorün hemen altında bir termocouple (ısıölçer) vardır. Showerhead, sıcak olan susceptor yüzeyinden sadece 11 mm uzakta olduğundan, ön reaksiyonları azaltmak için susceptor ile plenumun arasında bir soğutma suyu döngüsü mevcuttur. Büyütme anında, bu soğutma suyunun sıcaklığı sabit bir değere (tipik olarak 50 ° C) ayarlanır. Ayrıca, reaktörün genelinde 20 ° C'de olan ayrı bir soğutma suyu döngüsü vardır. Her iki soğutma suyu döngüsü de, büyütmenin kararlılığı için son derece önemli olan termal bir sınır oluşturur. MO öncüllerinin termal olarak piroliz olasılığı, hidritten daha kolaydır, bu nedenle üst plenumda alt plenuma oranla mümkün olduğunca daha soğuk tutulur.



Şekil 2-6 Showerhead'in ara kesiti ve üzerinde bulunan tüpler

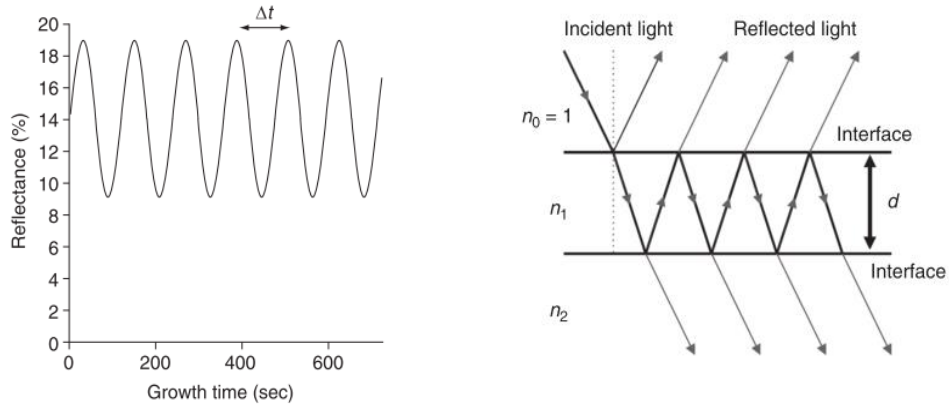
Showerhead'de bulunan plenumlar, tüpler ve optik görüntü portları Şekil 2-6'da gösterilmektedir. Enjeksiyon tüpleri, reaktif gazların iyi karışmasını sağlamak için temel olarak bir grup III tüpünü, dört adet grup V tüpünün çevreleyeceği şekilde tasarlanmıştır. Bir enjeksiyon tüpünün çapı 0,6 mm'dir ve birim inch alan başına 100 tüp düşer. Boruların çapı ve yoğunluğu, bir boru içindeki basınç düşüşünün tüm plenumdaki

basınç düşüşünden çok daha yüksek olması kriterini karşılar. Bu, plenumun belirli bir yerine iletilen gazın tüm tüplere düzgün şekilde enjekte edilmesini sağlamak için önemlidir. Görüntü portları, showerhead üzerinde bulunan yerinde (in-situ) ölçüm sistemi için kullanılır. Bu görüntü portları üzerine kaplama olmaması için büyüme sırasında kaplamayı önlemek adına purge gazı bu alanlara gönderilir.

2.1.4 Yansıma Ölçümleri

Yansıma ölçümleri için belirli bir dalga boyuna sahip ışık kaynağı reaktörün üzerinde bulunan görüntü portundan alttaşın üzerine gönderilir ve alttaş üzerine düşen lazer yansıyarak tekrar aynı görüntü portu üzerinden fotodetektöre geri döner. Yansımanın şiddeti, katmanın kırılma indisine, ara yüzey pürüzlülüğüne, ışığın malzeme tarafından emilimine ve katmanın morfolojisine bağlı olarak değişir. Yansıma eğrisi ile büyütme anında epitaksiyel tabakanın büyüme hızı ve yüzey morfolojisi hakkında genel bilgi sahibi olunur.

Safir alttaş üzerine büyütülen III-Nitrür tabakalarının yansıma ölçümü, 950 nm, 880 nm ve 633 nm gibi bu malzemeler için geçirgen dalga boylarına sahip lazer ışık kaynakları kullanılarak yapılır. Yapı üzerine düşen ışığı yansıtan ikiden fazla arayüz olduğu zaman Fabry-Pérot (FP) salınımlarına oluşur. Şekil 2-7’de bir FP salınımı gösterilmektedir.



Şekil 2-7 Safir alttaş üzerine GaN tabakasının büyütülmesi esnasında n_1 ve n_2 farklı indislerine sahip olması nedeniyle oluşan yansımanın Fabry-Pérot osilasyonu

Yansıtılan ışığın optik yolu, malzemedeki ($m\lambda/n_1$) dalga boyunun bir tamsayısı katı ise, yapıcı girişim oluşur ve yansıtılan ışığın kuvvetli yoğunluğu ölçülür. Optik yol $(m + 1/2)\lambda/n_1$ ise, yansıtılan ışığın yoğunluğunu azaltan yıkıcı girişim oluşur ve yansıtılan ışığın düşük yoğunluğu ölçülür. Katmanın kalınlığı büyüme sırasında arttıkça, ışık

dönüşüm eğrisinde yapıcı ve yıkıcı girişim nedeniyle tepeler ve çukurlar şeklinde osilasyonlar oluşur. Işığın geliş açısının yüzey ile normal yapıp yansıdığı varsayılarak girişim olayından;

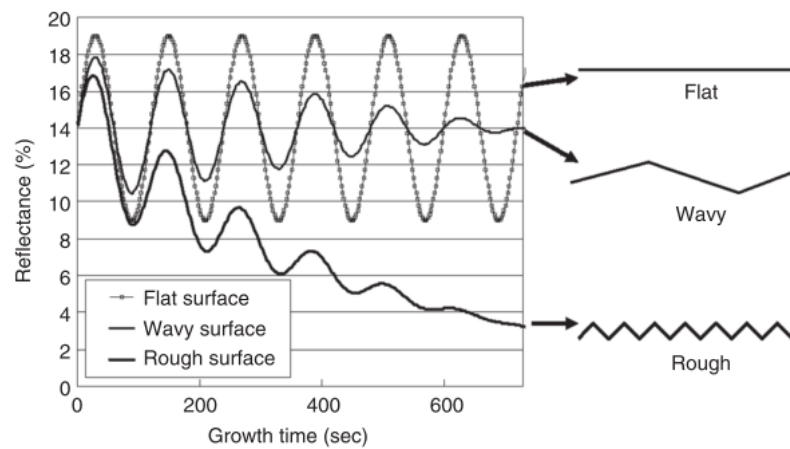
$$2d_1 = m\lambda/n_1 \text{ ve } 2d_2 = (m + 1)\lambda/n_1 \quad [2-8]$$

Burada d_1 ve d_2 büyütme süresinin başlangıcı ve bitişini λ , lazer ışının dalga boyunu ifade eder ve m tamsayıdır. Dolayısıyla büyüme oranı;

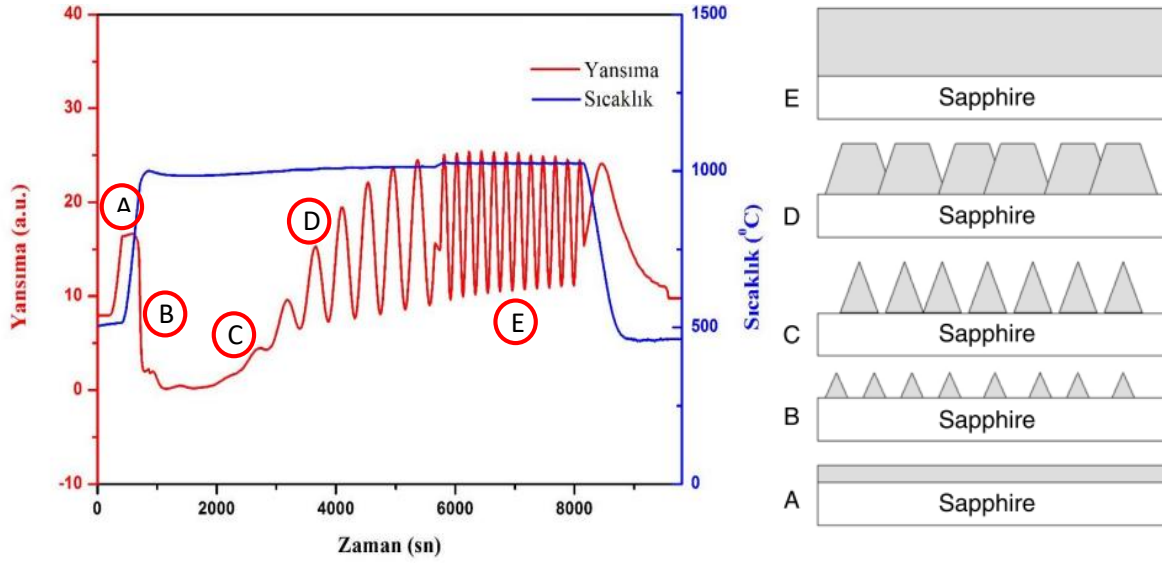
$$R_g = (d_2 - d_1)/\Delta t = \lambda/(2n_1 \Delta t) \quad [2-9]$$

Bir salınım döngüsü için kalınlık değişimi $\lambda/(2n_1)$ 'dir. Daha kısa dalga boylarında, büyüme oranı hesaplaması için gereken bir tam salınım döngüsü için gerekli olan katman kalınlığı daha incedir. Bu nedenle, III-N tabanlı cihaz yapısındaki ince bir tabakanın büyüme hızını hesaplamak için 405 nm gibi daha kısa bir dalga boyuna sahip refractometre kullanılması daha faydalıdır.

GaN epitaksiyel büyümesinde bulunan üç tipik yüzey morfolojisinin (düz, dalgalı ve pürüzlü) davranışı Şekil 2-8'de gösterilmektedir. Dalgalı bir yüzeye gelen ışık katman içindeki farklı uzunluklardaki yolları izleyeceğinden ışığın tutarlılığını azaltacaktır. Bu nedenle toplam kalınlık arttıkça girişimin genliği kademeli olarak azalacaktır. Pürüzlü bir yüzey ele aldığımızda, gelen ışığın pürüzlü yüzey tarafından saçılması sonucunda detektöre yansıyan ışığın yoğunluğu azalacağından yansıma şiddeti yüzey pürüzlülüğü arttıkça düşecektir. Yüksek verimli optoelektronik aygıtların üretilmesi için keskin bir yüzey önemlidir. Dolayısıyla büyütme anında yansıma eğrisi takip edilerek yüzey morfolojisi hakkında kısmen bilgi sahibi olunur.



Şekil 2-8 GaN tabakasında üç farklı yüzey morfolojisinde yansıma sinyalinin değişimi



Şekil 2-9 Yüzey morfolojisine bağlı olarak değişen yansıma eğrisinin A: Çekirdeklenme tabakası, B: Yeniden kristallenme, C: 3D ada büyütme, D: Yeniden birleşme 3D-2D, E: Tabaka tabaka büyütme

950 nm ışık kaynağı kullanılarak yerinde yansıma ölçümüyle izlenen safir alttaş üzerine Ermaksan optoelektronik Ar&Ge merkezinde büyütülen GaN tabakasının yansıma ölçümü Şekil 2-9'da gösterilmiştir. Yalın safir alttaşın 950 nm dalga boyu için yansıması % 7.8'dir. Başlangıçta düşük sıcaklıkta amorf olarak büyüyen GaN çekirdeklenme tabakasının safir alttaşın farklı kırılma indisine sahip olması nedeniyle yansımanın şiddeti değişir. Yansıma eğrisinin bu değişiminden, büyütülen GaN tabakasının kalınlığı çıkarılabilir. Daha sonra yüksek sıcaklıklara çıkılarak çekirdeklenme tabakasının yeniden kristallenme süreci başlar. Amorf GaN çekirdeklenme katmanının nispeten düz yüzeyi, sıcaklığın artması ile 3D GaN polikristal adalarına dönüşür. Bu yüzeye gönderilen ışığın adalar üzerinde saçılmasıyla yansıma eğrisinin şiddeti azalır. Daha sonra TMGa öncüsü reaktöre dahil edildiğinde, GaN adaları üzerine GaN tabakası üç boyutlu olarak büyümeye başlar ve ışığı daha fazla saçarak yansıma şiddeti neredeyse sıfır değerine kadar düşer. Büyütme devamında, adalar genişleyerek birbirleriyle birleşmeye başlar. Yansıma eğrisi, adalar tamamen birleşene kadar periyodik olarak artmaya başlar. Periyodik salınım; adaların kesik piramit şeklinde adalara dönüşmesi sonucunda FP girişiminden gelir. Osilasyon eğrisinin doymuş bir seviyeye ulaşması 3D büyütme modunun bitmiş olduğunun bir göstergesidir. Daha sonra tabaka tabaka büyüme gerçekleşir ve tabaka kalınlığı arttıkça lazer ışığının safir alttaş difüzyonuna bağlı olarak FP osilasyonu oluşmaya devam eder.

2.1.5 Sıcaklık Ölçümü

MOCVD ile malzemelerin büyümesinde, alttaş sıcaklığı önemli bir parametredir. Büyütmenin tekdüzeliği için alttaş üzerindeki sıcaklığın stabil olması istenir. Çünkü önceki bölümlerde anlatıldığı üzere sıcaklık, büyüme rejimini önemli derecede etkilemektedir. Özellikle safir alttaş üzerine nitrit büyütmelerinde çekirdeklenme tabakası, yeniden kristallenme ve 3D-2D büyütme süreçleri spesifik sıcaklıklarda gerçekleşmesinden dolayı yüzey sıcaklığının doğru tayini oldukça önemlidir. Ayrıca yüzey üzerindeki sıcaklık farkları numune yüzeyi üzerinde kalınlık farkını oluşması, yapılan optik bir aygıtta ışığın yüzeyin farklı bölgelerinde farklı dalgalarda çıkması gibi nedenler doğurur. Bir alttaş üzerine büyütme gerçekleştirilirken yüzey sıcaklığının kontrolü ve ölçümü ile kararlı bir yüzey sıcaklığı sağlamak numunenin tekdüze büyümesine yardımcı olacaktır.

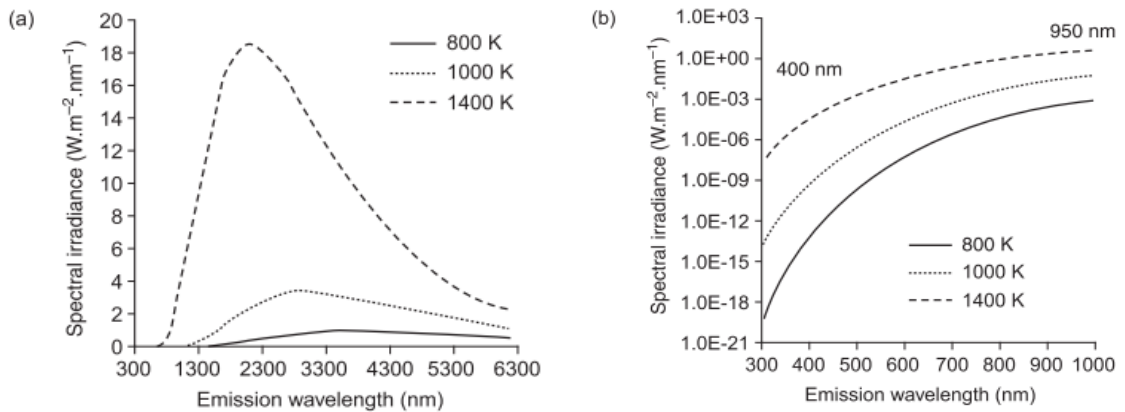
Bir optik pirometre kullanılarak sıcaklık ölçüm prensibi Planck yasasına dayanır. Kısmi sıcaklığın bir fonksiyonu olan kara cisim ışımasının şiddeti için Planck formülü;

$$B_{\lambda}(T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{e^{hc/\lambda kT} - 1} \quad [2-10]$$

Burada h Planck sabiti, c ışık hızı, λ kara cisim ışımasına ait dalgalı, k Boltzman sabiti, T kelvin biriminde sıcaklıktır. Belirli dalgalılarında belirli bir sıcaklıkta radyasyon yayan nesnenin radyasyon şiddetinin belirlenmesiyle nesnenin sıcaklığı belirlenebilir. Gerçekte, farklı özelliklere sahip materyaller, radyasyonun şiddetini etkileyen farklı emisivite değerlerine sahiptir. Şekil 2-10'da GaN büyütmesinde gerçekleşen çekirdeklenme tabakası, GaN tabakası ve MQW bölgesinin büyütme sıcaklıkları olan sırasıyla 800 K, 1000 K ve 1400 K sıcaklıklarda alınan siyah cisim ışımasının spektrumu gösterilmektedir (Meriaudeau, 2003). Bu sıcaklık ölçümlerinde 950 nm dalgalıyuna sahip optik pirometre kullanılır.

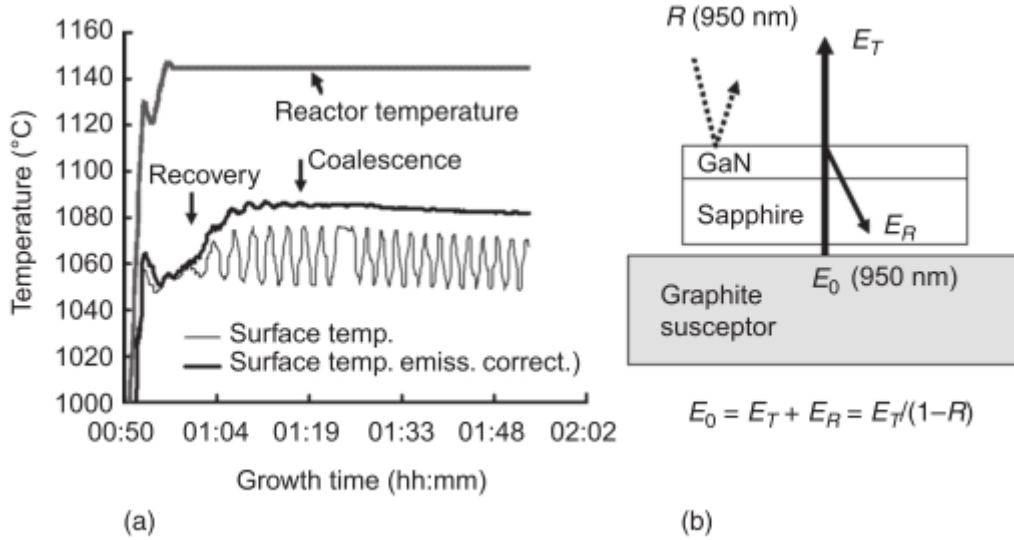
Şekil 2-11'de 950 nm dalgalıyuna sahip optik bir pirometre kullanılarak emisivite faktörü doğrulanmış bir GaN/safir alttaşın yüzey sıcaklık eğrisi gösterilmektedir. 950 nm dalgalıyuna sahip bir pirometre kullanılma nedeni nitrit büyütmelerinde kullanılan GaN, AlN, AlGaIn, safir gibi materyallerin bu dalgalılarında geçirgen olmasıdır. Dolayısıyla susseptörde oluşan termal radyasyon numune yüzeyi üzerinden detektöre aktarılacaktır. Sonuç olarak alttaş yerine çoğunlukla susseptörün termal radyasyonu ölçülür. Bunun durum, alttaş üzerinden veya alttaş üzerindeki ara kesitte oluşan

yansımaların minimize olduğu durumda geçerlidir. Çünkü pürüzlü yüzeylere gelen ışınım saçılacağı için dedektörün algılama şiddeti düşecek, sonuç olarak susceptor sıcaklığını daha düşük gösterecektir. Fakat susceptor'un hemen üzerinde olan malzeme farklı kırılma indisine sahip olması nedeniyle bazı ışınımın optik yolunu değiştirecektir. Dolayısıyla, 950 nm dalgaboyuna sahip lazerin III-N malzemelerinde geçirgen olmasına rağmen yansımanın FP arayüzlerinden dolayı sıcaklık yansıma eğrisi ile aynı sürede salınım ve saçılmalara uğrar. Eğride 3D-2D büyütme modu geçişinde, GaN katmanının yüzeyi 3D büyümesi nedeniyle pürüzlüdür. Dolayısıyla yüzey üzerinde saçılmalar artacaktır. Bu durumda, dedektörün algılama olasılığını düşer, böylece pirometre ile ölçülen sıcaklık, reaktör sıcaklığı ile aynı olsa dahi çok daha düşük görülür. Bu pirometre ile sıcaklık ölçümünde bir dezavantajdır. Güvenilir bir sıcaklık ölçümü elde etmek için saçılmaları minimize etmek adına büyütme başlamadan önce safir alttaş, belirli sıcaklıkta 950 nm lazer ışığı alttaş üzerine gönderilerek yansıması ölçülür ve göreceli olarak pürüzsüz bir yüzey olması nedeniyle radyasyonun orijinal yoğunluğunun geri kazanımı elde edilir.



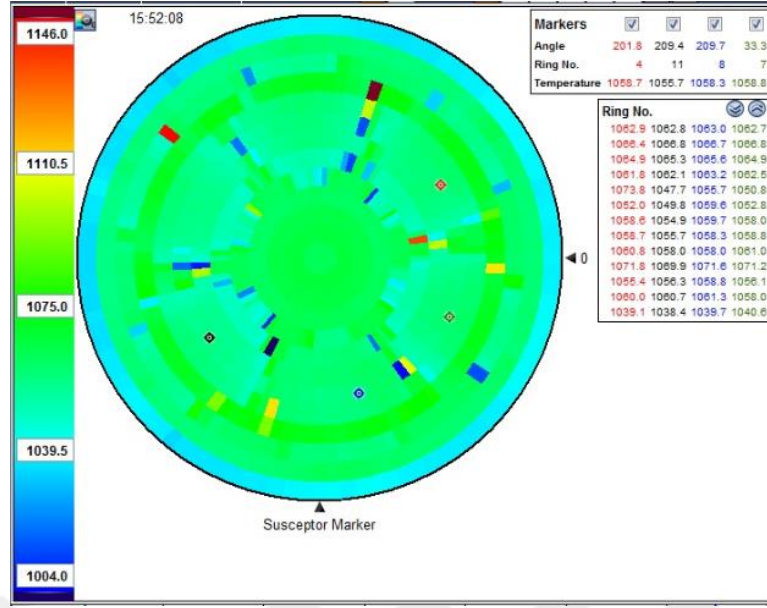
Şekil 2-10 800 K, 1000 K ve 1400 K'de siyah cisim ışımasının spektrumu (a) şiddettin tüm spektrumu, (b) 300-1000 nm aralığında logaritmik skalada şiddetin spektrumu

Elde edilen bu sıcaklık değeri saçılma kayıplarının minimize olduğu yeni sıcaklık değeridir ve bu sıcaklığa susceptor'un emissivity değeri doğrulanmış yüzey sıcaklığı denir. Bu sıcaklık değeri referans alınarak büyütme adımındaki tüm sıcaklıklar doğrulanmış emissivity değeri ile belirlenir.



Şekil 2-11 Safir alltaş üzerine büyütülen GaN tabakasının zamana karşı reaktör sıcaklığı, yüzey sıcaklığı ve emisivite değeri doğrulanmış yüzey sıcaklığı eğrisi, (b) grafit susceptor'ün yüzey sıcaklığının ölçülmesi. Burada E_0 susceptor yüzeyinin radyasyonu, E_R radyasyon kaybı, E_T fotodedektörün algılandığı radyasyondur.

Dikey bir MOCVD reaktörü için, optik görüntü portu, yalnızca, susceptor'ün ana rotasyonu altından geçen susceptor bölgesindeki ölçümleri kapsar ve radyal doğrultuda birkaç nokta için sıcaklık bilgisini sağlar. Bu üç farklı sıcaklık bölgesine sahip bir uygulamada, tüm susceptor üzerindeki sıcaklığı eşit şekilde kontrol etmek için yeterince iyi bir yöntem değildir. Şekil 2-12'de gösterildiği gibi CCS sisteminde, Argus sistemi olarak bilinen tüm susceptor yüzeyi boyunca 2 boyutta sıcaklığın genel haritasını veren doğrusal dedektör dizisi tasarlanmıştır. Doğrusal dedektör dizisi, showerhead'in III gurubu olan üst plenum bölgesinin görüntü portu üzerine monte edilir ve her dedektör, grup III plenum içinde bulunan bir enjeksiyon tüpü ile hizalanır. Susceptörden gelen termal radyasyonu, toplayıcı görevi gören ve radyasyonu filtreleyen çok dar enjeksiyon tüpleri devamında bulunan dedektör tarafından toplanır. Bu nedenle, rotasyon sayesinde tüm susceptör yüzeyi üzerinde, susceptör üzerinde sıcaklık değişiminin genel haritası belirlenir. Her dedektör dizisinde Si ve InGaAs dedektörlerin oluşturduğu birlikte paketlenmiş iki diyot vardır. Böylece 200 nm-1700 nm arasındaki tüm dalga boyu tayfı tespit edilir. Bu durumda üç farklı bölgeden oluşan ısıtıcı gücünün besleme oranları, Argus aracılığıyla sıcaklık değerlerinin yerinde ayarlanmasıyla, tüm susceptor üzerindeki sıcaklık sapması 1 °C hassasiyetle kontrol edilerek yüzey üzerinde tekdüze sıcaklık elde edilir.



Şekil 2-12 Argus'dan alınan 2-boyutlu sıcaklık haritası

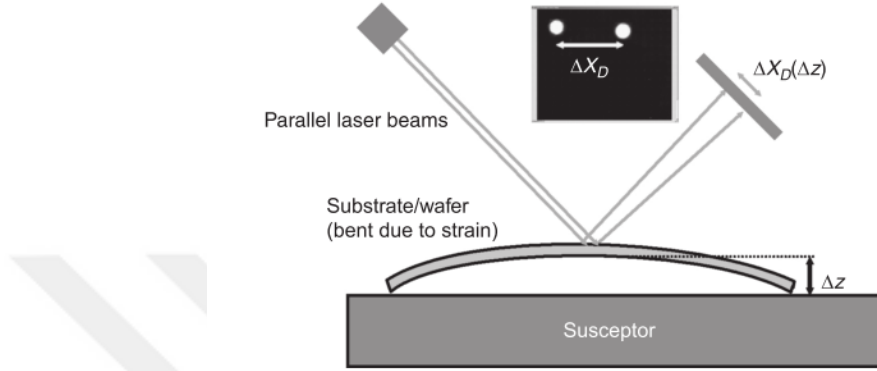
Altaş ve üzerine büyütülen katmanın sıcaklığı pirometre ile susceptör'ün yüzey sıcaklığının ölçülmesi ve Argus ölçümünden alınan sıcaklık dataları kullanılarak büyütme sıcaklığı tahmini olarak belirlenir. Ancak, sıcaklık ölçümünde diğer bir problem yüksek sıcaklıklarda altaşın kavislenmesidir (bowing). Kavislenen altaş her noktada susceptör yüzeyi üzerine eşit şekilde temas etmeyeceği için yüzey üzerine sıcaklık farklılığı oluşacaktır.

2.1.6 Kavis (Curvature) Ölçümleri

Bir önceki bölümde tartışıldığı gibi, altaşın kavislenmesi nedeniyle altaş ve susceptör arasında termal temas farkı olacak ve altaşın yüzey sıcaklığını önemli ölçüde değiştirecektir. Bu nedenle, tabakanın büyümesi sırasında, (özellikle çok ince tabakalardan oluşan bir MQW yapısının büyütülmesi esnasında) altaşın ne kadar kavislendiğinin ölçülmesi ve kontrol edilmesi faydalıdır (Cheng, 2016). Kavis ölçümü için optik kurulum Şekil 2-13'de gösterilmiştir. Bir yarıiletken lazer diyottan çıkan lazer ışını, iki paralel lazer ışını üreten bir ışın ayırıcıdan geçirilir. İki paralel lazer ışını, kavisli altaş yüzeyinde farklı oluşum açılarına sahip olacaktır. Altaş yüzeyinden saçılmaya uğrayıp dönen iki lazer ışını algılamak için bir CCD (charge- coupled-device) kamera kullanılır. Görüntü işleme yazılımı, CCD kamerasında görünen lazer lekeleri arasındaki mesafeyi belirlemek için kullanılır. Mesafedeki bir artış dışbükey yaylanma anlamına gelirken, mesafenin azalması içbükey yaylanma anlamına gelir.

Öklid geometrisine dayanarak, alttaş yüzeyinin eğriliği ve alttaş ve susceptor arasındaki boşluk (Δz) yazılımdan hesaplanan noktalar arasındaki mesafeden çıkarılabilir (Breiland, 2004):

$$\Delta z = R_c \cdot \left(1 - \cos \frac{r}{R_c}\right) \quad [2-11]$$



Şekil 2-13 Büyütme anında numune kavisi ölçümünün optik düzeneği

Burada R_c , kavislenen alttaşın eğrilik yarıçapı ve r alttaş yarıçapıdır. 4 " boyutundaki bir alttaş için büyütme sıcaklıklarında kavis ölçümünde değeri yaklaşık $+100 \text{ km}^{-1}$ (içbükey, konkav) olacaktır. Bu değerde alttaşın kenarında, alttaş ile susceptor arasındaki boşluk $130 \text{ }\mu\text{m}$ kadar büyüktür ve bu durum, alttaşın kenarında yüzey sıcaklığının belirgin bir şekilde düşmesine neden olur (F.H.Yang, 2014). Dolayısıyla buradan alınan veri ile 3 farklı ısıtıcı bölgelerinin güçleri değiştirilerek sıcaklığın yüzey üzerinde eşit hale gelmesi sağlanır.

Tablo 2-2’de, nitrit tabanlı malzemelerin ve bu malzemelerin büyütülmesinde kullanılan alttaşların termal genleşme katsayısı ve örgü sabitleri gösterilmektedir. Tipik büyüme sıcaklığında, ısıtma işlemi, bir alttaşın içbükey bükülmesine neden olacaktır. Çünkü safir alttaşın termal iletkenliğinden dolayı, susceptor ve alttaş tabanının sıcaklığı, alttaşın yüzey sıcaklığından daha yüksek olacaktır. Nitrit tabanlı bir cihazda, tabakalardaki örgü uyumsuzlukları ve termal genleşme katsayısındaki uyumsuzluklardan dolayı tabakaya uygulanan bir gerilme (strain) alttaşın dışbükey kavislenmesine neden olurken, gevşeme (relaxation) alttaşın içbükey kavislenmesine neden olur.

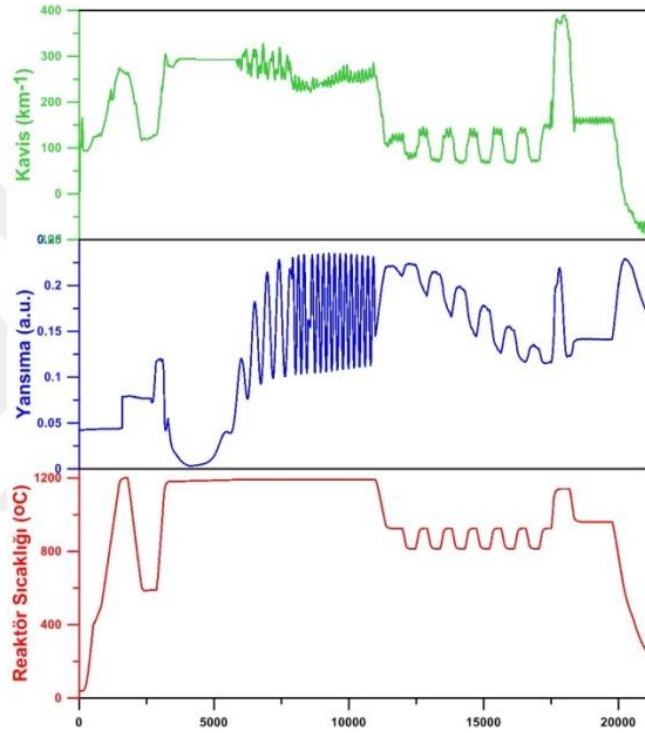
Tablo 2-2 III-Nitritlerin ve alttaşların malzeme özellikleri (Edgar J. H., 1994)

Malzeme	Eksen	Örgü Sabiti (Å°)	Termal Genleşme Katsayısı (10 ⁻⁶ /K)
AlN	a	3,11	5,72
	c	4,978	4,77
GaN	a	3,189	5,59
	c	5,185	7,75
InN	a	3,54	5,7
	c	5,705	3,7
Safir	a	4,758	7,5
	c	12,991	8,5
Si (111)	a	3,84	2,6

Hetroepitaxy’de başka bir değişle pseudomorfik bir büyütme yapılmıyorsa, örgü uyumsuzluğu ve termal genleşme katsayı farklılığını düşürmek için bazen başlangıçta düşük sıcaklıkta büyütme yapılarak ara yüzey serbest enerjisini düşüren gerilme gevşetme tabakası kullanılır. Yüksek verimlerde çalışabilen nitrür tabanlı malzemelerin yapımı, gerilmelerden ve alttaşın kavislenmesinden kaynaklı kusurları baskılayarak mümkündür. Şekil 2-14’de, düşük sıcaklıktaki bir GaN çekirdeklenme tabakası kullanılarak yapılan tipik bir GaN bazlı LED büyüme eğrisi gösterilmektedir.

Yalın safir yüksek sıcaklıkta kusturma aşamasında, alttaşın kalınlığı boyunca termal farklılıktan dolayı, alttaş içbükey kavislenir. Çekirdeklenme adımıdaki kavislenme eğrisi, düşük büyüme sıcaklığında alttaşın kalınlığı boyunca termal farklılığın azalması nedeniyle düşer. GaN çekirdeklenme tabakasının büyütülmesi esnasında, büyütülen tabaka çok ince olduğundan alttaş üzerinde bir gerilme uygulamaz, bu nedenle kavis eğrisinde bir değişiklik olmaz. Yeniden kristalleşme ve 3D adaların birleşmesi aşamalarında, reaktör sıcaklığı tekrar yükselir ve kalınlıktaki termal farklılıktan eğrilik yeniden artar. Çekirdeklenme tabakasının, yeniden kristalleşme ve adaların birleşmesi aşamalarındaki koşullar, GaN epitaksiyel tabakası ile safir alttaş arasındaki gerilmenin ne kadar gevşeyeceğini ve bu aşamalardan sonra 2D katmanlarının büyümesi esnasında alttaş üzerindeki eğriliğin davranışını belirleyecektir. Katkılanmamış GaN tabakasının büyümesinin ön safhalarında, 3D adaların birleşmesi nedeniyle gerilme gevşemesi (strain-relaxation) olur ve bu nedenle kavis azalır. Bununla birlikte, GaN katkılanmaya başladığında kavis artar, çünkü silikon atomları yerine geçtiği galyum atomlarından daha küçüktür ve katlanmamış GaN katmanını üzerinde bir gerilme oluşturur.

Sıcaklık, In atomlarının yapıya girme olasılığını arttırmak için MQW büyümesi için düşürülür. Kavis, LED'teki nitrür bazlı malzemelere kıyasla safir alttaşın termal genleşme katsayısı daha yüksek olması nedeniyle neredeyse sıfıra düşer. Bu, susceptor üzerindeki alttaşın kuantum kuyusunun büyümesi esnasında düz olduğu anlamına gelir. Bu durumda alttaşın yüzey sıcaklığı tekdüze olacak ve bu yüzden MQW'nin emisyon dalga boyu yüzey üzerinde stabil olacaktır. Tüm büyüme süreci boyunca yerinde (in-situ) kavis davranışı izlenerek, hangi katmanın kavis oluşturduğunu belirlemek, büyüme sonunda dışarıda (ex-situ) yapılan çoğu karakterizasyon işlemlerinden daha etkilidir.



Şekil 2-14 LED büyütme sürecinde kavis (curvature) ölçümü

2.2 Yüksek Çözünürlüklü X-Işını Kırınımı (HR-XRD)

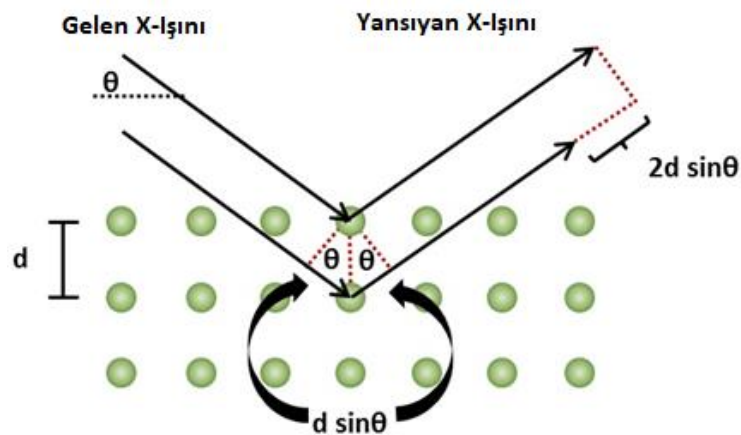
X-ışını kırınımı (XRD), III-N tabanlı malzemelerin tabaka ve aygıt yapılarının kalınlığı, örgü parametresi, gerilme, kompozisyon ve kusur yoğunluklarını numuneye zarar vermeden belirleyen önemli bir tekniktir. Fakat III-N malzemelerinin XRD karakterizasyonu eşsiz zorluklar sunar. Bunun nedeni, bu tür malzemelerin üretimi için kullanılan InN, GaN ve AlN gibi tek kristal alttaş üretimi zor ve maliyetli olması nedeniyle Safir, Si ve SiC gibi alttaşlar üzerine büyütülmesidir. Heteroepitaksi'den kaynaklı, filmde yüksek seviyede gerilmeler ve bu gerilmeler sonucunda nokta kusurlar, ayrıca safsızlıkların tepkimeye girmesiyle yapıda dis-lokasyonlar ve iplik kusurları

(stacking fault) oluşur. Bu durum sonucunda, alttaşın kavislenmesi ve birçok kusur tipinin oluşması nedeniyle XRD’de ölçülen bu tür malzemelerin pik şiddeti göreceli olarak düşük ve geniş çıkmaktadır.

X-ışını kırınımı ile karakterizasyon, kristal örgü uzayına uyumlu dalgaboyuna sahip X-ışını radyasyonu ile bir kristalin atomik düzlemine bağlı açılarda taranmasıyla gerçekleşir. X-ışınları bir vakum tüpü içerisinde bir metali (tipik olarak Bakır(Cu)) elektronlarla bombardıman edilmesiyle elde edilir. X-ışını yüksek enerjisi nedeniyle numuneye nüfuz eder ve kristaldeki her atomu çevreleyen elektron bulutu tarafından saçılır. Yol farkı A-B ($n\lambda$), $2d\sin\theta$ ’ya eşit olduğunda X-ışınlarının saçılmaları arasında yapıcı girişim oluşur (Şekil 2-15). Bu, Bragg yasasının temelidir.

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad [2-12]$$

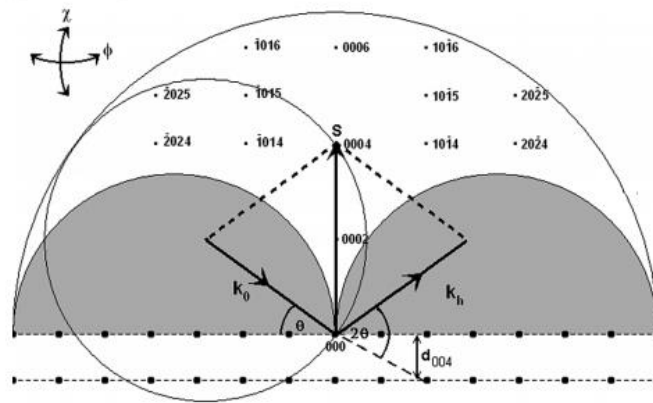
Burada, X-ışınlarının dalgaboyu sabit olması nedeniyle, malzemenin atomlar arasındaki mesafeye bağlı olarak girişim açısı olan 2θ değişmektedir. Kristal, 3 boyutlu olarak gelen ışınımı farklı yönlerde birkaç ışına bölen ve dağıtan periyodik bir yapıya sahip optik bir bileşen görevi görür (diffraction grating), böylece numune ve/veya detektör-kaynak kolu hareket ettikçe 3 boyutlu kırınım deseni dizisi incelenebilir. Her kristal düzlem kümesi, bir saçılma noktası üretir. Saçılmanın şekli ve pozisyonu, kristalin büyüklüğüne ve kristalin düzlemleri arasındaki mesafeye bağlı olarak belli kırılma noktası üretecektir. Sonuç olarak, 3 boyutlu bir örgüde gerçek uzaydaki kristal düzlemi, ters uzayda saçılma noktasına dönüşür.



Şekil 2-15 X-ışınım saçılmasının şematik gösterimi. Burada d kristal düzlemleri arasındaki mesafe, θ gelen x-ışını ile yüzey arasındaki açıyı temsil etmektedir.

Kristalden ters örgünün elde edilmesi için, her kristal düzlemiyle ilişkili olan ters örgü noktaları çizilir. Bu çizimde vektör büyüklüğü $1/d$ (burada d düzlemsel aralıktır) ve orijini belli olan her $1/d$ uzunluğu bir noktayı temsil eder. Bu, her bir düzlem kümesi için, periyodik bir nokta dizisi oluşturuluncaya kadar tekrar edilir. Sonuç olarak, yönelim hem gerçek uzayda hem de ters uzayda aynı kalır, ancak düzlemler arasındaki mesafeler ters çevrilir. Altıgen kristal yapıya sahip sistemler için çoğunlukla dört endeksli (hkil) bir gösterim kullanılır. Hekzagonal yapıda $-(h+k)$ 'ye eşit olan fazlalık i endeksi, (11-20) ve (-2110) gibi düzlemlerin denkleğini göstermede yardımcı olur. Düzlemler arasındaki mesafeyi değiştiren herhangi bir parametre, kırınım noktalarının pozisyonlarını değiştirecektir. Örneğin, safır üzerine büyütülen GaN yapısında örgü uyumsuzluğu nedeniyle büyütülen tabaka üzerinde bir gerinim oluşacaktır. Bu gerinim nedeniyle (0002) düzlemi boyunca kristalin Poisson tepkisi nedeniyle düzlemsel aralıklar artacak, böylece ters uzayda 0002 yöneliminde noktalar arasındaki mesafe azaltacaktır.

Eğer ölçüm yapılmak istenen düzlem için gelen (k_0) ve kırınıma uğrayan (k_h) ışın vektörleri, kristal düzlemi ile ilgili uygun açılara ayarlanırsa, saçılma vektörünün (S , $k_h - k_0$ 'a eşittir) büyüklüğü düzlemin ters örgü noktasında sona ermektedir. Dolayısıyla diğer düzlemler için saçılma vektörleri'nün gelen (w) ve kırınıma uğrayan (2θ) açıları değiştirilerek yönü ve büyüklüğü değiştirilebilir. Şekil 2-16 Ewald küre yapısı kristal düzlemindeki tüm ters örgü noktalarını belirlemek için kullanılır. Aynı vektörler yarıçapı $1/\lambda$ olan bir küre ile birlikte gösterilir. Bu küre, belirli bir dalga boyu λ ve yüzey normali S olan ters örgüde hangi düzlemi inceleyeceğimizi gösterir. θ arttıkça, saçılma vektörünün S uzunluğu mümkün olan maksimum $2/\lambda$ uzunluğa kadar artar (gelen vektörün uzunluğunun iki katı).



Şekil 2-16 Ewald küre yapısı ters uzay geometrisi

Kullanılan X-ışının dalgaboyu ve optik difraktometrenin sınırı nedeniyle ölçülecek olan numunenin tüm saçılma noktalarına ulaşamaz. Ancak w ve 2θ açılara ek olarak φ ve χ değerleri değiştirilerek farklı saçılma noktaları incelenebilir. Gerçekte mükemmel bir kristal ait saçılma noktası çok keskin bir pik verir. Ancak mikroyapıdaki kusurlar, örneğin şekli ve optik çözünürlük nedeniyle saçılma noktasına ait pikte genişleme meydana gelir (referans Si kristali FWHM 17 arcsec). Ters uzayda düzlemdeki genişleme $s=1/d=2\sin\theta/\lambda$ belirlenen Δs saçılma vektörü ile belirlenir. Δs , yanal uyumlu uzunluk olan L ile ters orantılıdır. Başka bir deyişle örgünün yanal olarak uyumlu periyodikliği ne kadar uzun devam ederse pik genişliği Δs o kadar küçük olacaktır. Genişlemenin diğer nedenleri ileriki bölümlerde detaylı olarak açıklayacağımız tilt-twist(α) ve microstrain ($\Delta d/d$ 'den gelen ε) gibi heteroepitaksiden gelen büyütme kusurları olacaktır.

$$L = \frac{1}{\Delta s}, \quad \alpha = \frac{\Delta s}{s}, \quad \varepsilon = \frac{\Delta s}{2s} \quad [2-13]$$

Difraktometrede çoğunlukla alttaş tutucu, X-ışını kaynağı ve bu X-ışınlarını toplayan dedektörden oluşur. Böylece örnek ve optik argümanlar hareket ettirilerek ters uzay araştırılır. X-ışınlarını toparlayacak olan dedektörün önüne gürültüleri azaltmak için ışın genişliğini sınırlandıran filtre ve farklı dalgaboylarını ayıklayan opsiyonel bir monokromatör yerleştirilir. III-N tabanlı yarıiletken malzemelerin X-ışını analizlerinde yüksek çözünürlüklü (High Resolution, HR) difraktometre gereklidir. Üretilen x-ışınları bir monokromatörden geçirilerek istenmeyen dalgaboyları ayıklanır ve ışının dalgaboyundaki diverjans $0,003^\circ$ 'ye kadar düşer.

2.2.1 Tarama tipleri

Difraktometre ile tipik olarak incelenecek saçılma noktaları Ewald küresi ile belirlenir. Düzlem normali, bu saçılma noktalarına götürülerek, yapılacak farklı tarama tipleri Tablo 2-3'de özetlenmiştir. w -taramaları saçılma noktasını bir yay içerisinde tarayarak film kalitesini ölçer. Alttaşın kavislenmesi ve kusurlar nedeniyle pikteki genişleme bu tarama ile belirlenir. w - 2θ taraması genellikle örgü parametrelerini belirlemek için kullanılır. Hem w hem de w - 2θ taramalarının yapıldığı ölçümler sallantı eğrisi (rocking curve) taramaları olarak bilinir. Sallantı eğri ölçümlerinde x-ışını kaynağı ile dedektör arasındaki açı sabit tutularak S vektörü büyüklüğü sabit kalması ile çapı değişmeyen bir yay içerisinde taramalar yapılarak gerçekleştirilir.

Tablo 2-3 XRD sisteminde tarama türleri

Tarama Tipi	Tanım
θ - 2θ	Örnek sabit kalarak 1:2 açısal oranla x-ışını kaynağı ve dedektör kolları hareket ettirilir. Ters uzayda S, başlangıç noktasından dışarı doğru hareket eder. S vektörünün büyüklüğü değişir, ancak yönü aynı kalır. Ofset olmadığından $\omega = \theta$ 'dır.
w- 2θ	θ - 2θ taramasındaki 1:2 açısal orana belirli bir ofset eklenmesiyle benzer tarama gerçekleştirilir.
w	x-ışını kaynağı ve dedektör kolu birlikte hareket ettirilerek S vektörünün büyüklüğü aynı kalması koşulu ile örgü noktasının bir yay şeklinde taranmasıdır.
2θ	Örnek ve kaynak kolu sabit kalarak dedektör kolu hareket ettirilir. S vektörü, Ewald küresinin çevresi boyunca bir yayçizer. Böylece, S vektörünün hem uzunluğu hem de yönü değişir.
ϕ	Numunede tilt veya kavis olması nedeniyle ters uzayda örgü noktasına S vektörünün getirilmesi için kaynak ve dedektör kollarını ayarlamak genellikle yeterli olmaz. Bu durumda, örnek ϕ eksenini etrafında döndürülmesiyle S'nin yönü, numuneye göre değiştirilerek S vektörünün örgü noktasına getirilmesi sağlanır.
χ	S vektörünü örgü noktasına götürebilmek için ϕ taramasına benzer olarak örnek χ ekseninde döndürülür. Ayrıca, χ eksenini özellikle asimetric örgü noktalarının bulunmasında önemli rol oynar. Asimetric taramalarda S vektörünü ters uzayda örgü noktasına götürmek için örnek χ ekseninde döndürülür
RSM	Örgü noktaları arasındaki uzaysal boşluklar ve kusurla ilgili genişleme için birçok bilgi, ters örgü noktalarının 3 boyutlu kesitini gösteren ters uzay haritalarında (Recipocal Space Mapping, RSM'ler) özetlenebilir. 2D düzlemde RSM taraması, art arda ω değerlerde bir dizi $\omega - 2\theta$ taramaları yapılır ve 3. boyut olarak pik şiddeti alınarak harita formu elde edilir.

X-ışınının numunedeki nüfuz derinliği farklı yollardan belirlenebilir. Ama ışının yol (path) uzunluğu olan p hesaplanarak, nüfuz derinliği farklı yansıma geometrileri için bulunabilir. X-ışınının p 'deki artışıyla nüfuz derinliği azalır. Ayrıca, p malzemenin absorpsiyon katsayısı ile doğru orantılıdır. (Bazı III-N materyalleri için absorpsiyon katsayısı; $\mu_{AlN} = 119 \text{ cm}^{-1}$, $\mu_{GaN} = 429 \text{ cm}^{-1}$, $\mu_{InN} = 1508 \text{ cm}^{-1}$) Beer-Lambert yasasına göre (Cullity & Stock, 2001);

$$I = I_0 e^{-\mu p} \quad [2-14]$$

p saçılma geometrisine bağlıdır.

$$p = \frac{t}{\cos\chi \sin\theta} \text{ (Simetrik)} \quad [2-15]$$

$$p = \frac{t}{(\sin w + \sin(2\theta - w))} \text{ (Asimetrik)} \quad [2-16]$$

Dolayısıyla gelen x-ışını açısı azaltılırsa yol uzunluğu artar ve dolayısıyla örnek nüfuz derinliği azalır.

2.2.2 Arayüzey Saçılmaları ve X-ışını Reflektivite (XRR)

Belirli kalınlığa sahip numunelerde ($<1000 \text{ nm}$), ara yüzey pikleri (Pendellosung peaks) genellikle $w - 2\theta$ taramalarda kırınım pikine yakın noktalarda gözlemlenir. Simetrik $w - 2\theta$ taramaları için n . mertebedeki, i ve j pikleri arasındaki (fringes) $\sin\theta_i - \sin\theta_j \cong \Delta\theta$ olan açısal fark film kalınlığı ile ters oranda bağlıdır.

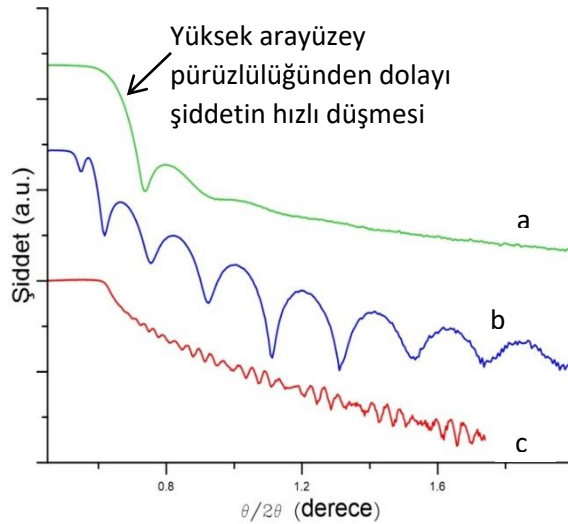
$$T = \frac{(n_i - n_j)\lambda}{2(\sin\theta_i - \sin\theta_j)} \approx \frac{\lambda}{2\Delta\theta \cos\theta} \quad [2-17]$$

Burada λ , x-ışınının dalga boyudur. Çok katmanlı, süperörgü veya kuantum kuyu yapıları için, toplam kalınlıktan kaynaklanan piklere oranla hem daha karmaşık bir desen ortaya çıkar hem de farklı katmanlı tekrarlarından oluşan tabaklarda daha güçlü ve daha geniş aralıklı kırınım deseni elde edilir. Bu kırınım ile ilgili bir olaydır; çok katmanlı tabakada iki malzemenin düzlemleri arasında daha fazla kontrast olduğundan daha net pikler elde edilir.

Benzer saçak şeklindeki pikler (bazen Kiessig fringes olarak da adlandırılır) düşük açılı x-ışını (reflektivite, yansıma) ölçümlerinde de ortaya çıkar. X-ışınının kırılma indisi genellikle 1'den az olduğundan pürüzsüz bir numune yüzeyine gelen X-ışınları belirli bir kritik açının altında numuneye nüfuz etmeden tamamen yansır. Kritik açının

üzerinde olduğunda ışın numuneye nüfuz etmeye başlar ve saçaklar bu bölgede üst üste bindiğinden θ açısı arttıkça $1/\theta^4$ bağımlılığı ile saçılma yoğunluğu düşer (Fresnel düşmesi). Bununla birlikte, kırınım tepe noktalarının etrafındaki girişim saçaklarının aksine, XRD'deki saçaklar arayüzeyde elektron yoğunluğundaki farklılıklardan kaynaklanmaktadır, dolayısıyla elektron bulutundaki kontrast saçak şiddetini etkilemektedir.

Deneyssel olarak, refletivity ölçümlerinde saçakların yüksek çözünürlüğü için düşük ışın sapması gerekmektedir. Bu nedenle bu ölçümlerde gelen x-ışını demetini toplamak için dar slit kullanılır (0,05 mm kullanılır maksimum açık olduğundaki değer 7 mm). Slitin daralması nedeniyle gelen x-ışını demetinin şiddeti çok zayıftır. Bu nedenle yansıyan ışın arayüzlerdeki pürüzlülük nedeniyle saçılma vektörünün (veya açının) artmasıyla şiddetin daha hızlı düşmesine ve saçakların dağılmasına neden olacak ve geniş dinamik skalada refletivity ölçümü elde etmek zor olacaktır. Bu nedenle yansımayı güçlendirmek için gelen x-ışını demeti ile yansıyan x-ışını demetinin örnek yüzey normaline göre aynı açıyı sahip olması gerekir. Bunun için alttaşın eğriliği (bowing), yapıdaki tilt veya alttaşın miscut nedeniyle yüzey normalinin belirlenmesi için 2θ , ω , χ ayarlamaları yapılması, ayrıca örnek tutucuda bulunan sallantı (R_x ve R_y) ayarlamalarının yapılması gerekmektedir. Şekil 2-17'de bazı XRD-refletivity ölçüm örnekleri verilmiştir.



Şekil 2-17 (a) Yeniden kristallenme sürecine geçmemiş GaN tampon tabakası (b) safir alttaş üzerine büyütülen 40 nm kalınlığında AlN çekirdeklenme tabakası ve (d) bu tabaka üzerine büyütülen 180 nm kalınlığına sahip AlGaIn tabakası. Bu eğride görüldüğü üzere kalın AlGaIn katmanından gelen saçaklar, taramada sıklığı armakataadır. Ayrıca, AlN katmanından gelen saçaklar, yalnızca x-ışınının daha fazla nüfuz ettiği, daha yüksek açılarda görülür.

Kusur yoğunluklarının belirlenmesi

[0001] yönelimli (c-plane) nitrit filmler, heteroepitaksiden dolayı kenar ($b=1/3\langle 11-20 \rangle$), karışık ($b=1/3\langle 11-23 \rangle$) ve vida ($b=\langle 0001 \rangle$) kusur tiplerini içerir (Datta, 2004). Genellikle vida tipi kusurlar yapıda %2'nin altında bulunurken kenar ve karışık kusurların oranı değişkendir. Her kusur tipi bölgesel örgü bozukluğu ile ilişkilidir. [0001] yöneliminde örgünün dönmesi nedeniyle oluşan kusurlar, kenar tipi kusurlar karşılık gelirken karışık kusurlar hem örgünün dönmesi hem de örgünün eğilmesini temsil eder. Eğer kusurların çizgi yönelimi değişirse, kusur tipide değişecektir. Bu bozulma çoğunlukla birbirlerine göre dönen ve eğilen uyumlu blokların yapıda oluşturduğu varsayılan mozaik modelle açıklanır (Kirste, 2005).

2.2.2.1 Eğilme (Tilt)

000l yansımalarının ω -taramaları, vida ya da karışık kusurlara neden olan örgünün eğim yoğunluğunu belirlemek için kullanılır. Kenar tipi kusurların Burger vektörleri, (000l) düzlemleri üzerinde yer almadığı için bu düzlemlerdeki ölçümlerden belirlenemez. Çoğunlukla kenar tipi kusurları yüksek yoğunlukta içeren filmler için 000l ω -tarama sonuçlarında daha düşük FWHM değerleri beklenir (Heying, 1996). Ancak aşağıdaki nedenlerden dolayı bu senaryonun geçerli olmadığı durumlar vardır.

İlk olarak alttaş ile büyütülen yapıdaki örgü uyumsuzluğu nedeniyle, büyütülen malzemede oluşan stres sonucunda, örnek yüksek oranda kavisli olma eğilimindedir. Bu kavis ω -taramalarını tekrar düzeltilmeyecek şekilde genişletir (Moram M. A., 2008). İkincisi, kenar tipi kusurların [0001] yönüne doğru bükülmesi genellikle iki aşamalı ELO (Epitaksiyel yanal büyüme), pendeoepitaksi ve ara yüzey serbest enerjisi düşürmek için düşük sıcaklıklı tabakalar kullanılarak ada oluşumu sağlanması gibi teknikler sırasında meydana gelir.

$$g \cdot (b \times u) \neq 0 \quad [2-18]$$

Burada g, 000l düzlemine ait yansıma, b Burgers vektörü ve u kusur çizgi yönelimidir. Dolayısıyla kusurlar g yansımasındaki ω -taramalarını etkileyecektir. Üçüncüsü, optik argümanlardan kaynaklı sallantı eğrisi genişliği (mükemmel bir Si alttaş ω -taraması yapılarak optik argümanlardan kaynaklı genişleme tahmin edilebilir) düşük kusur yoğunluklu filmler için önemli olabilir ve hesaba katılması gerekir.

Günümüze kadar heteroepitaksi nedeniyle kusur yoğunluğunu düşürmek için geliştirilen çeşitli büyütme teknikleri ortaya çıkmıştır. Örneğin, bu tekniklerden biri olan yanal (Epitaxial Lateral Overgrowth, ELO) büyütme tekniğini ele alacak olursak; yapışma katsayısı (sticking coefficient) farkından dolayı maskelenen bölge dışına (wing) malzeme birikmeye başlar (Kobayashi, 1999). Çoğunlukla bu bölgede ilerleyen kusurlar maskeli bölgeye (stripe) doğru dik bir şekilde eğilir. Bu tür numuneleri karakterize etmek için, Altaş en az 180° adımlarla döndürülmeli ve her adımda $000l$ ω -FWHM değeri ölçülerek belirlenmelidir.

2.2.2.2 Dönme (twist)

Kristal düzlemde dönme, kenar ve karışık kusurlara neden olur ve genellikle h ya da $k \neq 0$ olduğu off-axis yansımalarının ω -taramaları ile belirlenir (Srikant, 1997). Kaynak ve dedektör kolu belirli bir simetrik açıda dururken χ (chi) eksenini hareket ettirilmesiyle yapılan, özünde asimetrik olan tarama tekniği ile belirlenir. Kristal düzlemde dönmeyi belirlemede asimetrik simetride ölçüm yapılmasının nedeni, elde edilen XRD pikinin örgünün in-plane düzlemi hakkında bilgi vermesidir.

. Her ne kadar asimetrik geometri ile eğimden kaynaklanan kusurların etkisi minimize olsa da $l=0$ olduğu yüzeye dik düzlemler (in-plane) araştırılmadığı sürece dönme nedeniyle oluşan kusurlar ω -taramasıyla net bir şekilde belirlenemeyecektir. Dolayısıyla yüksek χ açısı kullanılarak ($\chi \sim 90^\circ$) in-plane ω -taramasının genişlemesine neden olan dönme kaynaklı kusurlar baskın hale gelecektir.

2.2.3 Diğer Karakterizasyon Yöntemleri

Büyütülen yapıların optiksel karakterizasyonu, Fotolüminesans (Photoluminescence-PL) sistemi ve spektrofotometre sistemi kullanılarak gerçekleştirildi. Direk bant aralığına sahip yarıiletken malzemelerin enerji bant aralığı, elektronik durumları ve optik kalitesini belirlemek için kullanılan çok önemli bir tekniktir. Çoğu yarıiletken cihazın çalışma prensibi ve kullanım amacı üretildiği malzemelerin bant aralığına ve safsızlıklara bağlıdır ve bu özellikler en yaygın biçimde fotolüminesans tekniği ile ilgilenilen malzemeye herhangi bir zarar vermeden elde edilmektedir. Fotolüminesans ölçümü sonucunda elde edilen ışınımın pikin şiddeti ve pik FWHM değerleri, ilgili materyal kalitesi hakkında oldukça önemli bilgiler vermektedir. PL ölçümünde numune 266 nm 'de ışık yayan bir Nd: YAG Q-anahtarlı lazer ile uyarılır ve yayılan ışık bir spektrometre ile analiz edilir. Bu tez kapsamında, PL sistemi üçlü alaşım $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

büyütmelerinde alařım oranı (Angerer, 1997) ve MQW bölgesinin ıřıma dalgaboyunun belirlenmesinde PL sistemi kullanıldı. Ayrıca safsızlıkların oluřturduđu emisyon yoğunluđu, ıřıma dalgaboyu, ve yakın kenar bandının FWHM deđerlerinin kıyaslamasında PL sonuçları kullanıldı. Spektrofotometre ölçümleri ile büyütilen p-tabakanın geçirgenlik ölçümleri yapıldı. Taşıyıcı mobilitesi ve n ve p taşıyıcı konsantrasyonu van-der Pauw geometrisinde Hall ölçümü ile belirlendi (Bulut, 2015). Yüzey araştırması için bir Nomarski mikroskobu kullanıldı.



3 MORÖTESİ BÖLGEDE IŞIK YAYAN (UV-LED) YAPILARININ BÜYÜTÜLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

3.1 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ Tampon Tabakasının Büyütülmesi

Bu kısımda, yüksek verimli UV-LED yapılarının büyütülebilmesinde kullanılan, tampon görevi görececek kalın $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakalarının kaliteli büyütülmesi için çalışmalar yapılmıştır. $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakaları özellikle ultraviyole bölgede ışık yayan yüksek verimli cihazların üretimi için gereklidir (Amano H. , 2002). III-Nitrür büyütmelerinde alttaş olarak kullanılabilen ve benzer morfolojik özellikler gösteren AlN, InN ve GaN kristallerinin ucuz ve kolay bir biçimde ticari ölçekte üretilmemesinden dolayı araştırmacıların çoğu III-N tabanlı cihaz yapımında yabancı bir alttaş üzerine yönelmişlerdir. Bu yüzden, III-N materyallerin büyütülmesi çoğunlukla heteroepitaksiyel tekniğe dayanmaktadır. Yüksek kaliteli bir malzemenin epitaksiyal büyümesi, verimli optoelektronik cihazların geliştirilmesi için en önemli unsurdur. Çünkü heteroepitaksi nedeniyle kaynaklanan çatlaklar, dislokasyonlar ve reaktör koşullarından dolayı istenmeden dahil edilen safsızlık atomları, yasak enerji bölgesinin içinde veya dışında kusur durumları üreterek, enerji kaybına neden olabilir. Safir (Al_2O_3) ile $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ aralarındaki örgü uyumsuzluğuna ve termal genleşme katsayısındaki büyük farka rağmen, epitaksiyel olarak büyütülmesinde alttaş olarak en çok kullanılan malzemedir. Fakat, $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ve safir alttaş arasında örgü uyumsuzluğu ve termal iletkenlik farkı nedeniyle büyütme esnasında kusurlar ve kırılmalar meydana gelmektedir. Dolayısıyla, safir alttaş üzerine yüksek kalitede $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakalarının büyütülebilmesi bu tezin özgünlüğünü ortaya çıkaracaktır. Düşük sıcaklık tampon tabakası ve desenli safir alttaşlar kullanılarak, yüzeyde çatlakların olmadığı düşük kusur yoğunluğuna sahip kalın $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakalar büyütülebilir (Bell, 2003). Fakat, materyal kalitesi artan Al içeriği ile hızlı bir şekilde düşer (Koide, 1988). Bununla birlikte, GaN template $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasını büyütmede en yaygın olarak kullanılan malzemedir. GaN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ filmlerinde, örgü uyumsuzluğuna bağlı gerilmeler nedeniyle kalınlık kritik bir değeri aştığında çatlamlar meydana gelir (Itoh, 1991). Düşük sıcaklıkta bir ara katmanın, uyumsuzluk sorununu etkili bir şekilde azalttığı ve GaN template üzerine kalın $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının büyütülmesine yardımcı olduğu bulunmuştur (Amano H. , 1998). Fakat, tampon tabakanın kenar tipi kusurları arttırdığını ve bu nedenle $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasında optiksel verimliliğini azaldığı ortaya konulmuştur. Günümüzde GaN template üzerine $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının büyütülmesinde

en etkili yol yüzey kontrollü epitaksiyel yanal büyütme (facet-controlled epitaxial lateral overgrowth, FACELO) yöntemidir (Bell, 2004) (Cherns, 2004) (Kawashima, 2004). Fakat, GaN büyütmelelerinde bahsedildiği gibi dışarıda (Ex-situ) yapılan GaN aşındırılması gibi litografi tekniklerinin dezavantajlarından dolayı, FACELO tekniği yerine, GaN template üzerine in-situ SiN_x kaplanmasından sonra GaN adacık halinde büyümesinden yararlanılır. AlN template üzerine, Al_xGa_{1-x}N tabakalarının büyütülebilirliği, GaN template üzerine büyütmelelerden nispeten daha kolaydır. 2002 yılında Zhang ve arkadaşları (Zhang, 2002), tampon tabaka ve Al_xGa_{1-x}N tabakası arasına bir geçiş AlN / Al_xGa_{1-x}N süperörgü (superlattice) tabakası eklendiğinde, stresin azaldığını göstermişlerdir.

MOCVD sistemi ile büyütülen morötesi bölgede ışık yayan diyot yapılarında (UV-LED) tampon tabakası görevi görecek Al_xGa_{1-x}N yapısının büyütülmesi ve karakterizasyonuna yönelik çalışmalar bu bölümde detaylı olarak sunulmuştur. Yüksek kaliteli Al_xGa_{1-x}N tabakalarının büyümesi, Al_xGa_{1-x}N ve çekirdeklenme tabakası arasındaki örgü uyumsuzluğu nedeniyle zordur. Al_xGa_{1-x}N tabakası hem elektronların enjekte edildiği bölge olan n-Al_xGa_{1-x}N epitaksiyel tabakası hem de ışığın çıktığı bölgeyi (aktif bölge) oluşturan katmana tampon görevi görmektedir. Dolayısıyla Al_xGa_{1-x}N tabakasında oluşan stres ve kusurlar bu aktif bölgeyi oluşturan tabakaya yansımaktadır. Bu durumda radyal olmayan rekombinasyon merkezleri oluşacak ve iç kuantum veriminde ciddi ölçüde düşüş meydana gelecektir. Yüksek elektron enjekte edilmesi için epitaksiyel tabaka kalınlığının fazla olması gerekmektedir. Tabaka kalınlığı arttıkça gerilmeler artmakta ve gerilimi gevşetmek için epitaksiyel tabakanın yüzeyinde çatlaklar başlamaktadır. Çatlaklara ek olarak, atomik boşluklar başka bir stres gevşeme yoludur. Bu durumda büyütülen Al_xGa_{1-x}N epitaksiyel tabakalarının kusur yoğunluğu 10¹⁰ cm⁻² mertebesinde daha yüksek olmaktadır. Ayrıca bu durumun getirdiği sebepten dolayı yüzeyde akım dağılımı zayıflamaktadır (Xi, 2007). Bu çalışmada yüksek kaliteli Al_xGa_{1-x}N tabakalarının büyütülebilmesi için iki farklı çekirdeklenme tabakası üzerine büyütmeleler gerçekleştirilmiştir. Bunun için aşağıda tarif edilen başlangıç çekirdeklenme tabakası çalışmaları yapılmıştır.

- i. İdeal AlN template reçetesi için NL-AlN tabakasının sıcaklığı değiştirilerek yüksek kristal kalitesine sahip ideal AlN büyütme çalışması,

- ii. İdeal GaN template reçetesi için NL-GaN tabakasının kalınlığı değiştirilerek yüksek kristal kalitesli ideal GaN büyütme çalışması,

Çalışmalar sonucunda bu iki ayrı çalışmanın karakterizasyon sonuçları yorumlanarak ideal çekirdeklenme tabakası reçetesi belirlenip, bu tabaka üzerine $Al_xGa_{1-x}N$ tabakası büyütülerek ideal tampon tabakası araştırması yapılmıştır.

3.1.1 AlN Çekirdeklenme Tabaka Kalınlığının Bulk AlN Yapısı Üzerine Etkisi

Bu çalışmada, başlangıçta düşük sıcaklık çekirdeklenme tabakası ve ardından atımlı atomik tabaka büyütme (Pulsed Atomic Layer Epitaxy, PALE) tekniğiyle büyütülen yüksek sıcaklık katmanının oluşturduğu iki aşamalı büyütme akışı kullanarak, (0001) safir alttaş üzerinde bir dizi AlN filmleri büyütüldü. Başlangıçtaki düşük sıcaklıklı çekirdeklenme tabakasının (Nucleation Layer, NL) sistematik çalışması, büyüme sıcaklığını değiştirerek gerçekleştirildi. Çalışmalar sonucunda, ilk NL-AlN tabakasının büyütme sıcaklığının, yüksek sıcaklıkta büyütülen PALE-AlN filmlerinin büyüme dinamiklerini güçlü bir şekilde etkilediği görülmüştür.

Bu çalışmaya ait numuneler, Aixtron 200 RF/S metal organik kimyasal buhar biriktirme sistemi kullanılarak c-düzlemine sahip 2'' safir alttaş üzerine büyütüldü. Al kaynağı için trimetilalüminyum (TMAI) ve N kaynağı için yüksek saflıkta amonyak (NH_3) kaynakları kullanıldı. Taşıyıcı gaz olarak büyütmenin bazı aşamalarında sadece hidrojen, bazı aşamalarında hidrojen/azot karışımı kullanıldı. Büyümeden önce, alttaşın termal temizliği 1138 °C'de hidrojen ortamında 10 dakika süreyle yapıldı. Bu çalışmada, tüm numuneleri hazırlamak için iki aşamalı büyüme yöntemi kullanıldı. Bu aşamaların İlki için V / III oranı 10452 olan ve 50 mbar basınç altında 787-877 °C'de değişen, yaklaşık 25 nm kalınlığa sahip AlN NL tabakaları büyütüldü. NL büyümesinden sonra, reaktöre giden run hatlarında hidrojenden azot gazına geçilerek sıcaklık HT AlN büyütmesinin gerçekleştirileceği 1200 °C'lik büyüme sıcaklığına yükseltildi. Sıcaklığın artış süresi (135sn) ve stabilizasyon süresi (210sn) tüm çalışmalar için sabit tutuldu. NL'de çekirdeklerin yeniden kristalleşme süreci, sıcaklık arttırma periyodunda ve sıcaklığın dengeye gelmesi için sıcaklığın stabilizasyonu aşamasında gerçekleştirilmiştir. Sıcaklık dengeye geldiğinde TMAI ve NH_3 gazalarının ön reaksiyonunu engellemek için TMAI ve NH_3 kaynağı atımlı (pulsed) olarak açılarak, V / III oranı 1181 olan bir HT-AlN katmanı büyütüldü ve büyüme sırasında reaktör basıncı 50 mbar'da tutuldu (Demir, 2018). NL tabakasının morfolojisinin AlN filmlerinin

yapısal özelliği üzerindeki etkisini anlamak için NL tabakası 787, 817, 847, 877 °C'lik dört farklı büyütme sıcaklıklarında gerçekleştirilirken, büyütülen HT-AlN tabakasının büyüme sıcaklığı, basıncı, pulsed süreleri ve V / III oranı tüm numuneler için aynı tutuldu.

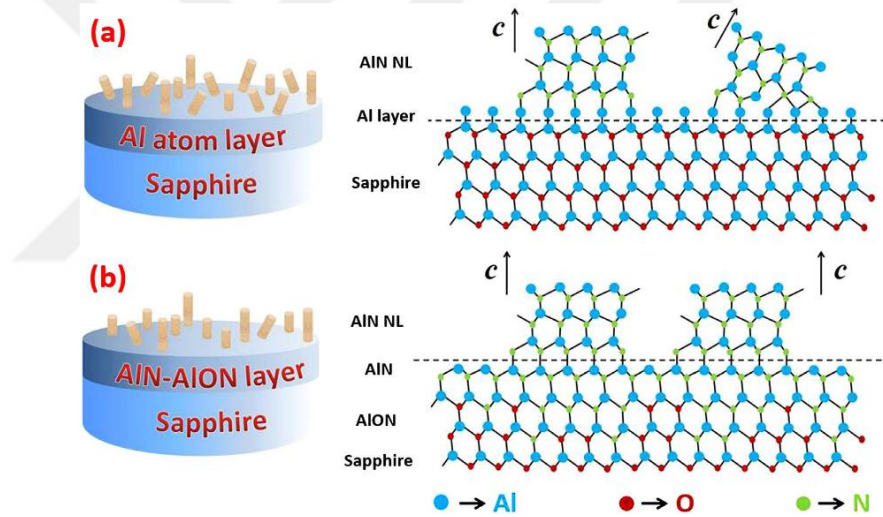
Büyütülen örneklerin yapısal karakterizasyonu için yüksek çözünürlüklü X-ışını kırınımı (HRXRD) kullanıldı. X-ışını ölçümleri, CuK α 1 (1.540 Å) radyasyonu, 4xGe(220) simetrik monokromatör kullanılarak Rigaku smartlab 9kV yüksek çözünürlüklü difraktometre üzerinde gerçekleştirildi. Si kalibrasyon numunesinin ölçüm sonucundan en iyi çözünürlüğün 17 arcsec olarak belirlenmiştir. Ayrıca, a- ve c-örgü parametrelerinin hassas olarak belirlenmesi için dedektör kısmına 2xGe(220) monokromatörü kullanılarak RSM sonuçları AlN filmler için belirlendi. Safir alttaş üzerine büyütülen AlN tabakalarının ince olması nedeniyle asimetrik taramalar yapılırken, X-ışının iç difüzyonun azaltmak ve yüzeye daha fazla dağılmasını sağlamak için grazing incidence geometrisi kullanıldı (Ito, 2009).

3.1.1.1 Tartışmalar

Bu bölümde sunulan sonuçlardan, AlN oluşumu için gönderilen TMAI ve NH₃ kaynaklarının reaktöre ilk girdiği sıcaklığın AlN tabakasının kristalografik oluşumunu etkilediği açıktır. Kaynakların farklı büyütme sıcaklığında farklı tepkileri, yapının Al-veya N-polarite büyümesini etkiler. Bu iki farklı büyüme rejimi, AlN katmanları arasında morfolojik ve yapısal özelliklerde önemli farklılıklara yol açar. Bu farklılıkların kökenini anlamak için, büyüme durumunun basitleştirilmiş bir modeline bakmak faydalı olacaktır.

Bizim çalışmamızda, NL-AlN tabakasının büyütülmesinde kullanılan yüksek V/III oranı başka bir değişle azot oranının çok fazla olduğu durumu düşünelim. Safir alttaşın kusturulması (desorption) esnasında, O atomları uzaklaşarak alttaş üzerinde bağ yapmaya hazır Al ağırlıklı bir metalik yüzey oluşur, gelen bir nitrojen türü bu boş bağlara bağlanma pozisyonu, büyütülecek olan AlN tabakasının polaritesini belirleyen parametrelerin başında gelir. N türlerinin başlangıçta yüksek bulunma olasılığından dolayı ara yüzeyi bozan Al-Al metalik bağların oluşumunun önüne geçilmiş olunur (Wang J. , 2017). Fakat bizim çalışmalarımızda, ilerde sonuçlardan görüleceği üzere başlangıçta reaktöre aynı zamanda gönderilen Al ve N türlerinden farklı büyütme sıcaklıklarında nitrojen türlerinin etkinliğinin azalmasıyla Al türlerinin yüzeye daha

erken gelmesi sonucunda Al-Al bağının oluşma olasılığının var olduğu görülmüştür. Al polar büyüme rejiminde, nitrojenden sarkan bağların fazla olması sebebiyle, alüminyum yapışmaları büyük olasılıkla çok düzenli olup yüksek katılım oranına sahip olacaktır. Ancak başlangıç Al-Al bağının oluşturduğu bir büyütme rejiminde AlN kolonlar arasında, büyütme devamında Şekil 3-1’de görüldüğü üzere simetrik düzlemde birbirinden bağımsız yönelimler olur. Bu durumda birbirinden bağımsız daha fazla çekirdeklenme kolonlarının varlığı ve bunun sonucunda out-plane düzleminde yüksek kusur yoğunluğunun oluşacağı anlamına gelir. Deneysel olarak, N polarite alanlarının yanal düzlemde, Al-polarite alanlarından daha yavaş büyüdüğü gözlemlenmiştir (Aspar, 1993). Bu farklı büyüme hızının bir açıklaması, fazla N türlerinin reaktörde sınır bölgesinde, Al atomları ile ön reaksiyona girmesi sonucunda alttaş üzerine bağ yapma olasılığını düşürmesine bağlı olabileceği düşünülmektedir.

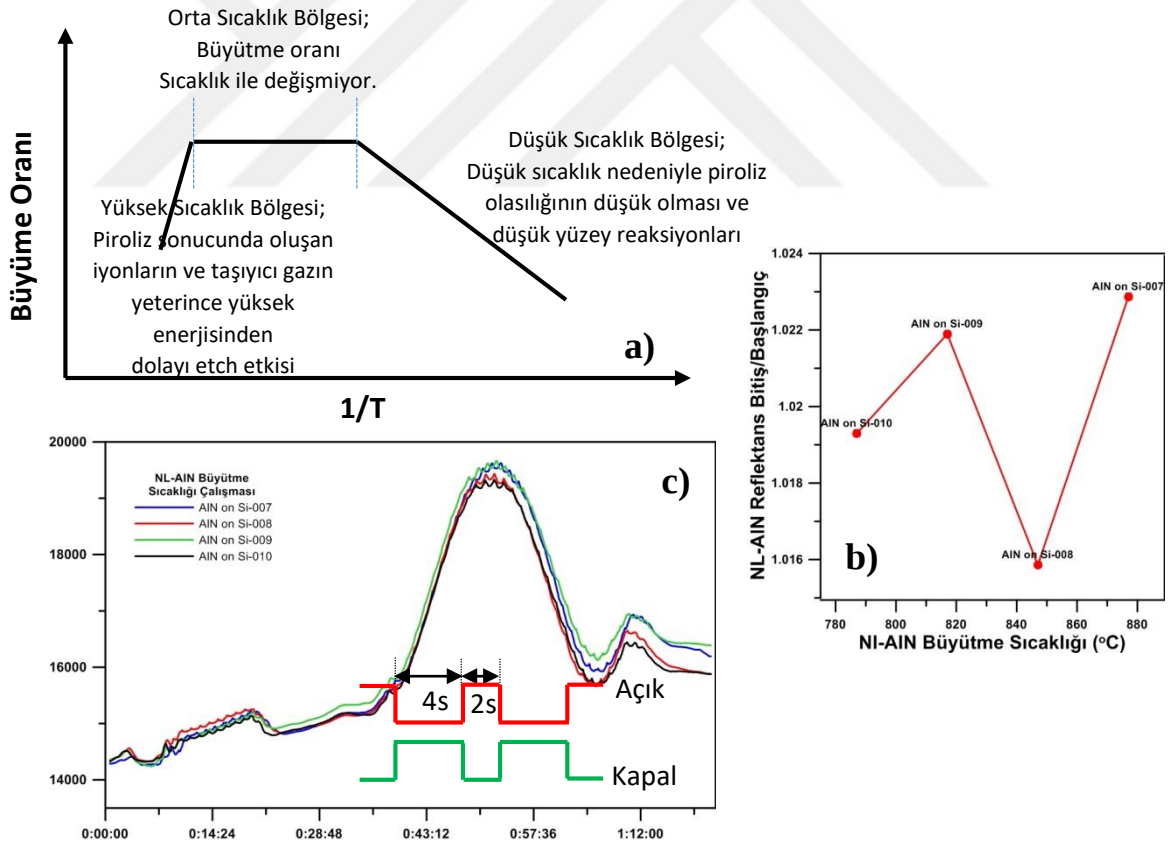


Şekil 3-1 (0 0 0 1) Al ile sonlanmış bir safir yüzeyine ilk gelen elementlerin türlerine göre a) N, b) Al durumuna göre AlN yapısının atomik dizilimleri

3.1.1.2 Sonuçlar

Bu çalışma sonucunda elde edilen büyütme parametreleri Tablo 3-1’de, yerinde (in-situ) yansıma ve sıcaklık eğrisi Şekil 3-2’de verilmiştir. NL-AlN çekirdeklenme tabakası için Al ve N türlerinin reaktöre gönderildikten sonra yansımanın artma eğilimine geçtiği görülmektedir. Bilindiği üzere, yansıma eğrisinin şiddeti, yansıtılan ışığın optik yolu, malzemedeki ($m\lambda/n_1$) dalga boyunun bir tamsayısı katı ile yapıcı girişim oluşturması sonucunda, kalınlık arttıkça artar. Kullanılan farklı NL-büyütme sıcaklığının etkisini araştırmak için büyütme sürecindeki yansıma değişim davranışı değerlendirilerek

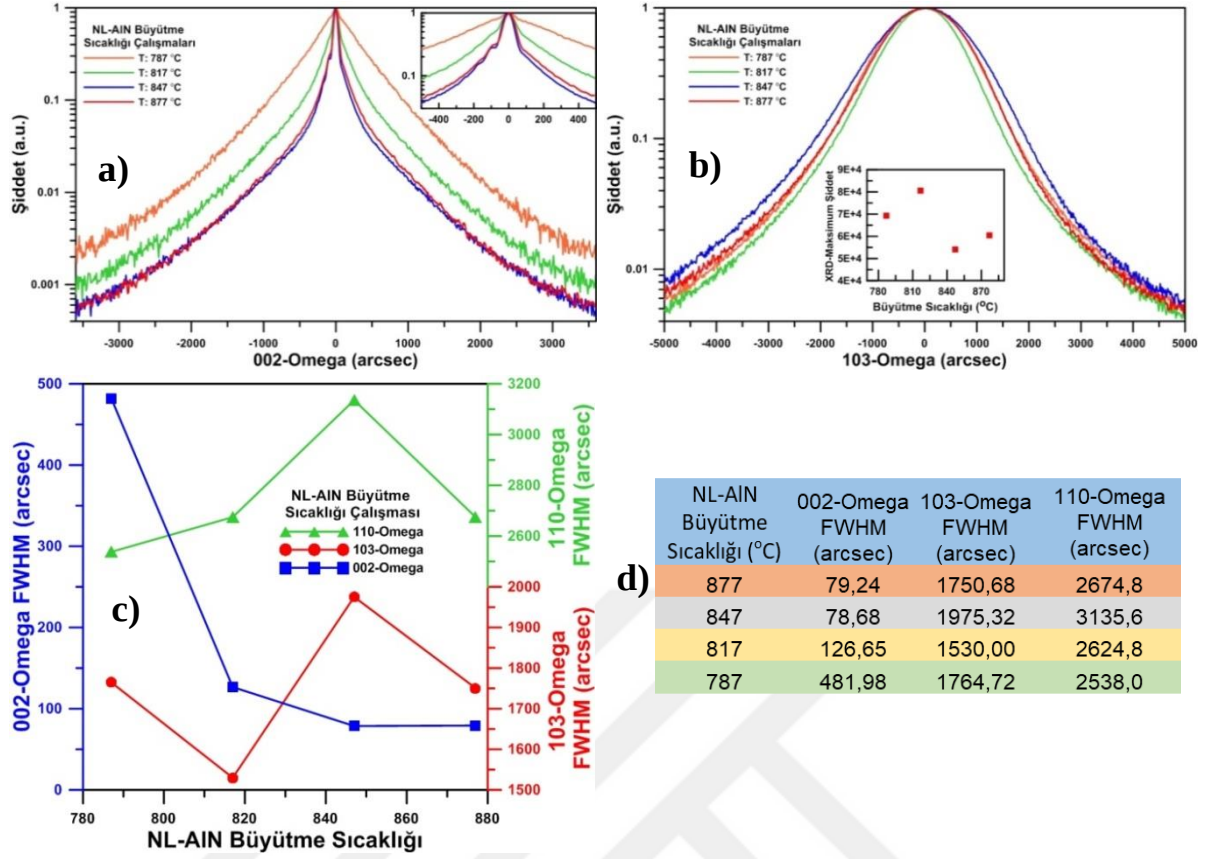
büyütme oranı belirlendiğinde, kaynakların rektöre gönderildiği süre içerisinde alttaş sıcaklığı 847 derece olduğunda büyüme oranının teorik beklentiden saptığı gözlemlenmektedir. Teorik beklenti, Şekil 3-2-a' da da görüldüğü üzere düşük sıcaklık bölgesinde büyüme hızı sıcaklık arttıkça artmasıdır. Fakat Şekil 3-2-a'da görüldüğü üzere alttaş büyüme sıcaklığı 847 derece olduğunda, büyüme oranında bir düşüş gözlemlenmiştir. Bu durumun kaynağının tartışmada da bahsedildiği üzere NL-AIN büyüme sıcaklığı 847 derece olduğunda safır yüzeyindeki Al türleri ile N türlerinin ön reaksiyonlarının, diğer sıcaklıklara göre fazla olduğu, dolayısıyla türlerin alttaş üzerine birikme olasılıklarının azaldığı yorumu yapılabilir. Bu durumun büyüme oranının düşmesine neden olduğu düşünülmüştür. 847 °C büyüme sıcaklığında, Al ve N türlerinin reaktöre aynı anda gönderilmesi ile yüksek yoğunluktaki N türlerinin, Al türlerini alttaş yüzeyinden daha fazla uzaklaştırarak, başlangıç N türlerinin düzgün stokiyometrik dizilimlerinin daha baskın olduğu yapılan XRD tarama sonuçlarıyla da desteklemiştir.



Şekil 3-2 a) reaksiyon sıcaklığının tersine bağlı olarak büyüme oranının değişimi b) NL-AIN büyüme sıcaklığına bağlı olarak yansıma değişimi c) farklı NL-AIN büyüme sıcaklığında büyütülen AIN tabakaların yansıma eğrileri

Tablo 3-1 NL-AIN büyütme sıcaklığı çalışmasına ait parametreler

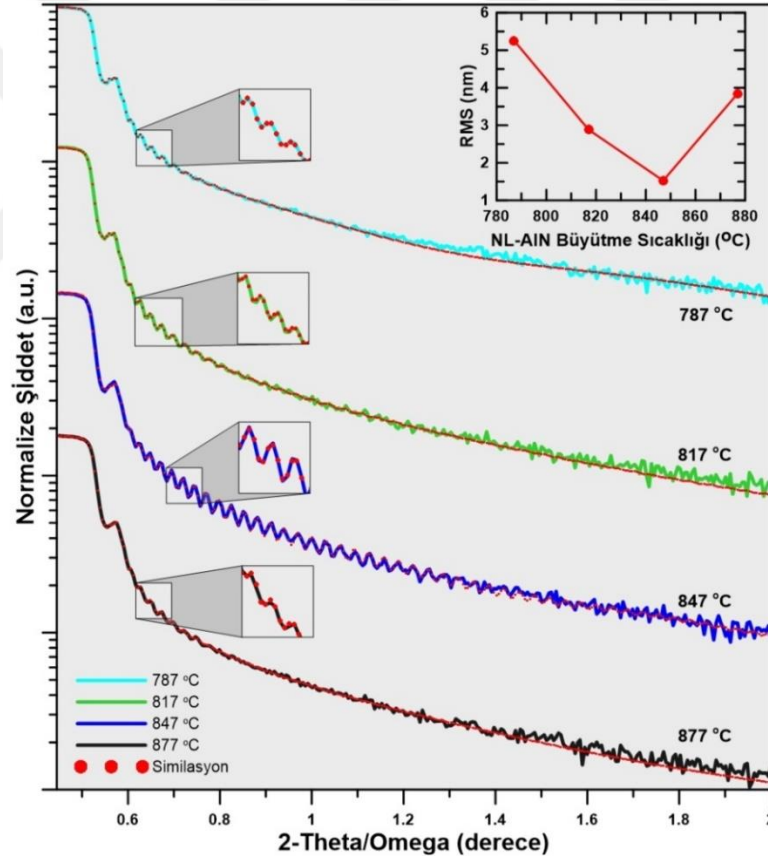
MOCVD																XRD-Omega	
Recete	Tabaka	Geçiş zamanı →	Kalınlık (nm)	Büyütme Süresi (sn)	Büyütme Süresi (Loop)	TMAI Akış Süresi (sn)	Pulse NH3 Akış Süresi(sn)	Delay (sn)	Reaktör Basıncı (mbar)	Reaktör Sıcaklığı (°C)	Altaş Sıcaklığı (°C)	NH3 Akışı (sccm)	TMAI Akışı (sccm)	V/III oranı	Açıklama	002 FWHM (arcsec)	103 FWHM (arcsec)
AIN on Si-007																	
Altaş:DSP Safir (001) Referans: AIN on Si-006	Kusturma	-	-	600	-	-	-	-	100	1265	1138	-	-	-	Bu büyütme referans alınarak NL-AIN sıcaklık çalışması yapılacaktır.	79,24	1750,68
	NL-AIN Tabakasına Geçiş	240	-	-	-	-	-	-	100-50	1265-950	-	-	-	-			
	Stabilizasyon	-	-	180	-	-	-	-	50	950	877	-	-	-			
	NL-AIN	-	-	300	-	-	-	-	50	950	877	1200	11.6	10452			
	Stop NL-AIN Growth	-	-	120	-	-	-	-	50	950	877	1200	-	-			
	Switch H2-N2 Run Line	-	-	5	-	-	-	-	50	950	877	1200	-	-			
	PALE-AIN Tabakasına Geçiş-Yeniden Kristallenme	75	-	-	-	-	-	-	50	950-1395	877-1200	1200	-	-			
	Stabilizasyon	60	-	-	-	-	-	-	50			1200-900	-	-			
	Stabilizasyon	210	-	-	-	-	-	-	50			900	-	-			
	PALE-AIN	-	220	-	300	4	2	-	50	1395	1200	900	77	1181			
Söğütme	120	-	-	-	-	-	-	-	50	-	900-1500	-	-				
720	-	-	-	-	-	-	-	-	50	-	1500	-	-				
AIN on Si-008																	
Altaş:DSP Safir (001) Referans: AIN on Si-007	Kusturma	-	-	600	-	-	-	-	100	1265	1137	-	-	-	Bu büyütmede AIN on Si-007 nolu reçete referans alınarak NL-AIN sıcaklık değeri luxtron sıcaklık değeri referans alınarak 877 dereceden 847 dereceye düşürülmüştür.	78,68	1975,32
	NL-AIN Tabakasına Geçiş	240	-	-	-	-	-	-	100-50	1265-915	-	-	-	-			
	Stabilizasyon	-	-	180	-	-	-	-	50	915	847	-	-	-			
	NL-AIN	-	-	300	-	-	-	-	50	915	847	1200	11.6	10452			
	Stop NL-AIN Growth	-	-	120	-	-	-	-	50	915	847	1200	-	-			
	Switch H2-N2 Run Line	-	-	5	-	-	-	-	50	915	847	1200	-	-			
	PALE-AIN Tabakasına Geçiş-Yeniden Kristallenme	75	-	-	-	-	-	-	50	915-1395	847-1200	1200	-	-			
	Stabilizasyon	60	-	-	-	-	-	-	50			1200-900	-	-			
	Stabilizasyon	210	-	-	-	-	-	-	50			900	-	-			
	PALE-AIN	-	220	-	300	4	2	-	50	1395	1200	900	77	1181			
Söğütme	120	-	-	-	-	-	-	-	50	-	900-1500	-	-				
720	-	-	-	-	-	-	-	-	50	-	1500	-	-				
AIN on Si-009																	
Altaş:DSP Safir (001) Referans: AIN on Si-007	Kusturma	-	-	600	-	-	-	-	100	1265	1137	-	-	-	Bu büyütmede AIN on Si-007 nolu reçete referans alınarak NL-AIN sıcaklık değeri luxtron sıcaklık değeri referans alınarak 877 dereceden 817 dereceye düşürülmüştür.	126,65	1530,00
	NL-AIN Tabakasına Geçiş	240	-	-	-	-	-	-	100-50	1265-880	-	-	-	-			
	Stabilizasyon	-	-	180	-	-	-	-	50	880	817	-	-	-			
	NL-AIN	-	-	300	-	-	-	-	50	880	817	1200	11.6	10452			
	Stop NL-AIN Growth	-	-	120	-	-	-	-	50	880	817	1200	-	-			
	Switch H2-N2 Run Line	-	-	5	-	-	-	-	50	880	817	1200	-	-			
	PALE-AIN Tabakasına Geçiş-Yeniden Kristallenme	75	-	-	-	-	-	-	50	880-1395	817-1200	1200	-	-			
	Stabilizasyon	60	-	-	-	-	-	-	50			1200-900	-	-			
	Stabilizasyon	210	-	-	-	-	-	-	50			900	-	-			
	PALE-AIN	-	220	-	300	4	2	-	50	1395	1200	900	77	1181			
Söğütme	120	-	-	-	-	-	-	-	50	-	900-1500	-	-				
720	-	-	-	-	-	-	-	-	50	-	1500	-	-				
AIN on Si-010																	
Altaş:DSP Safir (001) Referans: AIN on Si-007	Kusturma	-	-	600	-	-	-	-	100	1265	1137	-	-	-	Bu büyütmede AIN on Si-007 nolu reçete referans alınarak NL-AIN sıcaklık değeri luxtron sıcaklık değeri referans alınarak 877 dereceden 787 dereceye düşürülmüştür.	481,98	1764,72
	NL-AIN Tabakasına Geçiş	240	-	-	-	-	-	-	100-50	1265-880	-	-	-	-			
	Stabilizasyon	-	-	180	-	-	-	-	50	843	787	-	-	-			
	NL-AIN	-	-	300	-	-	-	-	50	843	787	1200	11.6	10452			
	Stop NL-AIN Growth	-	-	120	-	-	-	-	50	843	787	1200	-	-			
	Switch H2-N2 Run Line	-	-	5	-	-	-	-	50	843	787	1200	-	-			
	PALE-AIN Tabakasına Geçiş-Yeniden Kristallenme	75	-	-	-	-	-	-	50	843-1395	787-1200	1200	-	-			
	Stabilizasyon	60	-	-	-	-	-	-	50			1200-900	-	-			
	Stabilizasyon	210	-	-	-	-	-	-	50			900	-	-			
	PALE-AIN	-	220	-	300	4	2	-	50	1395	1200	900	77	1181			
Söğütme	120	-	-	-	-	-	-	-	50	-	900-1500	-	-				
720	-	-	-	-	-	-	-	-	50	-	1500	-	-				



Şekil 3-3 a) (002) düzlemine ait omega taraması sonuçları, b)(103) düzlemine ait omega taraması sonuçları, c) NL-AlN tabakasının büyütme sıcaklığına bağlı olarak (002), (103), (110)-Omega FWHM değişimi, d) Büyütme sıcaklığına bağlı olarak FWHM değişim tablosu

NL-AlN büyütme sıcaklığının bir fonksiyonu olarak yaklaşık 230 nm kalınlıklı AlN tabakasının (002), (103) ve (110) düzlemlerine ait X-ray sallantı eğrileri ve bu eğrilerden elde edilen FWHM değerleri Şekil 3-3'de gösterilmiştir. (002) düzlemine ait FWHM değeri, vida tipi dislokasyon yoğunluğunun bir fonksiyonudur. Bu düzleme ait FWHM genişlikleri değerlendirildiğinde, NL büyütme sıcaklığının 817-877 °C olduğu aralıkta fazla değişim eğilimi göstermemiştir. Fakat NL-AlN sıcaklığı 787 °C olduğunda, (002)-FWHM değerinde dikkate değer bir artış olmuştur. Bu sonuçlar ışığında, vida tipi kusur yoğunluklarını önemli ölçüde artma nedeninin düşük NL büyütme sıcaklıklarında Al-Al bağlarının yüksek mevcudiyetinin olduğu düşünüldü. (103) asimetrik ve (110) in-plane düzleminde yapılan omega taramalarının FWHM genişliklerini değerlendirdiğimizde, sıcaklığa bağlı davranış eğilimi simetrik taramaların FWHM değerlerinde kıyasladığımızda farklı bir davranış sergilediği görülmektedir. (002) düzlemine ait FWHM değeri en düşük elde edilen 847 °C NL

büyütme sıcaklığında (110) in-plane düzlemine ait FWHM en yüksek (3135 arcsec) değerinde elde edilirken, en yüksek (002)-FWHM değerine sahip 787 °C büyütme sıcaklığında en düşük 110-FWHM in-plane değeri (2538 arcsec) elde edilmiştir. Bu sonuçlar, AlN NL büyüme sıcaklığının AlN filmin kristal mozaikliğini güçlü bir şekilde etkilediğini açıkça göstermektedir. Litaretüre bakıldığında, bu tür NL-AlN büyütme sıcaklığı çalışmalarında simetrik ve asimetrik FWHM değerlerinin büyütme sıcaklığına bağlı olarak aynı değişim trendini gösterdiği vurgulanmıştır (Miyagawa, 2012). Bizim çalışmamızdaki farklı sonuçların elde edilmesinin nedeninin, farklı NL-AlN büyütme sıcaklığında reaktöre giren Al ve N türlerinin başlangıç davranışlarının değişmesidir. Bu öngörümüzü, XRD dataları da desteklemektedir. Tartışmada bahsedildiği üzere Al ve N türlerinin başlangıç davranışlarının sıcaklıkla değiştiği, yapılan XRD taramaları sonucunda belirlenen FWHM değerlerinin değişmesiyle gösterilmiştir.

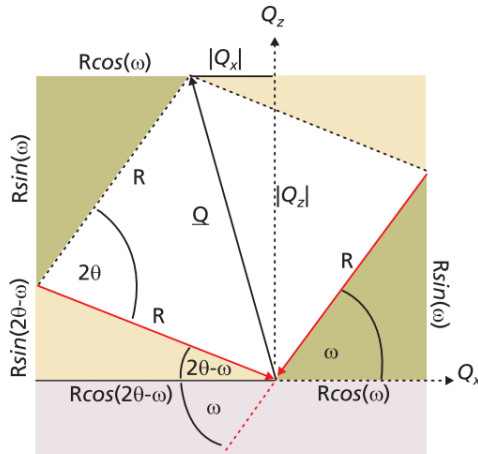


Şekil 3-4 Farklı NL-AlN büyütme sıcaklığında büyütülen yaklaşık 230 nm kalınlıklı AlN tabakasının reflektivite ölçüm sonuçları ve ölçüm sonucuna yapılan fitler

Tartışmada, başlangıç büyütme polaritesini saptamak için diğer önemli bulgunun ara yüzey davranışının nasıl olduğunu belirlemesi olduğundan bahsedilmiştir. Ara yüzeyi

belirlemek için HR-XRD sisteminin düşük açılarda x-ışının elektro-manyetik özellikte davranması sonucunda yansıma ölçümleri yapılmasından yararlanıldı. AlN ve Safir alttaş'ın kırılma indisi farkı nedeniyle gönderilen elektro-manyetik özelliğe sahip x-ışınlarının, yapılan yansıma ölçümleri sonucunda ara yüzey hakkında bilgi edinebilir. Şekil 3-4, 787-877 °C'de büyütülen AlN tampon tabakası üzerine yaklaşık 200 nm yüksek sıcaklıkta büyütülen AlN tabakasının reflektivite sonuçları gösterilmektedir. Kırmızı salınım formu, global fit programı ile yapılan simülasyon sonucunu gösterir. NL-AlN Büyüme sıcaklığının 847 °C olduğu durumda, ara yüzey pikleri (Pendellosung peaks) daha belirgin olarak gözükmemektedir. Bu sonuç, diğer numuneler ile kıyaslandığında NL-AlN büyüme sıcaklığının 847 °C olduğunda arayüzey pürüzlülüğünün azaldığı anlamına gelmektedir. Sonuç olarak, reaktöre AlN büyütmesi için gönderilen Al ve N türlerinin büyüme sıcaklığı 847 °C olduğunda yüksek yoğunluklu N türlerinin safir yüzeyine daha düzenli dizildiği büyüme esnasında yansıma eğrisi ve XRD taramaları sonucunda belirlenmiştir.

HR-XRD, ince filmlerin örgü parametrelerinin belirlenmesinde yüksek hassasiyette ölçüm sağlar. X-ışını ters uzay haritası (Recipocal Space Mapping, RSM), kusurlu kristal tabakaların detaylı yapısal karakterizasyonu için güçlü bir araçtır. RSM, dikey yönde saçılma vektörü (2 Theta-Omega taraması) ve yatay yönde saçılma vektörü (Omega taraması) olacak şekilde saçılma düzlemindeki ölçümlere dayanır. Buna paralel olarak, numunede asimetrik olarak alınan bir haritanın tarama sonucu saçılma uzay birimine ya da başka bir değişle açısal birime dönüştürülerek, hem in-plane örgü parametresi (a) hem de out-plane örgü parametresini (c) saptayarak (Şekil 3-5) gerilme ve büzülmeleri belirlemek için etkili bir yoldur.



$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{(4/3)(h^2 + k^2 + hk)}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}}} = \frac{1}{\sqrt{Q_x^2 + Q_z^2}}$$

$$Q_x = 2\pi/\lambda(\cos\omega - \cos(2Q - \omega))$$

$$Q_z = 2\pi/\lambda(\sin\omega + \sin(2Q - \omega))$$

$$a = \sqrt{4/3(h^2 + k^2 + hk)}/Q_x$$

$$c = l/Q_z$$

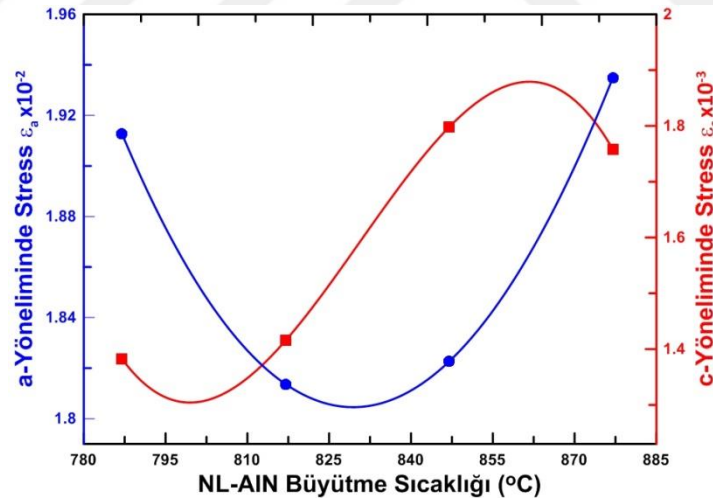
Şekil 3-5 Yapılan RSM taraması sonucunda ω ve Q açılarının açısal birime dönüşümü ve örgü sabitlerinin belirlenmesi

NL-AlN büyütme sıcaklığının, külçe AlN tabakasının örgü sabitlerine etkisini belirlemek için AlN tabakasının (114) düzlemine align olunarak RSM taramaları yapılmıştır. RSM sonucunda kırınımın tepe noktasının açısal konumu belirlenip, atomik düzleme ait hkl değerleri kullanılarak hesaplanan a- ve c-örgü parametre değerleri Tablo 3-2'de gösterilmiştir.

Tablo 3-2 Farklı NL büyütme sıcaklığında büyütülmüş örneklerin RSM sonucunda belirlenen açısal pozisyon ve örgü sabitleri

NL-AlN Büyütme Sıcaklığı (°C)	x yönünde açısal pozisyonu (Q_x (1/A°))	y yönünde açısal pozisyonu (Q_y (1/A°))	Ölçülen a-örgü sabiti (nm)	Ölçülen c-örgü sabiti (nm)
877	0,6429	0,8028	0,3111	0,4983
847	0,6439	0,8028	0,3106	0,4982
817	0,6432	0,8033	0,3109	0,4979
787	0,6410	0,8031	0,3120	0,4981

Teorik olarak bulk AlN tabakasının örgü sabitleri $a_{\text{AlN}}=0.3110$ nm ve $c_{\text{AlN}}=0.4980$ nm olarak verilmiştir (Lazarev, 2012). Bu değerler kullanılarak a-yöneliminde (in-plane) ϵ_a ve c- yöneliminde (out of plane) ϵ_c değerleri farklı NL-AlN büyütme sıcaklıkları için elde edilmiştir (Şekil 3-6).



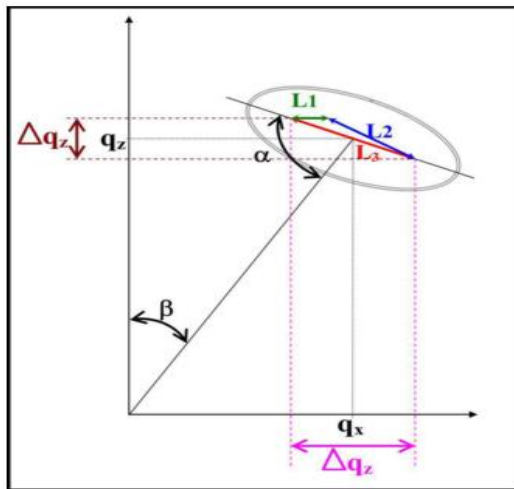
Şekil 3-6 NL-AlN büyütme sıcaklığına bağlı olarak a-yöneliminde (in-plane) ϵ_a ve c-yöneliminde (out of plane) ϵ_c stress değerleri

Bu sonuçlara göre, 847 °C'de N türlerinin düzenli stokiyometrik dizilimlerinin yapıda in-plane yöneliminde stresi azaltırken, out-plane yöneliminde stresi arttırdığı görülmüştür. NL-büyütme sıcaklığı 817 °C olduğunda a ve c yönündeki büyütme stresi diğer NL büyütme sıcaklıklarına göre kıyaslandığında daha düşüktür.

Safir alttaş üzerine AlN büyütmelerinde, yüksek örgü uyumsuzluğu ve termal genleşme katsayısı farklılığı nedeniyle büyütme başlangıcında oluşan AlN çekirdekleri arasında farklılıklar olur. Bu kristolografik parametreler, dış uzayda (out of plane) yanlış yönelimi (polar spread) belirleyen eğim (tilt) açısı ve iç uzayda yanlış yönelimi (azimuthal spread) belirleyen dönme (twist) açısını tanımlayan mozaik yapıyı doğurur. Genellikle, çekirdekler arasındaki oryantasyon farklılığının büyüklüğü XRD taramasından elde edilen pikin FWHM değerinden belirlenir.

3.1.1.2.1 Tilt açısının belirlenmesi

Tilt açısını belirlemede en çok kullanılan yöntem, simetrik (00 $\bar{1}$) yansımalarının sallantı eğrileri ölçümleri sonucunda elde edilen FWHM değerleri, Williamson Hall Grafiği olarak bilinen eğriden çıkarılmasıdır. Williamson Hall Grafiği (002), (004) ve (006) simetrik düzlemlerde yapılan ölçümlerinden elde edilen $\sin\Theta/\lambda$ değerinin $\text{FWHM} \cdot \sin\Theta/\lambda$ değerine karşı çizilmesiyle oluşur (Metzger, 1998). Fakat bu çalışmada büyütülen örneklerin yeterince kalın olmaması nedeniyle (006) düzlemine ait XRD datası belirlenemedi. Bu nedenle örneklerin tilt açısını belirlemek için diğer bir yöntem olan (114) RSM taraması kullanıldı (Moret, 2015). Büyütülen tabakanın mozaik yapısı nedeniyle asimetrik RSM taramalarının sonucu eliptik şekilli bir hacme sahiptir. Şekil 3-7'de, (q_x , q_z) merkezli bir difraksiyon tepe noktasının, XRD karşılıklı uzay eşlemesinin şematik bir formu göstermektedir. Burada elipsin FWHM değeri L_3 , yanal uyumlu uzunluğa (lateral correlation length) karşılık gelen bileşenin vektör büyüklüğü $L_2=L_{//}$, L_1 ise tilt olarak bilinen radyal yöne dik olan mikroskobik eğim nedeniyle genişlemeyi temsil eder.



$$\beta = \tan^{-1} \left(\frac{q_x}{q_z} \right)$$

$$\alpha = \tan^{-1} \left(\frac{\Delta q_x}{\Delta q_z} \right)$$

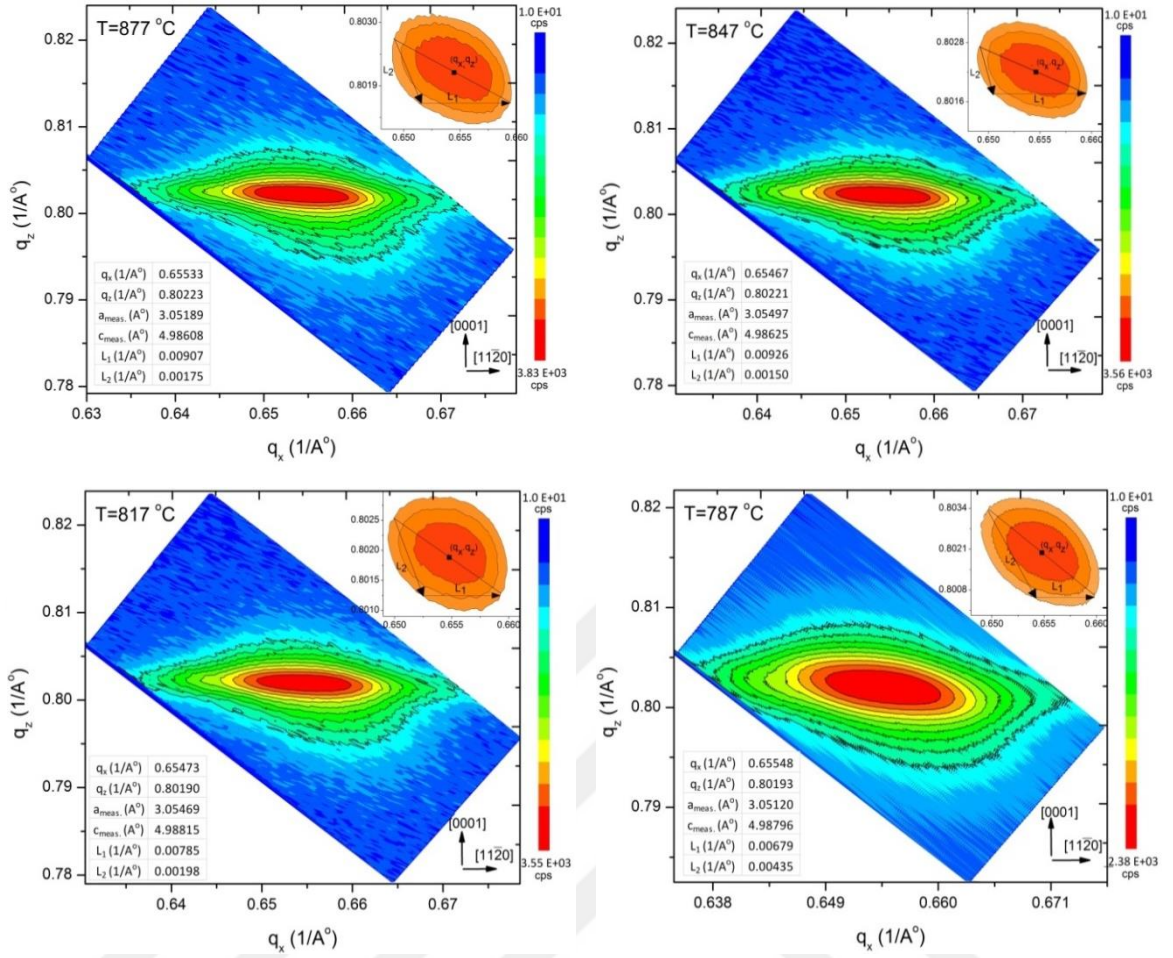
$$L_3 = \sqrt{(\Delta q_x)^2 + (\Delta q_z)^2}$$

$$\frac{L_3}{L_2} = -\frac{\sin \beta}{\cos \alpha}$$

$$\frac{L_2}{L_1} = \frac{\cos \alpha}{\cos(\alpha + \beta)}$$

$$\alpha_{\text{twist}} = \frac{L_1}{q_x^2 + q_z^2}$$

Şekil 3-7 q_x , q_z koordinatlarında yansıtılan ters uzay haritalamasında elde edilen eliptik şeklinin şematik temsili ve bu eliptik şekilden twist açısının belirlenmesi



Şekil 3-8 Farklı sıcaklıklarda 877 °C, 847 °C, 817 °C, 787 °C büyütülen NL-AlN tabakası üzerine büyütülen AlN tabakasının (114) düzlemine ait ters uzay haritalaması

Bu çalışmada büyütülen AlN katmanlarının (114) düzlemine ait ters uzay haritalamasını (RSM) Şekil 3-8’de gösterilmiştir. Safır alttaş ile örgü uyumsuzluğu nedeniyle, üzerine büyütülen AlN tabakasının mozaikliğine bağlı olarak RSM’nin eliptik şeklinde bir genişleme olur. RSM konturunun dikey yönde genişlemesi büyütme esnasında oluşan tilt değerine karşılık gelir. NL-AlN büyütme sıcaklığının tilt (T) oluşumuna etkisini araştırmak için her bir örneğin tilt değeri, RSM sonuçlarının FWHM yoğunluğu belirlenerek hesaplanmıştır.

Tablo 3-3 Farklı NL-AlN büyütme sıcaklıklarına sahip AlN tabakalarına ait (114) RSM taramasından elde edilen tilt açıları

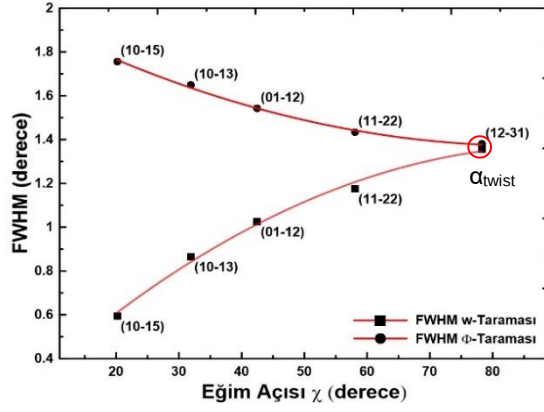
NL-AlN Büyütme Sıcaklığı (°C)	Tilt Açısı (derece)
787	0,2404
817	0,1094
847	0,0831
877	0,0971

(114) RSM taramaları sonucunda belirlenen tilt değerlerini NL-AlN büyütme sıcaklığına bağlı değişimini inceleyecek olursak, en düşük tilt açısı NL-AlN büyütme sıcaklığı 847 °C olan ve bu sıcaklıkta başlangıç N türlerinin atomik olarak daha düzenli dizildiği (Al-polar baskın) numuneden elde edilmiştir. Sonuç olarak, safir alttaş üzerine başlangıçta N türlerinin düzenli dizilim eğilimi, safir alttaş ile AlN tabakasının ara yüzeyinin daha iyi olması, ara yüzeyin daha iyi olması sonucunda yapının eğim açısını azaldığı gösterilmiştir.

3.1.1.2.2 *Twist Açısının Belirlenmesi*

Bükülme açısı (α_{twist}) kenar tipi kusur yoğunluğu ile doğru orantılı olup, (101), (102), (105), (121) gibi asimetrik düzlemlerin ω - ve ϕ - taramalarından elde edilen FWHM değerlerinden elde edilebilir (Altuntaş, 2018). Bükülme açısının bulunması sırasında χ açısına karşı ω – ve ϕ - taramalarından elde edilen FWHM değerlerinin değişimi çizilir. Hem ω -taramaları hem de ϕ -taramalarındaki FWHM değerleri kullanılarak çizilen eğrilerin kesişim noktası belirlenir. Bu eğrilerin kesim noktasının, y eksenindeki iz düşümü bükülme açısını (α_{twist}) verir (Şekil 3-9). Elde edilen tilt ve twist değerleri kullanılarak, kenar tipi ve vida tipi dislokasyonlar hesaplanarak büyütülen AlN tabakalarının kusur yoğunlukları belirlenir (Luo W. , 2017).

Farklı büyütme sıcaklığına sahip NL-AlN tabakası üzerine büyütülen AlN tabakasının, farklı düzlemlere ait ω - ve ϕ - taramalarından elde edilen FWHM değerlerinin polinomal fit sonuçları Şekil 3-10'da gösterilmiştir. Bu eğrilerin, kesiştiği noktaya karşılık gelen y eksenindeki izdüşümleri bulunarak belirlenen bükülme açıları (α_{twist}) Tablo 3-4'de verilmiştir.



$$D_{vida} = \frac{\alpha_{tilt}^2}{9b_{screw}^2}$$

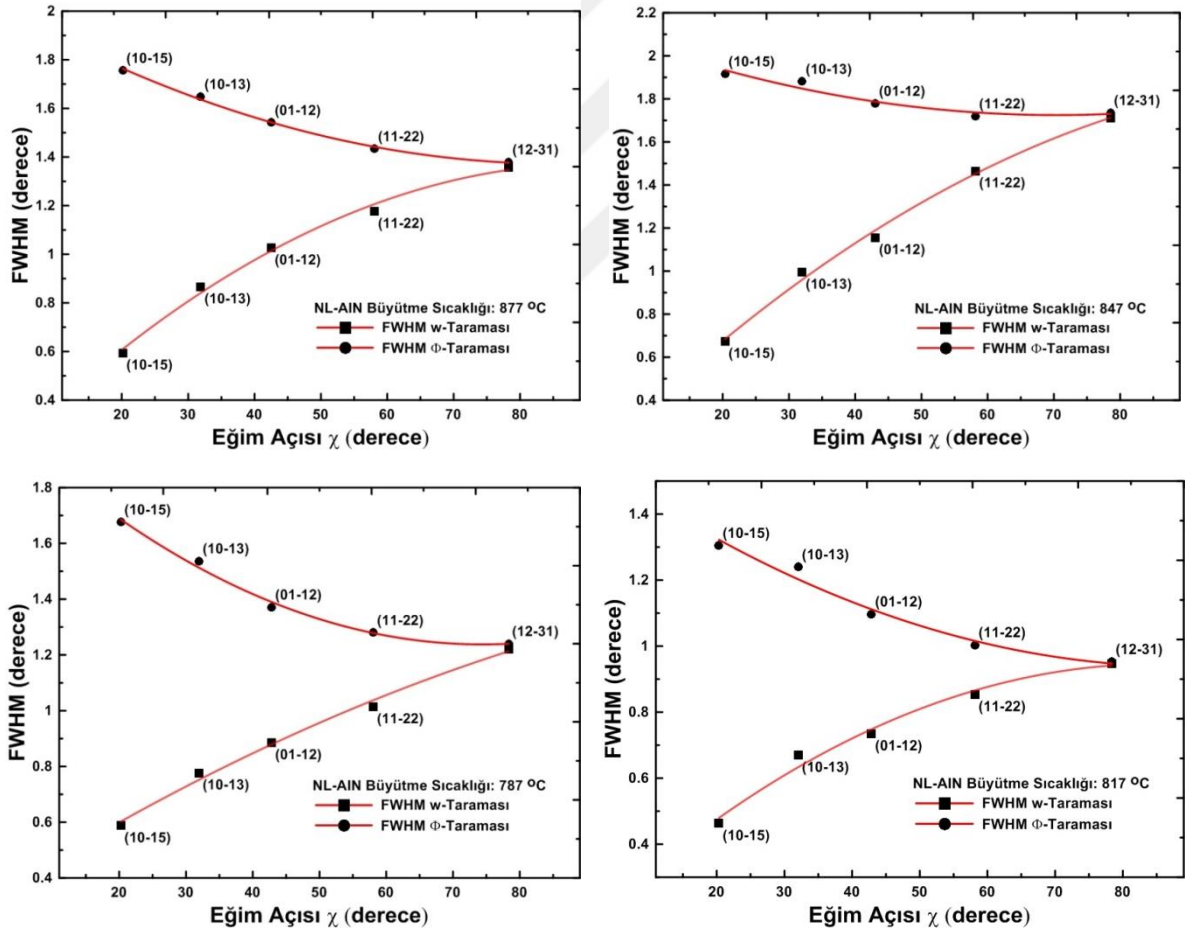
$$D_{kenar} = \frac{\alpha_{twist}^2}{9b_{edge}^2}$$

$$D_{kusur} = D_{vida} + D_{kenar}$$

$$b_{screw} = 0,4980 \text{ nm}$$

$$b_{edge} = 0,3110 \text{ nm}$$

Şekil 3-9 χ açısına karşı ω - ve ϕ - taramalarından elde edilen FWHM değerlerinin değişimi ve bu değişimlere çizilen uygun eğriler sonucunda twist açısının belirlenmesi, belirlenen tilt ve twist değerleri kullanılarak kusur yoğunluğunun hesaplanması

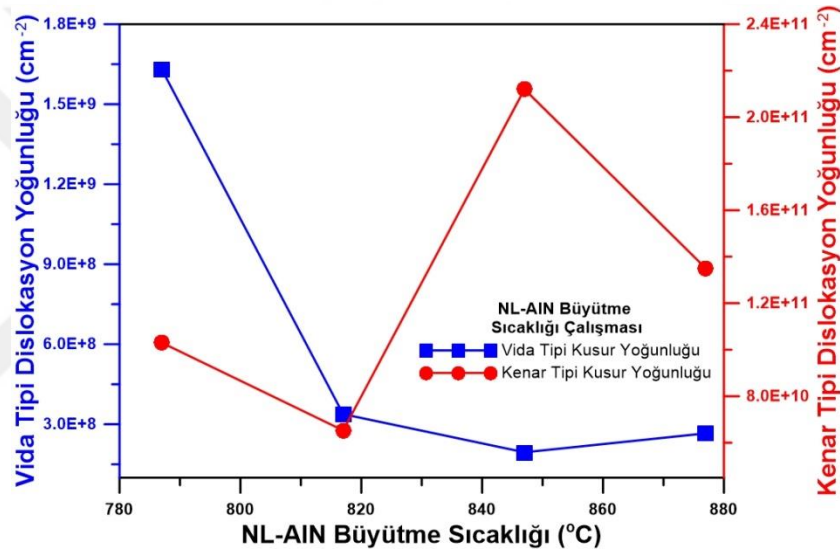


Şekil 3-10 Farklı NL-AIN büyütme sıcaklığına sahip AIN tabaklarının χ açısına karşı ω - ve ϕ - taramalarından elde edilen FWHM değerlerinin değişimi ve bu değişimlere yapılan fitler

Tablo 3-4 Farklı NL-AIN büyütme sıcaklıklarına sahip AIN tabakalarına ait yapılan fit sonucunda elde edilen twist açıları

NL-AIN Büyütme Sıcaklığı (°C)	Twist Açısı (derece)
787	1,1944
817	0,9500
847	1,7106
877	1,3665

Bu sonuçlara göre N türlerinin yoğun olduğu başlangıç büyüme rejimi olan 847 °C büyütme sıcaklığında, başlangıç kolonlarının twist açısının yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 3-11 NL-AIN büyütme sıcaklığına karşı kenar ve vida tipi kusur yoğunluğunun değişimi

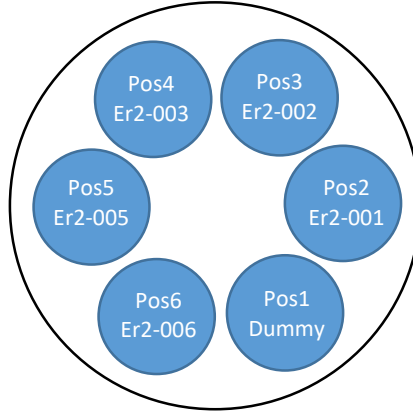
XRD taramaları sonucunda, bulunan tilt ve twist açıları, Şekil 3-9'da verilen denklemler kullanılarak kenar ve vida tipi kusur yoğunlukları hesaplanmıştır. Kenar ve vida tipi kusur yoğunluğu, safir ve AIN arasındaki örgü uyumsuzluğu nedeniyle safir alttaş üzerine büyütülen çekirdeklerin oluşumuna bağlı olarak değişmektedir (Wang J. , 2017). Sonuç olarak, Şekil 3-11'de görüldüğü gibi ilk çekirdeklenme tabakasında başlangıç türleri olan N atomunun Al polar büyüme rejimine uygun bağ yaptığı, bunun sonucunda ara yüzeyin daha iyi olması ve yanlış yönelimlerin azalması ile vida tipi kusur yoğunluğunda bir azalma görülmüştür. Fakat diğer taraftan bu büyüme rejimi, başlangıç AIN kolonlarının vida tipi kusur yoğunluğunu arttırmaktadır. En düşük vida tipi kusur yoğunluğu, NL-AIN tabakasının büyütme sıcaklığı 817 °C'de elde edilmiştir.

3.1.2 GaN Çekirdeklenme Tabakası Kalınlığının Külçe-GaN Tabakasına Etkisi

GaN filmler 6x2 Thomas Swan close-coupled showerhead (CSS) metal organik buhar biriktirme sistemi ile safir alttaş üzerine büyütüldü. Büyütmelerde taşıyıcı gaz olarak H_2 kaynağı ve öncü (precursors) gaz olarak TMGa ve NH_3 kaynakları kullanıldı. Safir alttaş olası safsızlıkların kaldırılması ve üzerine gönderilecek olan öncü gazların bağ yapma olasılığının artırılması amacıyla 6 dakika boyunca sadece H_2 akışı altında 1060 °C’de termal olarak temizlendi. Sıcaklık daha sonra 525 °C’ye düşürülerek safir yüzeyinin azotlaştırılması için NH_3 gazı 180 sn boyunca açıldı. Bu süre sonunda, çekirdeklenme tabakası için TMGa kaynağı açılarak, 150 mbar basınç altında 310, 350, 390, 425 ve 455 s farklı büyüme sürelerine sahip 5 farklı örnek büyütüldü.

406 nm ve 905 nm dalga boylarında sahip yarıiletken lazerler büyüme süresi boyunca yansıma araştırması yapılmak için kullanıldı. Büyütülen yapıların tabaka kalınlığı belirlemek için yüksek çözünürlüklü X-ışını yansıması (HR-XRR) ölçümleri gerçekleştirildi. Ayrıca büyütülen yapıların yüzey üzerindeki kalınlık dağılımını belirlemek için farklı noktalardan XRR ölçümü yapılarak, kalınlık değişimi için standart sapma hesaplandı.

Çekirdeklenme tabakasının kalınlığının, külçe-GaN yapısına etkisini incelemek için sadece düşük sıcaklıkta büyütülen 5 farklı kalınlığa sahip örneğin analizleri yapıldıktan sonra, Şekil 3-12’de belirtilen pozisyonlarda tekrar MOCVD sistemine yerleştirildi. MOCVD sisteminin aynı anda 2 inch boyutunda 6 örnek büyütebilme kabiliyetinden yararlanılarak, külçe-GaN elde etmek için reçetenin devamındaki süreçler gerçekleştirildi. NH_3 akışı altında reaktör sıcaklığı 60 °C/dk adımlarla 1060 °C’ye kadar artırılarak, düşük sıcaklıkta büyütülen GaN tabakasının yeniden kristalleşmesi (re-crystallization) işlemi gerçekleştirildi. Yeniden kristalleşme süreci sonunda aynı sıcaklıkta TMGa kaynağı açılarak, 3 boyutta GaN büyümesine başlandı. Bu aşamada yansıma eğrisi takip edilerek GaN tabakasının 3 boyutlu büyüme rejiminden (yanal büyüme), neredeyse (quasi) 2 boyutlu tabaka tabaka büyümeye geçiş yapana kadar devam ettirildi. 2 boyutlu büyüme aşamasında, yapı tabaka tabaka büyüdüğü için büyüme hızı artırılarak GaN tabakasının büyütülmesine hedeflenen tabaka kalınlığına ulaşılan kadar devam edildi.

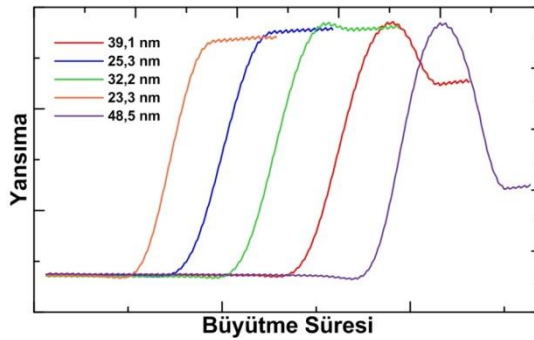


Şekil 3-12 NL-AlN tabakalarının büyütme esnasında susceptor üzerindeki pozisyonu

Büyütülen örneklerin yapısal karakterizasyonu için yüksek çözünürlüklü X-ışını kırınımı (HR-XRD) kullanıldı. Oda sıcaklığında fotoluminisans (PL) ölçümleri için 266 nm dalgaboyuna sahip Q-switch lazer uyarıcı kaynağı kullanılarak örneklerin optiksel ölçümleri gerçekleştirildi. Numunelerin elektriksel karakterizasyonu, kontaklı yüzey direnç sistemi ve yüzey analizi için farklı arayüz DIC (different interface constraint) mikroskopi yöntemi ile optik mikroskop kullanılarak gerçekleştirildi.

3.1.2.1 Tartışmalar ve Sonuçlar

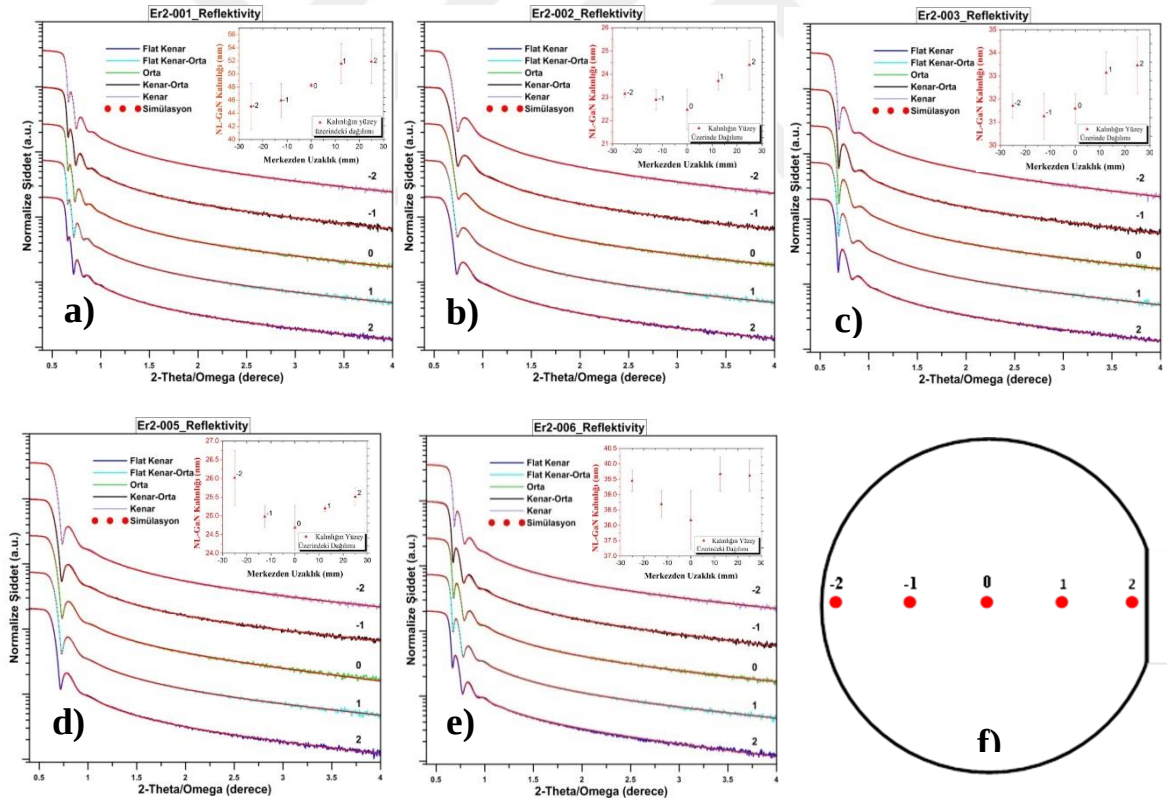
Malzeme büyütmelerinde kullanılan, in-situ optiksel yansıma ölçümlerinin özellikle safir alttaş üzerine büyütülen GaN yapıları için önemli bir karakterizasyon olduğu iyi bilinmektedir. Farklı çekirdeklenme tabaka kalınlıklarına ait 5 farklı örneğin 406 nm dalgaboyu ile alınan büyütme anındaki yansıma eğrileri Şekil 3-13’de verilmiştir.



Şekil 3-13 Farklı kalınlıklarda büyütülen düşük sıcaklıklı GaN tabakasının 406 nm dalgaboyu ile alınan büyütme anındaki yansıma eğrileri

Safir alttaş üzerine GaN tabakası birikmeye başlamasıyla yapı üzerine düşen ışığı, yansıtan ikiden fazla arayüz yansıma şiddetini değiştirir. Bu durumda eğer büyütülen malzemenin kırılma indisi taban malzemenin kırılma indisinden büyükse Fabry-Pérot

(FP) salınımları nedeniyle yansıtılan ışığın optik yolu, malzemedeki $(m\lambda/n_1)$ dalga boyunun bir tamsayısı katı ile yapıcı girişim oluşturur ve yansıma eğrisinin şiddeti artar. En düşük kalınlığa sahip ilk iki örnekte büyütme süresi arttıkça yansıma şiddeti artmaktadır. Fakat büyütme süresi arttırıldıkça, büyütülen yapının kalınlığı artacak ve yansıtılan ışının optik yolu $(m + 1/2)\lambda/n_1$ katına eşit olacaktır. Bu durumda yansıtılan ışığın yoğunluğunu azaltan yıkıcı girişim oluşur ve yansıma eğrisinin şiddeti düşer. Bu şekilde, numune kalınlığı artırıldıkça yapıcı yıkıcı girişimler sonucunda yansıma eğrisinde osilasyonlar oluşur. Dolayısıyla daha kalın örneklerde yansıma eğrisinin osilasyonları görülmektedir. Fakat NL-GaN büyütmelerinin yeterince kalın olamaması nedeniyle tam bir osilasyon elde edilemez ve ayrıca düşük sıcaklıkta büyütülen GaN tabakasında nano boşlukların fazla olması, teorik olarak bilinen büyüme sıcaklığındaki GaN kırılma indisinden farklı olacaktır. Dolayısıyla büyütme anında NL-GaN kalınlığının belirlenmesi oldukça zordur. Bu nedenle çekirdeklenme tabakasının kalınlığı büyütüldükten sonra dışarıda (ex-situ) optik yöntem kullanılarak belirlendi.



Şekil 3-14 Farklı sürelerde a) 455 s, b) 310 s, c) 390 s d) 350 s f) 425 s büyütülen düşük sıcaklıklı GaN tabakasının f)’deki pozisyonlara göre reflektivite ölçümü ve ölçüm sonucuna yapılan fit

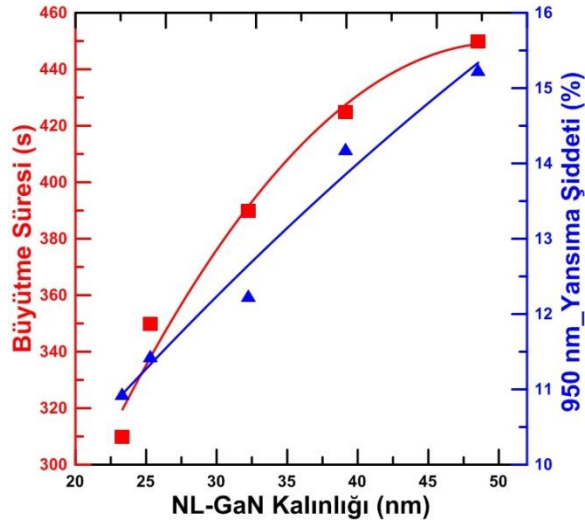
Tablo 3-5 Simülasyon sonucunda bulunan kalınlık değerleri ve elde edilen standart sapma değerleri

Numune Adı	Büyütme Süresi (s)	Büyütme Kalınlığı (nm)	Standart Sapma (nm)
Er2-001	455	48,5	6,84
Er2-002	310	23,3	1,93
Er2-003	390	32,2	2,20
Er2-005	350	25,3	1,33
Er2-006	425	39,1	1,50

GaN örneğinin opak olması ve yeterince kalın olmaması nedeniyle optik yöntemlerle bu tür malzemelerin kalınlığının belirlenmesi oldukça zordur. Fakat güçlü bir araç olan HR-XRD sisteminin düşük açılarda x-ışınının elektro-manyetik özellikte davranması sonucunda, yansıma ölçümleri yapılabilir. X-ışınının kırılma indisi genellikle 1'den az olduğundan, pürüzsüz bir numune yüzeyine gelen X-ışınları belirli bir kritik açının altında numuneye nüfuz etmeden tamamen yansır. Kritik açının üzerinde olduğunda ışın numuneye nüfuz etmeye başlar ve saçaklar bu bölgede üst üste bindiğinden θ açısı arttıkça $1/\theta^4$ bağımlılığı ile saçılma yoğunluğu düşer (Fresnel düşmesi). Bununla birlikte, kırınım tepe noktalarının etrafındaki girişim saçaklarının aksine, XRD'deki saçaklar elektron yoğunluğundaki farklılıklardan kaynaklanmaktadır, dolayısıyla yansıyan x-ışının optik yolu simetrik $\omega - 2\theta$ taramalarında değişmesi sonucunda saçaklar (fringeler) oluşur. n. mertebedeki i ve j pikleri arasındaki $\sin\theta_i - \sin\theta_j \cong \Delta\theta$ olan saçaklar arasındaki açısal farktan film kalınlığı belirlenir (Moram M. A., 2009).

$$T = \frac{(n_i - n_j)\lambda}{2(\sin\theta_i - \sin\theta_j)} \approx \frac{\lambda}{2\Delta\theta\cos\theta} \quad [3-1]$$

Burada λ , x-ışınının dalga boyudur. Şekil 3-14 yapılan reflektivite ölçümü sonucuna uygulanan fit ile elde edilen kalınlıklar Tablo 3-5'de verilmektedir.



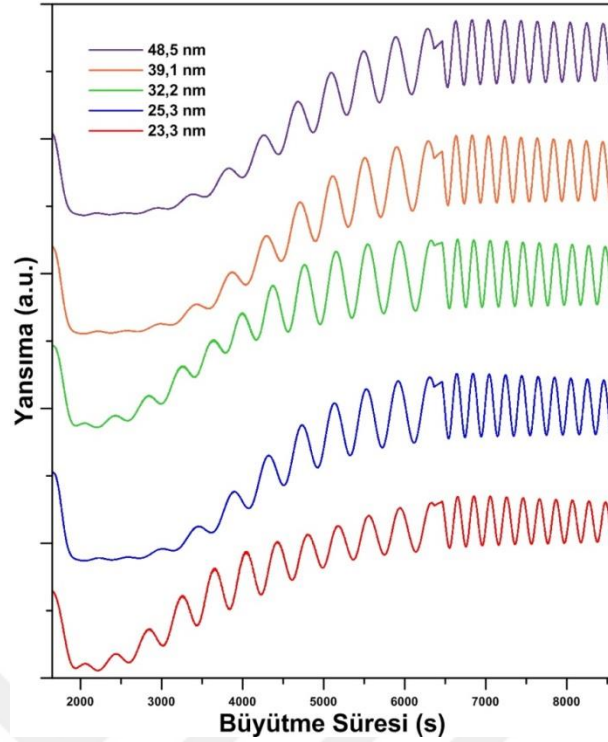
Şekil 3-15 LT-GaN tabakasının kalınlığının, 950 nm dalgaboylu lazer ile ölçülen yansıma artış değeri ve büyütme süresi ile değişimi

Bu yöntemle elde edilen LT-GaN kalınlık değerlerine karşılık gelen büyüme zamanları ve 950 nm dalgaboylu lazere ait in-situ yansıma eğri şiddetleri Şekil 3-15’de gösterilmiştir. Sonuçlardan görüldüğü üzere katman kalınlığının TMGa dozaj süresi ile doğrusal olarak ilişkili olmadığını belirtmekte fayda vardır. Bunun nedeni, numunelerin reaktörün ısı temizliğinden sonra reaktör duvarına öncüllerin ilk olarak birikmesi ve alttaş üzerinde materyal kristalizasyon etkinliğinin azaltmasıdır (Wosko, 2019). Bu nedenle büyütme süresi arttıkça büyüme oranı doğrusal olmayan bir artış göstermektedir. Bu durum, LT-GaN tabakası için TMGa kaynağının açılması ile yansıma eğrisinin değişiminin gecikmesinden de açıkça anlaşılmaktadır. Fakat, NL-GaN kalınlığının 950 nm lazer ile alınan yansıma eğrisinin değişimi ile kıyaslanacak olursa gerçekte büyütme oranı doğrusal olarak artmaktadır.

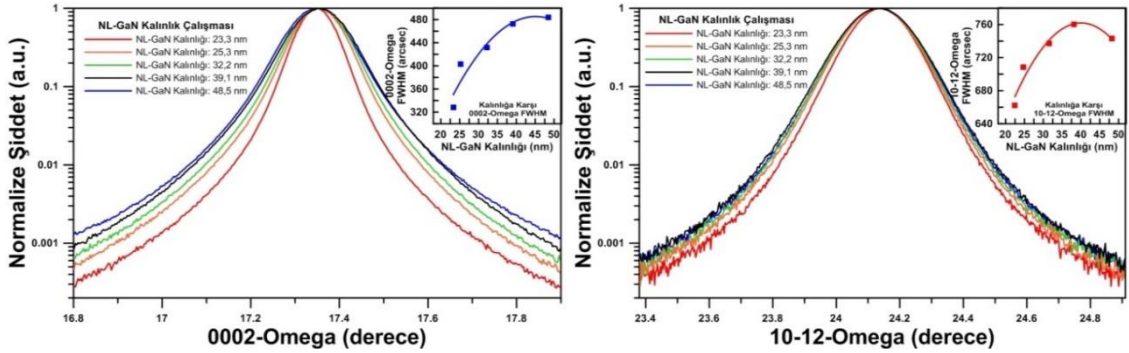
Çekirdeklenme tabakasının kalınlığı belirlenmesi sonucunda, NL-GaN kalınlığının külçe-GaN tabakasının kalitesine etkisinin incelenmesi için Tablo 3-6’daki parametreler kullanılarak HT-GaN büyütmesi yapıldı. Bu büyütme için yansıma eğrileri Şekil 3-16’da verilmektedir. HT-GaN büyütme süreci; adaların genişlemesi, yanal büyütme (3D growth) ve neredeyse (quasi) 2D büyütme olmak üzere 3 kısma ayrılmıştır. İlk kısımda, yeniden kristallenme süreci sonunda tekrar Ga kaynağının açılmasıyla, safir ve GaN yapışma katsayısı farkından dolayı Ga ve N atomları tercihen GaN çekirdekleri üzerine birikmeye başlar. Bu birikme, adaların genişlemesini sağlar ve adaların genişlemesi sonucu, yansıma ölçümü için numune yüzeyine gelen lazer daha fazla saçılacağından yansıma şiddeti dedektörün sinyal alamayacağı değerlere kadar düşer. Bu kısımda 5 örnek için yansıma eğrisi aynı davranışı göstermektedir.

Tablo 3-6 Farklı sürelerde düşük sıcaklıkta büyütülen GaN tabakasının büyüme parametreleri

MOCVD												
Recete	Tabaka	Geçiş zamanı →	Kalınlık (nm)	Büyütme Süresi (sn)	Büyüme Oranı (nm/s)	Reaktör Basıncı (mbar)	Reaktör Sıcaklığı (°C)	Altaş Sıcaklığı (°C)	NH3 Akışı (sccm)	TMGa Akışı (sccm)	V/III oranı	Açıklama
Er2-001												
Altaş:DSP Safır (0001)	Kusturma	-	-	360		150	1200	1055	-	-	-	NL-GaN kalınlığının bulk GaN etkışsının araştırılması için recete oluşturuldu.
	NL-GaN Tabakasına Geçiş	360	-	-		150	1200-580	1055-525	-	-	-	
	Stabilizasyon	-	-	240		150	580	525	-	-	-	
	Nitridasyon	-	-	180		150	580	525	3000	-	-	
	NL-GaN	-	48,5	455	0,107	150	580	525	3000	35	1359	
	Soğutma	100	-	-		150	580-400	-	3000	-	-	
		720	-	-		150	400-100	-	-	-	-	
Er2-002												
Altaş:DSP Safır (0001)	Kusturma	-	-	360		150	1200	1055	-	-	-	Er2-001 nolu recete referans alınarak NL-GaN büyüme süresi 455 saniyeden 310 saniyeye düşürülmüştür.
	NL-GaN Tabakasına Geçiş	360	-	-		150	1200-580	1055-525	-	-	-	
	Stabilizasyon	-	-	240		150	580	525	-	-	-	
	Nitridasyon	-	-	180		150	580	525	3000	-	-	
	NL-GaN	-	23,3	310	0,075	150	580	525	3000	35	1359	
	Soğutma	100	-	-		150	580-400	-	3000	-	-	
		720	-	-		150	400-100	-	-	-	-	
Er2-003												
Altaş:DSP Safır (0001)	Kusturma	-	-	360		150	1200	1055	-	-	-	Er2-001 nolu recete referans alınarak NL-GaN büyüme süresi 455 saniyeden 390 saniyeye düşürülmüştür.
	NL-GaN Tabakasına Geçiş	360	-	-		150	1200-580	1055-525	-	-	-	
	Stabilizasyon	-	-	240		150	580	525	-	-	-	
	Nitridasyon	-	-	180		150	580	525	3000	-	-	
	NL-GaN	-	32,2	390	0,083	150	580	525	3000	35	1359	
	Soğutma	100	-	-		150	580-400	-	3000	-	-	
		720	-	-		150	400-100	-	-	-	-	
Er2-005												
Altaş:DSP Safır (0001)	Kusturma	-	-	360		150	1200	1055	-	-	-	Er2-001 nolu recete referans alınarak NL-GaN büyüme süresi 455 saniyeden 350 saniyeye düşürülmüştür.
	NL-GaN Tabakasına Geçiş	360	-	-		150	1200-580	1055-525	-	-	-	
	Stabilizasyon	-	-	240		150	580	525	-	-	-	
	Nitridasyon	-	-	180		150	580	525	3000	-	-	
	NL-GaN	-	25,3	350	0,072	150	580	525	3000	35	1359	
	Soğutma	100	-	-		150	580-400	-	3000	-	-	
		720	-	-		150	400-100	-	-	-	-	
Er2-006												
Altaş:DSP Safır (0001)	Kusturma	-	-	360		150	1200	1055	-	-	-	Er2-001 nolu recete referans alınarak NL-GaN büyüme süresi 455 saniyeden 350 saniyeye düşürülmüştür.
	NL-GaN Tabakasına Geçiş	360	-	-		150	1200-580	1055-525	-	-	-	
	Stabilizasyon	-	-	240		150	580	525	-	-	-	
	Nitridasyon	-	-	180		150	580	525	3000	-	-	
	NL-GaN	-	39,1	350	0,112	150	580	525	3000	35	1359	
	Soğutma	100	-	-		150	580-400	-	3000	-	-	
		720	-	-		150	400-100	-	-	-	-	
1												
Altaş pos1:Dummy pos4:Er2-003 pos2:Er2-001 pos5:Er2-005 pos3:Er2-002 pos6:Er2-006	Yeniden Kristallenme Geçiş	610	-	-		150	590-1200	1050	3000	-	-	NLGaN kalınlığının bulk GaN tabakası üzerindeki etkisini incelemek için HT-GaN büyütmesi yapıldı.
	Yeniden Kristallenme	-	-	30		150	1200	1050	3000-7000	-	-	
	uGaN Yanal Büyütme	-	2420,3	4706	0,5143	150	1200-1215	1050-1070	7000	65	1683	
	2D Büyütmeye Geçiş	100	-	-		150	1215-1225	1070-1080	7000-10000	-	-	
	uGaN	-	2192,7	2216	0,9895	150	1225	1080	10000	140	1117	
	Soğutma	720	-	-		150	1225-500	-	10000-2000	-	-	
		720	-	-		150	500-100	-	-	-	-	



Şekil 3-16 Farklı sıcaklıklarda büyütülen düşük sıcaklıklı (LT) GaN tabakasının üzerinde yüksek sıcaklıklı (HT) GaN tabakasının 950 nm dalgaboyu ile alınan yansıma eğrileri

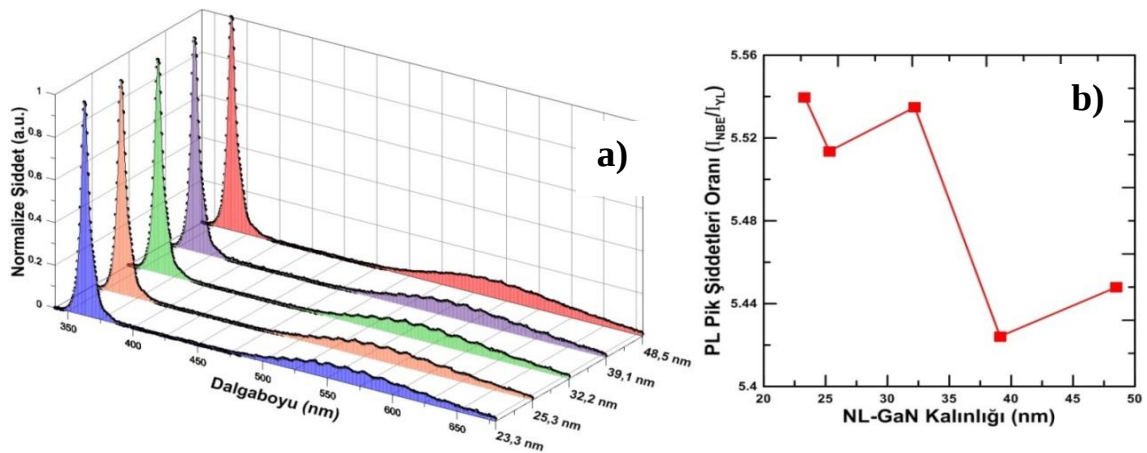


Şekil 3-17 Farklı LT-GaN büyütme süresine sahip numuneler için yapılan simetrik (002) omega ve asimetrik (102) ω taramaları

XRD ölçümünde (002) ve (102) düzlemlerinin sallantı eğrileri karakterize edildi. Şekil 3-17’de büyütülen 5 numuneye ait (002) ve (102) düzlemlerinin XRD sonuçları gösterilmektedir. NL-GaN kalınlığı, 48,5 nm’den 23,3 nm’ye düşürüldüğünde simetrik ve asimetrik FWHM değerleri sırası ile 480 den 312 arcsec değerine ve 770 den 650 arcsec değerine düşmektedir. Vida tipi ve kenar tipi kusurların yoğunlukları, (002) ve

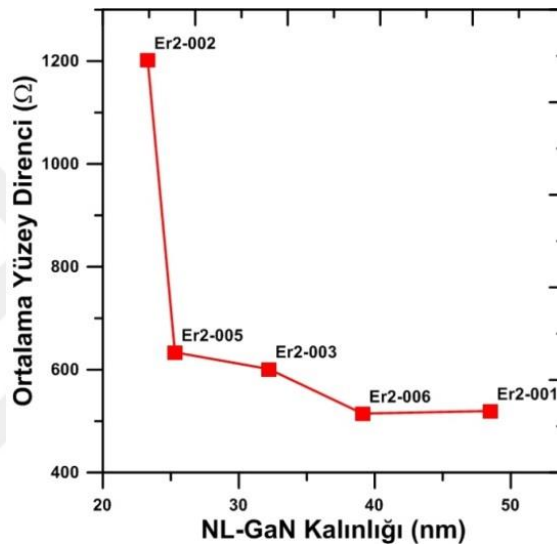
(102) düzlemlerinin ω taramasının FWHM değeri ile ilintilidir (Chierchia, 2003). NL-GaN kalınlığının artması ile vida ve kenar tipi kusurların yoğunluğu artmaktadır. Bu sonuç ile NL-GaN kalınlığının artması ile oluşan adaların büyüklükleri ve sayısının değiştiği anlamı çıkarılabilir.

Dislokasyonlar genellikle safir ve örgü uyumsuz olan tampon tabaka arasındaki ara yüzeyden başlar ve büyütülen epitaksiyel tabaka boyunca neredeyse bükülmeden ve birleşmeden doğrudan iletilirler. Bu durum düşünüldüğünde, büyütülen yapıda çok sayıda dislokasyon olacaktır. Safir alttaşı üzerine GaN büyütmelelerinde kullanılan 3 boyutlu büyüme modelinde, GaN tabakasının, GaN adaları üzerine yanal büyütülmesi sağlanarak ara yüzeyden gelen kusur çizgilerinin (Burger vektörü) bükülmesi sağlanır. Bükülen kusur çizgileri bir başka kusur çizgisi ile karşılaştığında birbirini yok eder. Bu durumda kusur yoğunluğu azaltılmış külçe GaN tabakaları elde edilebilir. 3 boyutlu büyütmenin kalitesini belirleyen başlıca parametrelerden biri, GaN çekirdek adalarının şeklidir. Adaların şekline bağlı olarak yanal büyütme rejimi değişir. Yaptığımız çalışmada, tampon tabaka kalınlığı 23,3 nm olduğunda, küçük çekirdeklenme yoğunluğu ve adaların nispeten yavaş birleşme süreci ve bunun sonucunda kusur çizgilerin daha fazla bükülmesi nedeniyle kristal kalitesinde dikkate değer bir artış gözlemlenmiştir. Tampon tabakasının kalınlığı arttırılmasıyla, çekirdeklenme merkezinin yoğunluğu başka bir değişle oluşan adaların büyüklüğü artar ve birleşme işlemi çok hızlanır. Bu durumda, çoğu kusur çizgisi yönlendirilemez ve yok edilemez. Sonuç olarak tampon tabakanın kalınlığının artması ile kalitesinin düştüğü gözlemlenmektedir.



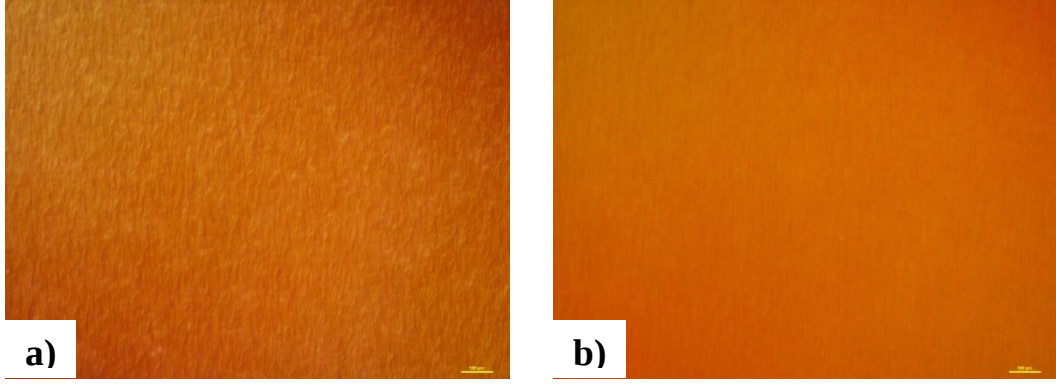
Şekil 3-18 a) Farklı NL-GaN kalınlıklarına sahip GaN numunelerinin 266 nm dalgaboylu lazer ile alınan fotoluminesans ölçüm sonuçları b) NL-GaN kalınlığına bağlı olarak GaN kenar piki ve kusur pik şiddet oranı değişimi

Çekirdeklenme tabaka kalınlığının, külçe-GaN tabakalarının optik özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmak için, GaN kalınlığının bir fonksiyonu olarak, oda sıcaklığı PL spektrumları Şekil 3-18 (a)'da gösterildi. Her bir numune, 362 nm civarında bant kenarı emisyon ve yaklaşık olarak 35 meV olan birbirine yakın FWHM değerlerine sahiptir. Bu durum, bant kenarı emisyon karakteristiklerinin, NL-GaN kalınlığının etkilemediği anlamına gelir. Bununla birlikte bu yakın değerler arasında optiksel kalitenin bir göstergesi olan (Kim, 1999) bant kenarı (I_b) ve derin seviye (I_d) lüminesansı arasındaki yoğunluk oranı (I_b / I_d) ile değerlendirildiğinde (Şekil 3-18 (b)) NL-GaN kalınlığı 23,3 nm olduğunda en iyi değer olarak görülmektedir.



Şekil 3-19 NL-GaN kalınlığına karşı ortalama yüzey direncinin değişim eğrisi

Ayrıca, NL-GaN kalınlık değişiminin, külçe GaN tabakasının elektriksel özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Şekil 3-19'de gösterildiği gibi, ortalama yüzey direncinin, NL-GaN kalınlığı üzerine güçlü bir etkisi vardır. NL_GaN katmanının kalınlığı 23,3 nm olduğunda, ortalama yüzey direncinin, elektriksel anlamda iyi olduğunu gösteren yüksek tabaka direncine sahiptir. Bununla birlikte, NL-GaN kalınlığı arttıkça ortalama yüzey direnci keskin bir düşüş yaşar ve elektriksel anlamda daha fazla gelişme görülmez.

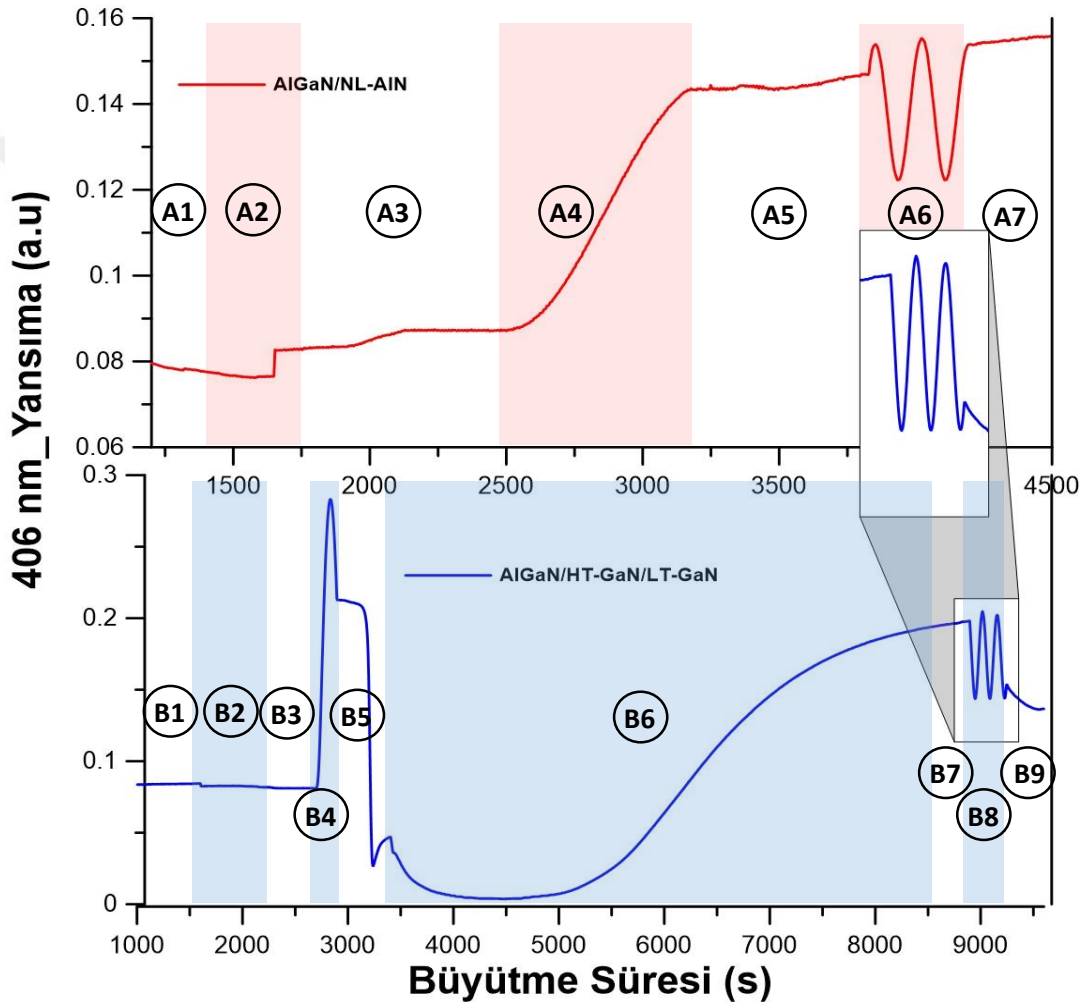


Şekil 3-20 Farklı sürelerde büyütülen a) 455 sn, b) 310 sn LT-GaN tabakası üzerine büyütülen HT-GaN tabakalarına ait yüzey görüntüleri

Son olarak NL-GaN kalınlığının yüzey morfolojisi üzerine etkisinin araştırılması için optik mikroskobun Diffraction Interface Constant (DIC) yöntemi kullanılarak yüzey görüntüleri alındı. Şekil 3-20’de, NL-GaN kalınlığı 23,3 nm olduğunda külçe GaN tabakasının yüzey özelliği göreceli olarak pürüzsüz makroskobik morfoloji sergilerken, NL-GaN kalınlığı 48,5 nm olduğunda külçe GaN tabakası en pürüzlü makroskobik morfolojiyi sergilemektedir. Bu gözlem, XRD sonucuna yapılan yorumu destekler ve çekirdeklenme tabakasının kalınlığının artmasıyla 3D adaların uniform olarak oluşmadığı ve bu nedenle yüzey üzerinde pürüzlülüğün arttığı öngörülmektedir.

3.1.3 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ Büyütmesinde Tampon Tabakaların Kıyaslanması

Yerinde izleme (in-situ) eğrilerinin analiz grafiklerinde, kırmızı eğri bir önceki bölümde, AlN büyütme çalışmalarından elde edilen optimize değerler kullanılarak büyütülen AlN çekirdeklenme tabakası (NL-AlN) üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasını temsil ederken, mavi eğri GaN büyütme çalışmasında elde edilen optimize büyütme parametreleri kullanılarak gerçekleştirilen tampon tabaka (HT-GaN/LT-GaN) üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasını temsil etmektedir (Şekil 3-21).



Şekil 3-21 Yerinde izleme (in-situ) eğrilerinin analiz grafiklerinde kırmızı eğri NL-AlN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakası mavi eğri HT-GaN/LT-GaN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasını temsil etmektedir.

Büyütme için verilen yerinde (in-situ) yansıma eğrisinden de görüldüğü gibi farklı tampon tabaka üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ yapısının büyütülmesi şu süreçlerden oluşur;

3.1.3.1 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N/NL-AlN}$ Büyütme Aşamaları

(A1) Safir alttaşın hidrojen atmosferinde yüksek sıcaklıkta ısıtma işlemi için sıcaklığı 1°C/s adımlarla 1200°C 'ye çıkartıldı.

(A2) Safir alttaş üzerinde organik materyaller ve oksijen tabasının kaldırılması için hidrojen akışı altında, 150 mbar basınç altında, 6 dakika boyunca kusturma işlemi gerçekleştirildi.

(A3) Reaktörde Argus susceptor (alttaş tutucu) sıcaklığı referans alınarak susceptor sıcaklığı 847°C 'ye ve büyütme basıncı 50 mbar'a düşürüldü ve çekirdeklenme tabakasının büyütme şartlarının stabilizasyonu için 5 dakika boyunca beklendi.

(A4) TMAI ve NH_3 kaynakları aynı anda açılarak düşük sıcaklıkta AlN çekirdeklenme tabaka büyütülmesi gerçekleştirildi. AlN tabakasının kırılma indisi safir alttaşın kırılma indisinden daha büyük olduğundan, Fabry-Pérot (FP) salınımları nedeniyle yansıtılan ışığın optik yolu, malzemedeki ($m\lambda/n_1$) dalga boyunun bir tamsayısı katı ile yapıcı girişim oluşturur. Bu nedenle yansıma eğrisinin sinyali NL-AlN büyüme süresince artmaktadır.

(A5) Hedeflenen kalınlığa (40 nm) ulaşıldığında, TMAI kaynağı kapatılarak yüksek sıcaklıkta $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ büyümesi için susceptor sıcaklığı 1120°C 'ye çıkartıldı. Bu sıcaklığa ulaşıldığında, düşük sıcaklıkta büyütülen çekirdeklenme tabakasının kristal kalitesini arttırmak için bu sıcaklıkta 5 dk boyunca $\text{NH}_3/\text{H}_2/\text{N}_2$ gazlarının karışımı altında tavlama işlemi gerçekleştirildi.

(A6) Tavlama işlemi sonunda TMGa ve TMAI kaynakları açılarak $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ büyütmesi gerçekleştirildi.

(A7) Hedeflenen kalınlığa ulaşıldıktan sonra TMGa ve TMAI kaynakları kapatılarak reaktör NH_3 akışı altında soğutuldu.

3.1.3.2 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N/HT-GaN/LT-GaN}$ Büyütme Aşamaları

(B1) Safir alttaşın hidrojen atmosferinde yüksek sıcaklıkta ısıtma işlemi için sıcaklığı 1°C/s adımlarla 1200°C 'ye çıkarıldı.

(B2) Kullanılacak alttaş yüzeyinde bulunan olası oksijen benzeri safsızlıklardan temizlemek ve ayrıca atomik anlamda yüzeyi iyileştirmek amacıyla 1200°C reaktör

sıcaklığında, 150 mbar basınç ve hidrojen akışı altında 6 dakika boyunca kusturma (desorption) işlemi yapıldı.

(B3) Reaktör sıcaklığı 1200°C'den 580 °C'ye düşürüldü ve düşük sıcaklıkta büyütülecek olan GaN tabakasının büyütme şartlarının stabilizasyonu için 3 dakika boyunca beklendi.

(B4) Sonraki aşamada GaN tabakası ile safir arasındaki örgü uyumsuzluğunun azaltılması için NH_3 akışı sağlanarak safir yüzeyinin birkaç monolayer altındaki oksijen atomları azot atomları ile yer değiştirmesi sonucunda amorf $\text{AlN}_x\text{O}_{1-x}$ yüzey oluşturulması amaçlandı (Won, 2014). 180 saniye yüzeyin azotlaştırma işleminden sonra TMGa kaynağı açılarak düşük sıcaklıklı GaN büyütülmesi gerçekleştirildi. Yansıma eğrisinin sinyali LT-GaN büyüme süresince artmaktadır.

(B5) LT-GaN tabakasında hedeflenen kalınlığa ulaşıldığında, TMGa kaynağı kapatılarak H_2 ve NH_3 akışı altında sıcaklık 1200 °C reaktör sıcaklığına dakikada 1 °C adımlarla yükseltildi. Bu aşamada düşük sıcaklıkta büyütülen düşük yoğunluklu amorf GaN tabakasının sıcaklığı arttırılarak, yeniden kristalleşme süreci gerçekleştirilmiştir. Düşük yoğunluktaki GaN tabakası sıcaklığın artması ile yeniden kristalleşerek daha yüksek yoğunluğa geçmektedir. Bu hacimsel değişikliğe sıcaklık artmasıyla hidrojen gazının aşındırma etkisi eklendiğinde, ada şeklinde çekirdeklenme merkezlerinin oluşmasına neden olur. Bu nedenle LT-GaN/Safir yüzeyinden alınan yansıma eğrisi sinyali, başlangıçta göreceli olarak düzgün yüzeyden 3 boyutlu ada şekline dönüşmesi sonucunda ölçüm için gönderilen lazerin 3 boyutlu pürüzlü yüzeyden saçılmaları artacağından yansıma şiddeti düşmektedir.

(B6) yeniden kristalleşme sürecinden sonra TMGa kaynağı reaktöre tekrar gönderilerek 3 boyutlu çekirdeklenme adaları üzerine yanal GaN büyütülmesi gerçekleştirilir. Safir ile GaN arasındaki yapışma katsayı farkından dolayı Ga ve N öncü atomları tercihen çekirdeklenme adaları GaN yüzeyi üzerine birikir. Birikme devamında adaların büyüklüğü artması ile 3 boyutlu pürüzlülük artar ve yansıma şiddeti dedektörün sinyal alamayacağı seviyelere kadar düşer. Birikme devamında seçilen büyütme şartları sonucunda (yüksek sıcaklık, göreceli olarak düşük basınç, yüksek V/III oranı) yanal büyütme oranı, dikey büyütme oranından yüksek olması nedeniyle adalar yanal olarak genişler ve ada şekilleri düzelmeye başlar. Bunun sonucunda yansıma şiddetti artmaya başlar. Adaların düzgün olarak büyümesiyle yansıma ölçümü için gönderilen lazerin

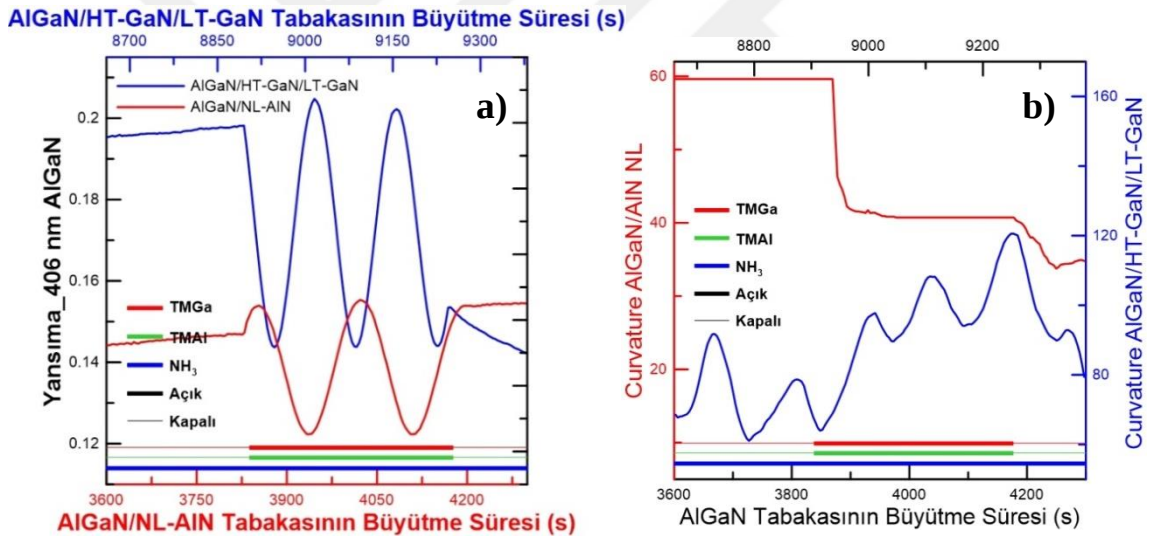
saçılmaları azalacağından adaların yüzeyinin genişlemesiyle yansıma sinyalinin şiddeti yavaş yavaş artar.

(B7) Büyütme devamında adalar birbirleri ile birleşme sürecine girer ve üç boyutlu büyütme rejminden neredeyse iki boyutlu büyüme rejimine geçilir. Artık tabaka tabaka büyütme rejminden dolayı yansıma eğrisinin ortalama şiddeti değişmez. Bu aşamada hedeflenen kalınlığa ulaşıldığında, TMGa kaynağı kapatılarak $Al_xGa_{1-x}N$ tabakası için büyütme parametrelerinin dengeye gelmesi beklendi.

(B8) Denge şartında TMGa ve TMAI kaynakları açılarak büyütme sıcaklığı ve basıncı sırasıyla 1075 °C ve 50 mbar büyütme şartlarında, $Al_xGa_{1-x}N$ büyütmesi gerçekleştirildi.

(B9) Hedeflenen kalınlığa ulaşıldıktan sonra TMGa ve TMAI kaynakları kapatılarak reaktör NH_3 akışı altında soğutuldu.

3.1.3.3 Tartışmalar ve Sonuçlar

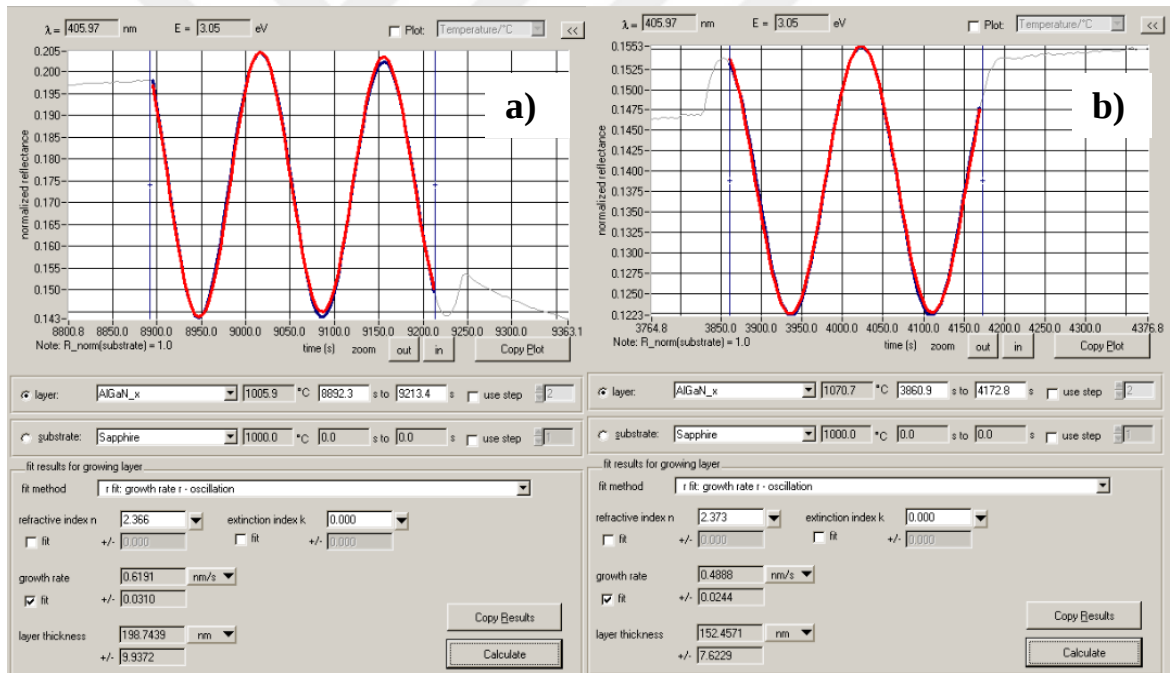


Şekil 3-22 Gerçek zamanlı (in-situ) NL-AlN ve HT-GaN/LT-GaN üzerine büyütülen $Al_xGa_{1-x}N$ tabakasının a) 406 nm dalgaboyunda yansıma, b) alttaş-kavis (curvature) eğrileri

İki farklı tampon tabaka kullanılarak gerçekleştirilen $AlGaIn$ büyütmelerinin 406 nm yansıma eğrileri kıyaslandığında (Şekil 3-22-a) LT-AlN-buffer tabaka örneğinin hem yansıma salınımının genliği hem de yansıma şiddeti, HT-GaN/LT-GaN buffer tabakası üzerine büyütülen $Al_xGa_{1-x}N$ tabakasına kıyasla çok daha küçüktür. Bu durumun kökeni optik girişim farklılığıdır ve denlem 3-2'deki gibi ifade edilebilir (Shih, 2005);

$$R = \frac{(1 - n_s)^2 n^2 \cos^2 \left(\frac{2\pi n L}{\lambda} \right) + (n_s - n^2)^2 \sin^2 \left(\frac{2\pi n L}{\lambda} \right)}{(1 + n_s)^2 n^2 \cos^2 \left(\frac{2\pi n L}{\lambda} \right) + (n_s + n^2)^2 \sin^2 \left(\frac{2\pi n L}{\lambda} \right)} \quad [3-2]$$

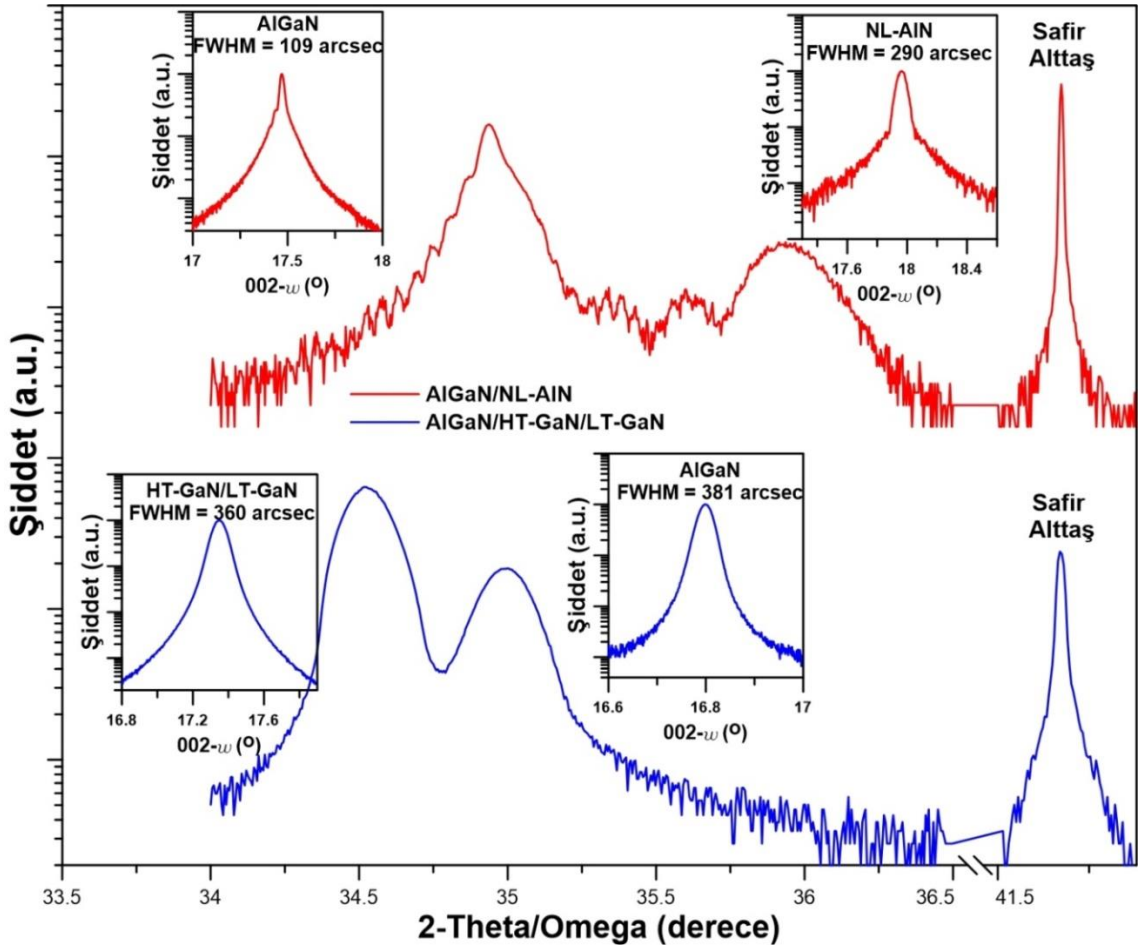
Burada R yansıma, λ dalga boyu, L büyütülen malzemenin kalınlığı, n ve n_s sırasıyla büyütülen malzemenin ve alttaşın kırılma indisleridir. $\cos^2\left(\frac{2\pi nL}{\lambda}\right) = 0$ yansımanın minimum, $\sin^2\left(\frac{2\pi nL}{\lambda}\right) = 0$ yansımanın maksimum olduğu duruma karşılık gelir. Formülde açıkça görüldüğü üzere alttaş ile büyütülen malzeme arasındaki kırılma indisi farkı ne kadar yüksek olursa, salınımların genliği o kadar büyük olacaktır. Bu çalışmada kullandığımız materyallerin, yansıma ölçümü için kullanılan 406 nm dalgaboyuna karşılık gelen kırılma indisleri $n_{\text{safir}}=1,7855$, $n_{\text{GaN}}=2,5501$, $n_{\text{AlN}}=2,1943$ olarak verilmektedir (Polyanskiy, 2008). Safir alttaş üzerine büyütülen AlN ve GaN tampon tabakalar için formülden maksimum şiddetleri sırasıyla 0,15, 0,22 olarak belirlendi. Bu durum HT-GaN/LT-GaN tampon tabakasının üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının yansıma şiddeti ve genliğinin, LT-AlN tampon tabakası üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasından neden yüksek olduğunu açıklamaktadır.



Şekil 3-23 a)HT-GaN/LT-GaN, b) NL-AlN üzerine büyütülen AlGaIn tabakalarına ait yerinde 406 nm dalgaboylu lazer kullanılarak ölçülen yansıma eğrisi (mavi) ve fit (kırmızı) sonuçları

Şekil 3-23’de büyütme anında 406 nm dalga boylu lazer kullanılarak elde edilen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının yerinde yansıma ölçümü ile gözlemlenen Fabry-Perot osilasyonları (mavi) ve bu osilasyonlar üzerine uygulanan fit (kırmızı) sonuçları kullanılarak belirlenen büyütme oranları verilmiştir. Gerçek zamanlı yerinde yansıma

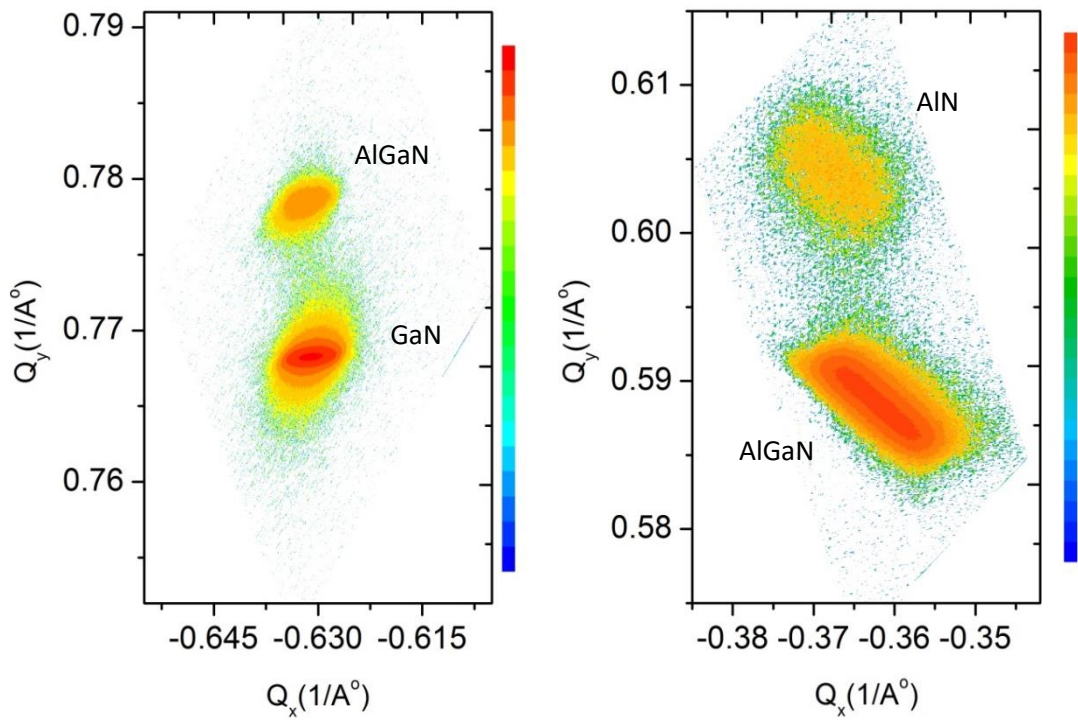
ölçümü kullanılarak HT-GaN/LT-GaN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının büyütme oranları 0,63 nm/s ve NL-AlN tabakası üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının büyütme oranı 0,49 nm/s'dir. Büyütme oranındaki bu farklılık HT-GaN/LT-GaN tabakasının yüksek sıcaklıklarda yüzeyinin bozulması nedeniyle, yüzeyini korumak adına büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının, NL-AlN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasına kıyasla daha düşük sıcaklıkta büyütülmesidir. XRD ve PL ölçüm sonuçları incelendiğinde bu sıcaklık farkının $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasındaki Al alaşım oranını etkilediği gözlemlenmiştir.



Şekil 3-24 Mavi eğri HT-GaN/LT-GaN, kırmızı eğri NL-AlN üzerine büyütülen AlGaN tabakalarına ait HR-XRD ölçüm sonuçları

Her iki farklı tampon tabaka üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakalarının simetrik (002) düzlemine göre yapılan ω -2 θ tarama sonuçları Şekil 3-24'de gösterilmektedir. Burada tampon tabaka ve $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakalarının sallantı eğrileri yarı maksimum tam genişliği (FWHM), out-plane düzleminde kristal kusurların miktarını yorumlamak için kullanıldı. AlN çekirdeklenme tabakası üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ katmanının (0002) düzlemine

ait sallantı eğrisinin FWHM genişliği 109 arcsec iken, GaN-HT/GaN-LT tampon tabakası üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının aynı düzlem üzerindeki sallantı eğrisinin FWHM genişliği 381 arcsec olarak elde edilmiştir. Hem in-plane hem de out-plane düzlemine ait kusurları yorumlamak için her iki numunenin (103)- $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{NL}-\text{AlN}$ ve (114)- $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{HT-GaN}/\text{LT-AlN}$ düzlemine bakıldı ve FWHM değerleri sırası ile 431 ve 561 arcsec olarak elde edildi. AlGaN numunelerinin tüm HR-XRD sonuçları Tablo 3-7'de gösterilmektedir. Her iki tampon tabaka için $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının FWHM değerleri kıyaslandığında AlN çekirdeklenme tabakası üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının kristal kalitesinin daha iyi olduğu görülmüştür.



Şekil 3-25 a) $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{HT-GaN}/\text{LT-GaN}$ (114) düzlemine ait, b) $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{L-AlN}$ (103) düzlemine ait RSM tarama sonuçları

Örgü noktaları arasındaki uzaysal boşluk ve kusurlarla ilgili genişleme için birçok bilgiye, ters örgü noktalarının 2 boyutlu bir kesitini gösteren ters uzay haritalarında (Reciprocal Space Mapping, RSM'ler) ile elde edilebilir. 2D düzlemde RSM taraması, art arda ω değerlerinde bir dizi $\omega - 2\theta$ taramaları yapılır ve 3. boyut olarak pik şiddeti alınarak harita formu elde edilir. RSM taramasında çizgi genişliklerinin genişlemesi, başlangıç çekirdeklenme oluşumuna ve açısız yönelim bozukluğuna bağlıdır ve gerilimin varlığının bir göstergesidir. Şekil 3-25'de, $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{HT-GaN}/\text{LT-GaN}$ yapısı

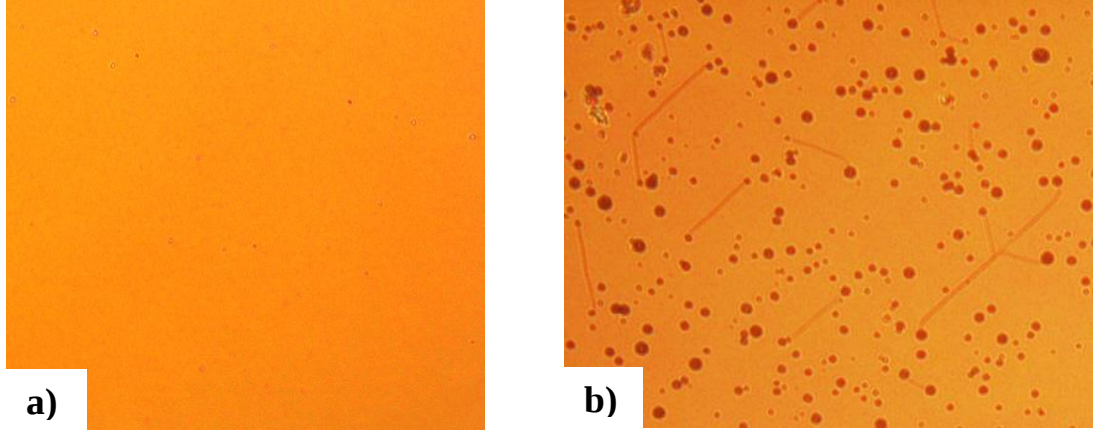
için asimetrik (11-24) düzlemi, $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{NL}-\text{AlN}$ yapısı için asimetrik (10-13) düzleminin RSM sonuçları gösterilmektedir.

Büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakalarının ince olması nedeniyle asimetrik taramalar için grazing incident geometrisi kullanıldı. Hem büyütülen tabakanın ince olması hem de nitrür tabanlı malzeme grubunun asimetrik düzlemlerde yapı faktörünün düşük olması nedeniyle asimetrik RSM taraması için $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{HT}-\text{GaN}/\text{LT}-\text{GaN}$ tabakaları (11-24) düzlemi seçilirken, $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{NL}-\text{AlN}$ tabakaları (10-13) asimetrik kırınım düzlemleri seçilmiştir. Şekil 3-25, bu düzlemlere ait RSM görüntüsü gösterilmektedir. $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakası tepe noktasının konumu, gerilim veya alaşım oranının dalgalanmalarından dolayı genişlemektedir. Düzlem dışı gerilme (out of plane strain, ε_{zz}) ve düzlem içi gerinim (in-plane strain, ε_{xx}) aşağıdaki denklemlerle hesaplanır (Jayasakthi, 2017).

$$\varepsilon_{zz} = \frac{c - c_0}{c_0}, \quad \varepsilon_{xx} = \frac{a - a_0}{a_0} \quad [3-3]$$

Burada a ve c X-ray taramasından hesaplanan gerilimli $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının örgü parametreleri, a_0 ve c_0 külçe $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ yapısının gerilimsiz örgü parametreleridir. AlN çekirdeklenme ve HT-GaN/LT-GaN tampon tabakaları üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ yapılarının sırası ile düzlem dışı gerilme (out of plane strain, ε_{zz}) ve düzlem içi gerinimleri (in-plane strain, ε_{xx}) -0,002678, 0,0000379 ve 0,009682, -0,00081 olarak elde edildi. XRD RSM sonuçlarından hesaplanan gevşeme oranlarına bakıldığında, GaN-HT/GaN-LT tampon tabakası üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ yapısının gevşeme oranı %13 iken AlN çekirdeklenme tabakası üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının %96 gibi yüksek bir değer elde edilmiştir. Şekil 3-22-b’de HT-GaN/LT-GaN ve NL-AlN tabakalarının üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının gerilmeleri, wafer eğriliğinin yerinde lazer deflektometri ölçümleri kullanılarak gerçek zamanlı (in-situ) olarak ölçüm sonuçları gösterilmektedir (Hearne, 1999). Wafer eğriliğine bakıldığında HT-GaN/LT-GaN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının büyütme anındaki gerinim stresinin daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu iki ayrı tampon tabakası üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının in-situ ve ex-situ sonuçlarındaki farklılık örneklerin yüzey görüntülerine bakıldığında anlaşılmaktadır. Gerinim stresinden dolayı GaN-HT/GaN-LT tampon tabakası üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasında çatlama başlangıcı olması ve AlN çekirdeklenme tabakası üzerine büyütülen AlGa_N tabakasında çatlamanın olmadığı görülmektedir (Şekil 3-26). Sonuç olarak GaN-HT/GaN-LT

tampon tabakası üzerine $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakası büyürken stres nedeniyle soğuma esnasında çatlayarak gevşemiştir.



Şekil 3-26 a)NL-AlN, b) HT-GaN/LT-GaN farklı Tampon tabaka üzerine büyütülen AlGaIn tabakasına ait yüzey görüntüleri

Tablo 3-7 HR-XRD ölçüm ve hesaplama sonuçları

Tampon Tabaka	Tabaka	Al İçeriği	Tabaka Kalınlığı (nm)	AlGaIn FWHM		ϵ_{xx}	σ_{xx} (GPa)	Gevşeme (%)
				002-omega (arcsec)	114-omega (arcsec)			
NL-AlN	AlN	1	40	290	450	0,00968	5,1715	96
	AlGaIn	0,364	170	109	431			
HT-GaN/LT-GaN	GaN	0	1200	360	500	-0,00081	-0,4320	13
	AlGaIn	0,235	200	381	595			

Fotoluminesans (PL) ölçümü ile belirlenen yasak enerji aralığının bir fonksiyonu olarak, $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının alaşım oranının kesin bilgisi, bir eğim parametresine (bowing parametresi) bağlıdır. Farklı şartlarda büyütmesi gerçekleştirilen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ numuneleri üzerinde şimdiye kadar bildirilen eğim parametresi değerleri -0,8 eV'dan 2,6 eV'a kadar geniş bir aralıkta değişkenlik göstermektedir (Yun, 2002). Bu nedenle eğim parametresi için evrensel bir sabit sunmak zordur. Eğim parametresi (b), alaşıma bağlı olarak değişen yasak enerji aralığının parabolik terim katsayısı olarak tanımlanır (Angerer, 1997):

$$E_g(x) = E_g^1x + E_g^0(1-x) - bx(1-x) \quad [3-4]$$

Burada E_g^0 ve E_g^1 sırasıyla GaN ve AlN yasak enerji band aralıklarıdır. Eğim parametresinin kökeni farklı yapı tasarımı, büyüme yöntemleri ve büyüme koşullarında büyüyen malzemenin farklı örgü sabitinden kaynaklı sıkıştırma stres etkisinin bant

aralığını deęiřtirmesi ile açıklanabilir. Stresin bant aralığı üzerindeki etkisi (Jayasakthi, 2016);

$$E_{g0}(x) - E_{gs}(x) = \alpha \sigma_{xx} \quad [3-5]$$

Burada $E_{g0}(x)$, $E_{gs}(x)$ ve α sırası ile gevşemiş yasak enerji aralığı (band gap), ölçülen yasak enerji aralığı ve basınç katsayısı (meV/GPa) ve σ_{xx} düzlem içi biaxial gerilimidir. biaxial elastik modüller cinsinden ifadesi;

$$\sigma_{xx} = \varepsilon_{xx} \left(C_{11} + C_{12} - 2 \frac{C_{13}^2}{C_{33}} \right) \quad [3-6]$$

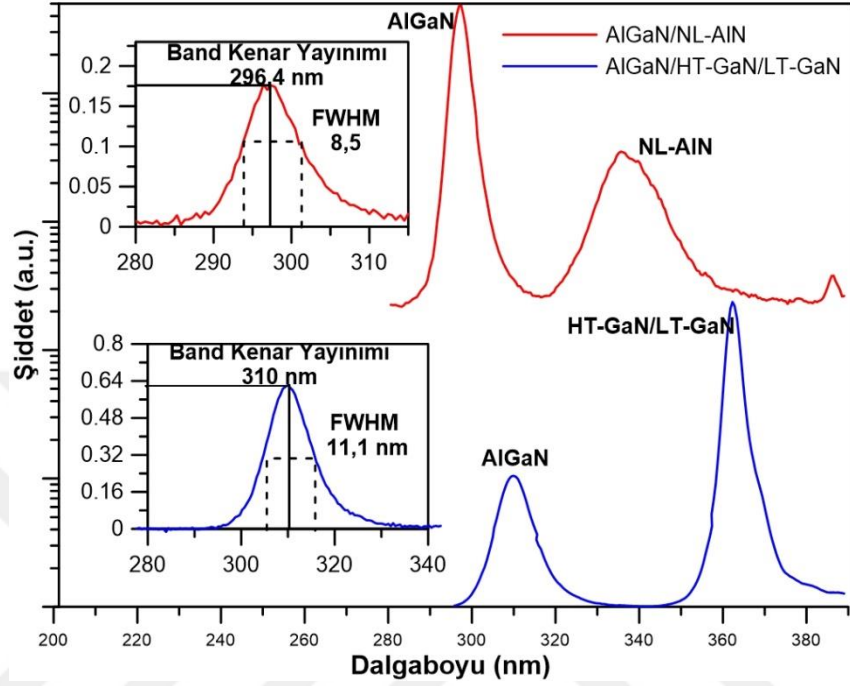
$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ alaşımlarının elastik sabitleri C_{11} , C_{12} , C_{13} ve C_{33} , Tablo 3-8'de belirtilen GaN ve AlN'nin teorik deęerleri kullanılarak Vegard yasasına göre belirlendi (Vurgaftman, 2003). XRD sonucunda bulunan stres deęeri kullanılarak hesaplanan $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ katmanları için gerilim deęeri Tablo 3-7'de sunulmuştur. Litaretürde (Goyal, 2015) basınç katsayısı α , deneysel çalışmalar sonucunda 25 meV/GPa olarak belirlenmiştir. Buradan gerilmelerden dolayı NL-AlN tampon tabakası üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasında yasak enerji aralığı kayması ($E_{g0}(x) - E_{gs}(x)$) 129,3 meV iken HT-GaN/LT-GaN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının gerilimlerden dolayı yasak enerji aralığı kayması 10,8 meV'dur.

Tablo 3-8 Hesaplamalarda kullanılan örgü sabitleri ve elastik sabitler

	a_0	c_0	C_{11}	C_{12}	C_{13}	C_{33}
GaN	3,1893	5,1851	390	145	104	398
AlN	3,113	4,9816	396	137	108	373
$\text{Al}_{0,36}\text{Ga}_{0,64}\text{N}$	3,1618	5,1118	392,2	142,1	105,4	389
$\text{Al}_{0,23}\text{Ga}_{0,77}\text{N}$	3,1506	5,0819	393,0	140,9	106,0	385,3

PL ölçümleri oda sıcaklığında uyarım için 256 nm dalga boyunda ışık yayan Q-Switch lazer ve CCD512-BT-TE dedektör kullanılarak yapılmıştır. Ölçüm esnasında kullanılan lazerin gücü 6.4 mW ve ölçümün alındığı tarama aralığı 4 pts/s' dir. Her iki numuneye bakıldığında HT-GaN/LT-GaN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakasının 310 nm civarında yakın bant kenar emisyonuna ve yaklaşık olarak 11 nm FWHM deęerlerine sahipken, NL-AlN üzerine büyütülen $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tabakası 296 nm civarında yakın bant kenarı emisyonu ve yaklaşık 8,5 nm FWHM deęerlerine sahiptir (Şekil 3-27). Yakın bant kenarındaki emisyon farklılığı iki nedene dayanır; birincisi yüksek sıcaklıklarda Al

tepkimeye girme verimliliğın artması, ikincisi daha düşük sıcaklıklarda yüzeyden daha az Ga atomları ayrılmasıdır. Bu nedenle, HT-GaN/LT-GaN üzerine büyütölen $Al_xGa_{1-x}N$ tabakası GaN tabakasının kenar bant emisyonuna (362 nm) daha yakın çıkmıştır (Demir, 2018).



Şekil 3-27 Mavi eğri HT-GaN/LT-GaN, kırmızı eğri NL-AlN üzerine büyütölen $Al_xGa_{1-x}N$ örneklerinin PL sonuçları

3.1.3.4 Sonuç

Bu bölümde yapılan büyütme çalışmaları sonunda $Al_xGa_{1-x}N$ tabakası için uygun çekirdeklenme tabaka yapısı belirlendi. Bu çalışmada AlN ve GaN yapılarının büyütme çalışmalarından kullanılan çekirdeklenme tabakasında elde edilen ideal parametreler referans olarak alındı. NL-AlN ve HT-GaN/LT-GaN tampon tabakaları üzerine büyütölen $Al_xGa_{1-x}N$ yapıları karakterize edildiğinde, NL-AlN tampon tabakasının bazı dezavantajlarına rağmen özellikle simetrik düzlemde kristal kalitesinin daha iyi olmasından dolayı, safır alttaş üzerine $Al_xGa_{1-x}N$ büyötmeleri için yapılan bu çalışmada daha uygun bir tampon tabakası olacağı düşünölmüştür.

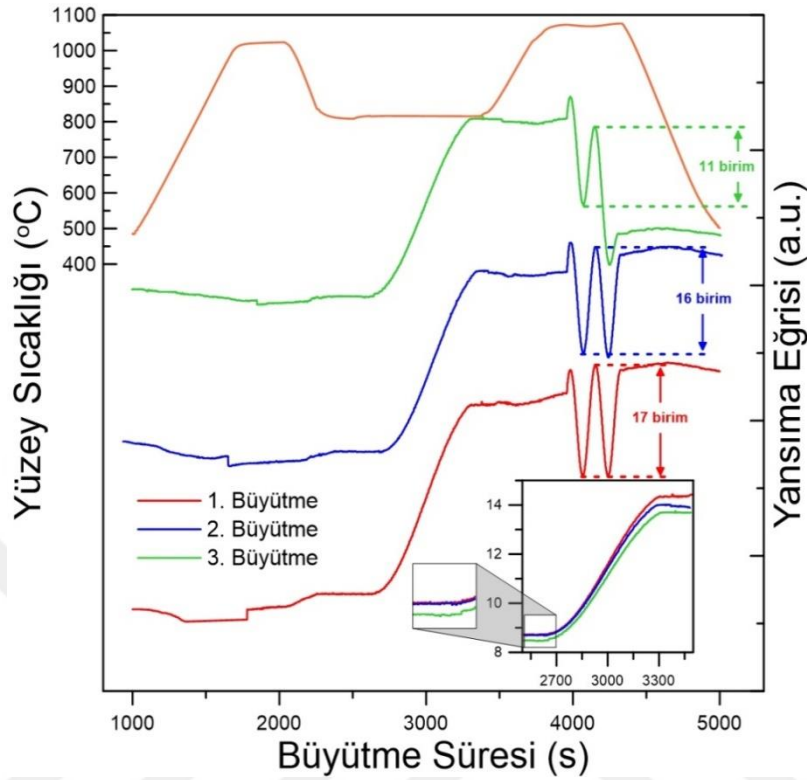
3.1.4 Safir Alttař Üzerine AlGaN/AlN Heteroyapısının Büyütülmesi

Bu bölümde, AlN çekirdeklenme tabakası üzerine büyütölen $Al_xGa_{1-x}N$ tabakası için düşük sıcaklıkta büyütölen AlN çekirdeklenme tabakasının bařlangıç parametrelerini belirlemek adına çalıřmalar yapıldı. AlGaN/AlN heteroyapısının büyütölmesi için önceki çalıřmalar ve literatürdeki parametreler kullanılarak bařlangıç reçetesi oluşturuldu. Bu reçete kullanılarak büyütölen yapıların tekrarlanması sonucunda, reaktörün kaplanması hafıza etkisinden dolayı $Al_xGa_{1-x}N$ tabakasının kristal kalitesini olumsuz yönde etkilediğı göröldü. Bu durumun önüne geçmek ve nedenini anlamak için (0001) safir alttařın bařlangıç řartları ve safir alttař üzerine büyütölen AlN çekirdeklenme tabakasının belirli parametreleri çalıřıldı. Bařlangıçtaki safir yüzeyinin řartlarının kořullandırılması için; yüzeye gönderilen ilk öncü (N ya da Al) gazının etkisi, kusturma ařamasındaki susceptor pozisyonu, kusturma sıcaklığı, kusturma süresi çalıřmaları yapılmıřtır.

3.1.4.1 AlGaN Büyütmelerinde Hafıza Etkisi

Reaktörün kaplanması büyütmeye kořuluna etkisinin (memory effect) arařtırılması için art arda üç defa büyütmeye reçetesi değıřtirilmeden aynı kořullarda $Al_xGa_{1-x}N/NL-AlN$ tabakası büyütölmüřtür. řekil 3-28’de büyütölen yapıların yansıma ve sıcaklık eğırleri gösterilmektedir. $Al_xGa_{1-x}N/NL-AlN$ heteroyapıları için yerinde yansıma ölçümünün genel davranıřına bakıldığında, AlGaN tabakasının büyütölmeye esnasında yansımanın ikinci salınım genliğı ilk büyütmeye için 17 birim, ikinci büyütmeye için 16 birim, üçüncü büyütmeye için 11 birim olarak elde edilmiřtir. Bu sonuçlardan, art arda yapılan $Al_xGa_{1-x}N/NL-AlN$ büyütmelerinin her yapılan büyütmeye tekrarından sonra büyütmeye kořullarının sabit tutulmasına rağımen, yüzey kalitesinin optik olarak daha pürüzlü hale dönuřtüğü yorumlanabilir. Yansıma eğırisinden elde edilen diğere bir çıktı ise NL-AlN büyütmeye üst üste çizilmesi sonucunda ilk büyütmeye NL-AlN yansıma genliğinin diğere örneklere göre daha yüksek olmasıdır. Dolayısıyla, ilk büyütmeye yüzey pürüzlüğünün diğere büyütmelere göre daha iyi olduğı ve her büyütmeye tekrarından sonra NL-AlN tabakasının yüzey pürüzlülüğünün arttığı yorumlanabilir. Son olarak, yansıma eğırisine bakıldığında NL-AlN tabakasının büyütmeye bařlangıcında ya da kusturma süreci sonunda safir yüzeyinin yansıması kıyaslandığında son büyütmeye yansıma řiddeti diğere örneklere göre daha düşüktür. Bu iki duruma iřaret etmektedir; üçüncü büyütmeye, diğere büyütmelere göre yüzeyin atomik olarak daha kötü olması, diğere durum ise yüzeyin diğere örneklere göre daha az metalik olmasıdır. Litaretürde, metalik

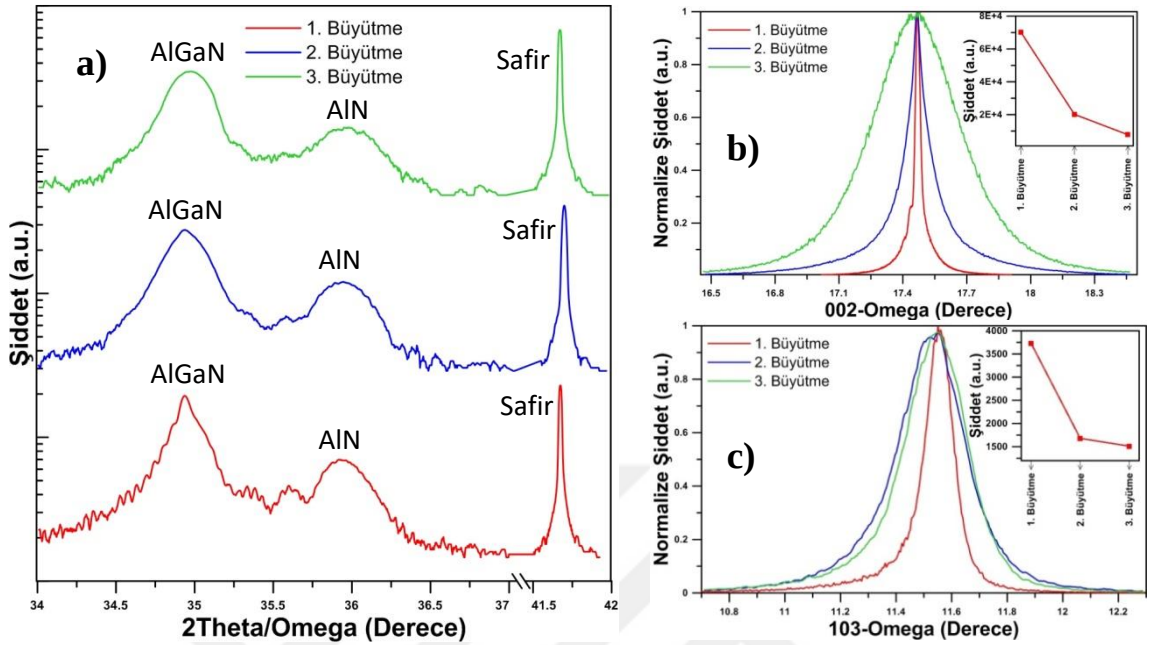
Al safir yüzeyinin yansımalarının yalın safir yüzey yansımısından daha yüksek olduğu bildirilmiştir (Reentila, 2008).



Şekil 3-28 Aynı koşullarda büyütülen AlGaIn/NL-AlN tabakasının yansımaya eğrilerinin karşılaştırılması

Fabry-Perot salınımına göre, salınımların fazı ve genliği, gelen ışığın dalga boyunun yanı sıra malzemelerin optik sabitlerine ve büyüyen tabakanın kalınlığına bağlıdır. Maksimum yansımaya $\left(\sin^2\left(\frac{2\pi nL}{\lambda}\right) = 0\right)$ koşulu, büyütülen yapının kırılma indisi ve tabaka kalınlığı, kullanılan lazerin dalga boyunun yarısına eşit olduğu durum için geçerlidir. Nitrür tabanlı malzemelerin düşük kırılma indisi nedeniyle özellikle ince tabakaların gerçek zamanlı karakterizasyonu için 406 nm dalga boylu lazerler daha uygundur. Dahası, yansımaya ölçümü için kullanılan 406 nm dalgaboylu lazerlerin enerjisi yüksek olduğundan, optik ölçüm için gönderilen lazer ışınlarının, daha derine nüfuz ederek kalınlığın artması ile salınımların genliğinin sönümlenmesi daha geç süreçlerde gerçekleşir. Yüzey pürüzlülüğü, yansımaya geçişlerini etkileyen bir diğer önemli parametredir. Yansımaya ölçümü için kullanılan 406 nm kısa dalga boylu lazerler, bu tür sistemlerde kullanılan 950 nm veya 633 nm dalga boylu lazerlerden daha yüksek yüzey

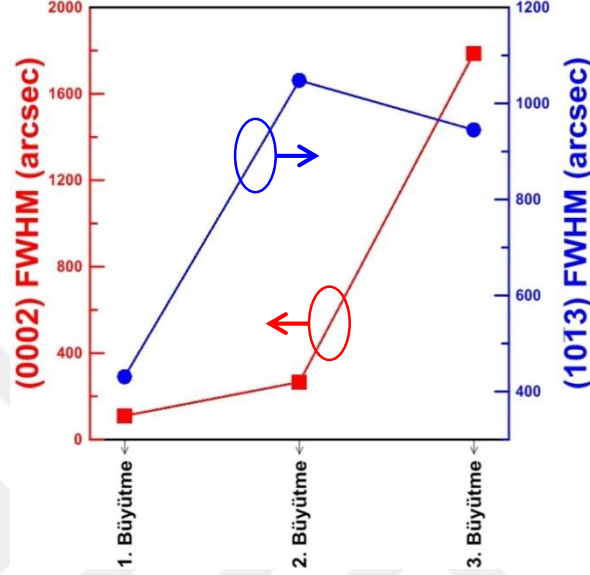
hassasiyetine sahiptir (Sun X. , 2013). Böylece yüzey pürüzlülüğü nanometre sıklasında gerçek zamanlı yansıma salınım genliğinin değişimi ile yorumlanabilir.



Şekil 3-29 Art arda büyütülen AlGaN/NL-AIN heteroyapsısının a) 2-theta/omega taramaları, b) simetrik düzlemin salantı eğrileri, c)asimetrik düzlemin sallantı eğrileri

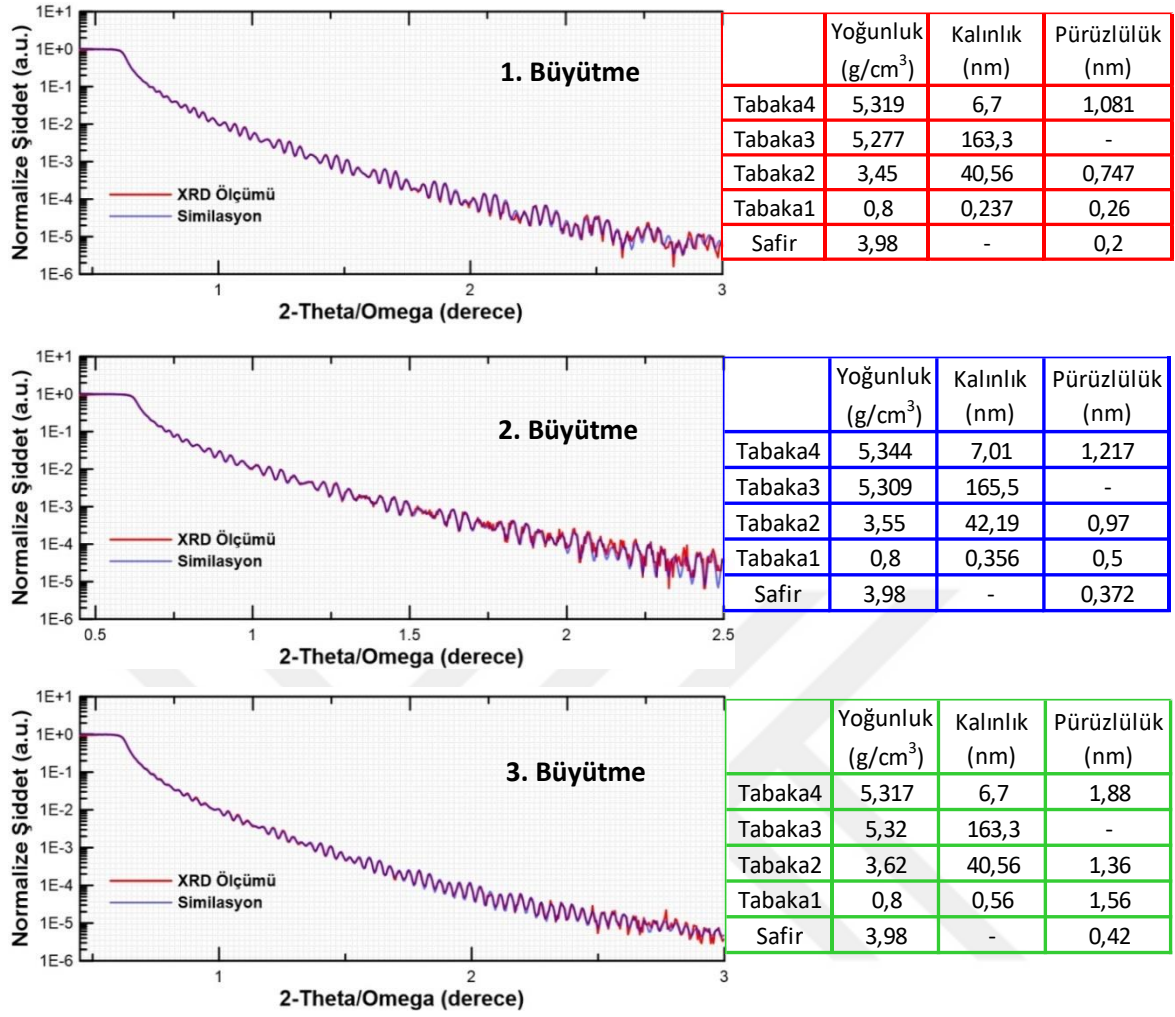
Art arda büyütülen AlGaN /NL-AIN /safir heteroyapıların kristal kalitesi, HR-XRD kullanılarak simetrik (002) düzlem yansımalarının $2\theta / \omega$ ve ω , asimetrik (103) düzlem yansımalarının ω taramaları yapılarak araştırılmıştır (Şekil 3-29). Şekil 3-29-a'da her bir numune için yapılan $2\theta / \omega$ taraması sonucunda AlGaN / AIN / safir yapılarına ait üç pik olduğu görülmektedir. En keskin ve en yüksek pik safir alttaşa aittir. Ortadaki ve soldaki sırasıyla çekirdeklenme tabakası olan AIN tabakasına ve bu tabaka üzerine büyütülen AlGaN tabakasına aittir. Şekil 3-29-a'daki HRXRD taramaları ve analizleri sonucunda, AlGaN tabakasının farklı aşamalarda büyümediğini ve reaktörün kaplanmasıyla aşım oranının değişmediğini gösterir. Fakat başlangıç büyütmesinden elde edilen AlGaN ve AIN ara yüzey kalitesinin iyi olduğunun göstergesi olan kalınlık salınımları (fringe), her büyütme tekrarından sonra giderek yok olmuştur. Ayrıca tekrarlanan büyütme sonucunda AIN ve AlGaN tabakaların pik genişlikleri giderek artmıştır. Şekil 3-29-b, büyütme tekrarlarının AlGaN tabakasının (002) yansımasına yapılan sallantı eğri taramalarının FWHM değişimi gösterilmektedir. Burada ilk büyütme için 109 arcsec, ikinci büyütme için 266 arcsec ve üçüncü büyütme için 1788 arcsec olarak elde edilmiştir. Büyüme tekrarın artmasıyla AlGaN epi-katmanının kristal

kalitesinin kötüleştiği görülmektedir. Şekil 3-29-c’de, AlGa_N tabakasının (103) düzlemine ait asimetric sallantı eğrisinin FWHM değerleri birinci, ikinci ve üçüncü büyütme için sırasıyla 431, 1048 ve 945 arcsec olarak elde edilmiştir. Her büyütme tekrarından sonra simetrik ve asimetric FWHM değişimi Şekil 3-30’da verilmiştir. Sonuçlardan bu şartlarda büyütmelemlerin tekrar edilemez olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 3-30 Tekrarlanan büyütmelemler sonunda simetrik (kırmızı eğri), asimetric (mavi eğri) FWHM değişimi

Ayrıca, yapılan XRD ölçümlerine ek olarak, büyütme esnasında (in-situ) yansıma eğrileri kullanılarak yapılan yorumları desteklemek için büyütülen numunelerin dışarıda (ex-situ) reflektivite (X-ray reflectivity, XRR) ölçümleri gerçekleştirildi. Şekil 3-31’de, safir alttaş üzerine büyütülen yaklaşık 40 nm kalınlığına sahip AlN tampon tabakası üzerine 360 saniye süresince büyütülen AlGa_N tabakasının oluşturduğu heteroyapının art arda 3 kez tekrarlanarak büyütmeden büyütmeğe değişen reflektivite sonuçları gösterilmektedir. Kırmızı eğri reflektivite ölçüm sonucu temsil ederken, mavi eğri ölçüm sonucuna yapılan simülasyonu gösterir. Eklenen tablolarda, Global fit analiz programından elde edilen yoğunluk, kalınlık ve pürüzlülüğü listelenmiş ve sonuçlardan görüldüğü üzere AlGa_N/AlN hetero yapısının dört tabakadan oluştuğu varsayılmıştır. Burada, tabaka1 AlN tampon tabakası ile alttaş safir arasında başlangıç çekirdeklerinin oluşturduğu bir ara tabaka, tabaka2 AlN tampon tabakası, tabaka3 u-AlGa_N tabakası, tabaka4 yüzeye yakın bölgelerde oksitlenmeden dolayı farklı yoğunluğa dönüşen AlGa_N tabakasını temsil etmektedir.



Şekil 3-31 Art arda büyütülen AlGaN/AlN heteroyapısına ait kırmızı eğri XRD-reflektivite ölçümü mavi eğri simülasyon sonuçları

Yerinde yansıma ve reflektivite sonuçları yorumlandığında parametrelerin değiştirilmeden birbirinden farklı üç sonucun çıkma nedeninin, reaktörde parazitik birikimlerin varlığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Litaretürde, reaktör duvarlarında Al, Ga ve N türlerinin birikimi α -Al₂O₃ (safir) alttaş üzerine AlN çekirdeklenme davranışını etkilediğini bildirilmiştir (Behmenburg, 2013). Bu durumun kökeninin reaktör çeperlerinde parazitik Al türlerinin kusturma süresince koparak susceptor'den daha soğuk olan alttaş üzerine birikmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca, ısıtılma işleminden sonra safir yüzeyin üstünde Al bakımından zengin bir katmanın kalması, üzerine büyütülen AlN tabakasının Al polar büyümesini desteklediği bildirilmiştir. Fakat kusturma esnasında reaktör çeperindeki türlerin safir yüzeyine birikmesi sonucunda safir yüzeyindeki organik materyallerin kusturulamadığı bu nedenle reaktör çeperinin kaplanma miktarı artması ile safir yüzeyinin daha pürüzlü

olduğu reflektivite sonuçlarından görülmektedir. Diğer tabakaların reflektivite sonuçları değerlendirildiğinde safir alttaş ve çekirdeklenme AlN tabakası arasında oluşan tabaka 1'in her büyütme tekrarından sonra kalınlığının artma nedeninin, reaktör çeperlerinde paristik Al türlerinin artması ve bake esnasında alttaş üzerine birikmesi sonucunda alttaş yüzeydeki organiklerin termal yolla temizlenemediğini açıklamaktadır. Ayrıca, sonuçlarda açıkça görüldüğü üzere arayüzey pürüzlülüğü, tabaka 1'in kalınlığının artması ile artmaktadır.

Diğer bir bulgu ise reaktörde paristik depolamanın varlığının tabaka polaritesini güçlü bir şekilde etkilediğidir (Kueller, 2012). Reaktör içinde Al(Ga)N'nin artan paristik birikiminin varlığıyla safir yüzeyinin pürüzlülüğünün artması ve bu durum sonucunda büyütülen malzemede karışık N-polar ve Al-polar (inversion domain, ID) bölgelerin oluşumunun desteklendiği düşünülmektedir. Litaretürde safir üzerine büyütülen AlN tabakasının arayüzeyinde hem N-polar hem de Al-polar bölgelerin oluşması inversion domain (ID) oluşmasına neden olduğu, V şeklinde oluşan bu bölgelerin yüzey pürüzlülüğünü arttırdığı bilinmektedir (Jasinski, 2003). Tez kapsamında yapılan çalışmada tabaka 1'in kalınlığının artması ile çekirdeklenme AlN tabakasının yüzey pürüzlülüğü artmaktadır. Sonuç olarak, Safir alttaş üzerine reaktör çeperindeki paristik birikimlerin artması NL-AlN tabakasının karışık polarite büyüme rejimine neden olmuş, bu durum sonucunda NL-AlN tabakasının yüzey pürüzlülüğü artmıştır.

Sonuç olarak, reaktör çeperlerinin Al türleri ile kaplanma miktarına bağlı olarak kusturma esnasında, safir yüzeyinden oksit benzeri organik materyallerin kaldırılması zorlaşmaktadır. Bu nedenle başlangıç büyütmesinde, reaktör kaplanmamış olduğundan litaretürde Al polar AlN yapılarının büyütülmesi için tavsiye edilen pürüzsüz Al metalik yüzeyi elde edildiği düşünülmektedir. Bu tabaka üzerine büyütülen AlGaIn tabakasının simetrik ve asimetrik XRD tarama sonuçları düşüncemizi desteklemektedir. Al türlerinin kaplı olduğu bir reaktör çeperi şartında, AlN çekirdeklenme tabakası ve safir alttaş arasında kusturma esnasında çeperdeki Al türlerinin safir yüzeyine birikmesiyle pürüzlü bir yüzey oluşmuştur ve çeperdeki Al türlerinin miktarı ile ara yüzeyde oluşan tabakanın kalınlığı ile doğru orantılıdır. Bu yüzey üzerine büyütülen AlN çekirdeklenme tabakasının reaktör çeperinin kaplama miktarına bağlı olarak farklı polariteli büyüyen bölgeler artarak pürüzlü bir yüzey ortaya çıkmıştır. Bu pürüzlü AlN çekirdeklenme tabakaları üzerine büyütülen AlGaIn tabakasının da yüzey ve yapısal karakterizasyonu reaktörün kaplama miktarının artmasıyla kötüleşmiştir.

3.1.4.2 Reaktör Şartları

Reaktörün hafıza etkisinin Al(Ga)N türlerinin büyütülmesinde kristal kalitesinin olumsuz yönde etkilediği görülmüştür. Bu etkiyi minimize etmek için yapılacak deneysel çalışmalarda, iki farklı 6x2" boyutunda SiC- grafit susceptor ve quartz reaktör çeperi (J-liner) seçildi. Bu setin biri safir alttaş üzerine sadece ince NL-AlN büyütmesi için kullanılırken, diğer reaktör parçaları ile büyütülen NL-AlN/safir template kullanılarak, büyütmenin geri kalan aşamaları gerçekleştirilmesi planlandı. Bu ayırımın yapılmasının iki sebebi vardır; ilki yüksek oranda AlN/AlGaN heteroyapılarının kaplanmasının ardından siyah olan susceptor yüzeyin renginin beyaza dönmesidir. Yürütülen deneysel çalışmalarda referans sıcaklığımız argus sıcaklığı olduğundan susceptor yüzeyinin siyahtan beyaza dönmesiyle emisivite faktörü artmaktadır. Bu nedenle ısıtma gücünün aynı olmasına rağmen, yüzey sıcaklığında 20 °C'den daha fazla artış görülmektedir (Fahle, 2014). Diğer bir durum, bizim kullandığımız CCS MOCVD sisteminin sıcaklık limitlerinin AlN kaplı bir reaktörün termal olarak temizlenmesi için gereken sıcaklığın alt limitlerinde olması (maksimum 20 dakika boyunca 1200 derece alttaş sıcaklığında durabilme) nedeniyle termal temizleme prosedürlerinde AlN kaplı olan reaktörden Al ve N türlerinin uzaklaştırma (decomposition) oranı oldukça düşüktür (Kumaga, 2007). Bu nedenle, hafıza etkisinin başlangıç safir yüzeyini etkilememesi için reaktör parçaları ikiye ayrılarak, reaktörde ince AlN kaplamalarından sonra termal yolla Al türlerinin temizlenme olasılığının artırılması planlanmıştır. Böylece yürütülecek olan NL-AlN çalışmalarında her büyütme setindeki başlangıç reaktör şartları aynı olacaktır.

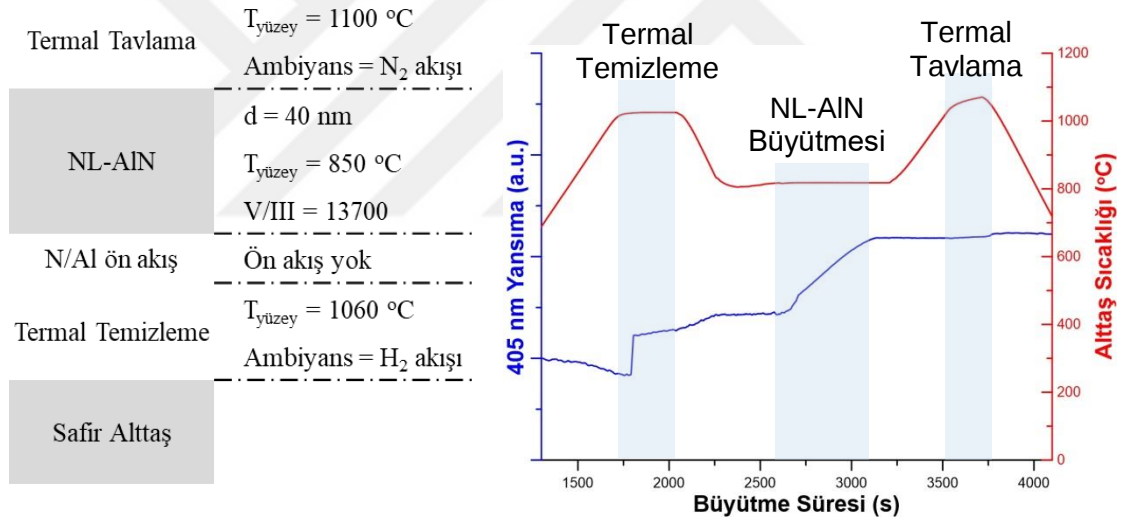
3.1.4.3 Başlangıç Şartlarının AlN Çekirdeklenme Tabakasının Büyütülmesine Etkisi

Örgü uyumsuz bir alttaş üzerine çekirdeklenme tabakasının büyütülmesi heteroepitaksi nedeniyle kaynaklanan birçok kusurun önüne geçmek için en önemli kritik adımlardan biri olduğu düşünülür. Bu nedenle çekirdeklenme tabakasında yapılacak olan olumlu optimizasyon çalışmaları, bu tabaka üzerine büyütülecek final aygıtının performansını geliştirecektir. Bu bağlamda, NL-AlN kristal kalitesini geliştirmek için AlN/safir arayüzeyindeki büyütme parametreleri araştırıldı. Bu çalışma için başlangıç reçetesi olarak, külçe AlN çalışmalarında optimize edilen ideal NL-AlN tabaka parametreleri kullanılarak referans örneği yeni reaktör setinde büyütüldü. Fakat, yeni reaktör seti ile ideal parametrelerde büyütülen referans örneğinde kristal yapının bozulduğu

görülmüştür. Bu bozulma, safir yüzeyinin başlangıç koşullandırılmasının neden olduğu düşünülerek, başlangıç parametreleri olan nitridasyon, kusturma açıklık (gap) pozisyonu, kusturma sıcaklığı, kusturma süresi çalışmaları yapılarak ara yüzey parametrelerinin çekirdeklenme(NL) AlN tabakası üzerine etkisi araştırıldı.

3.1.4.4 Referans Örneği Analizi

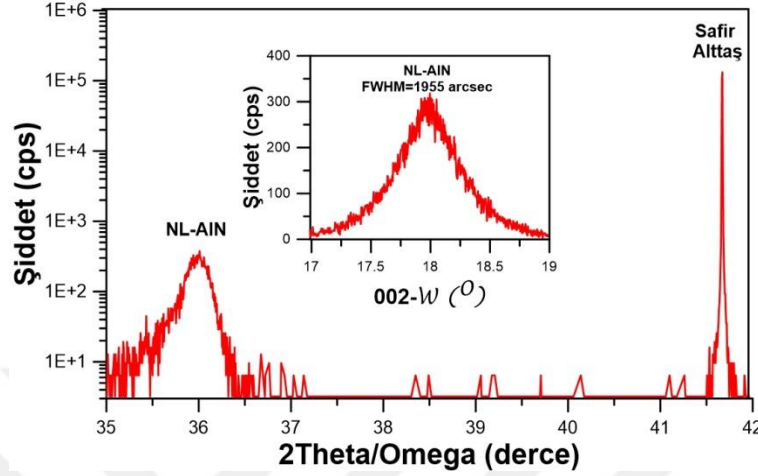
Çekirdeklenme tabakasının büyütme şartlarının analizi için referans örneği olacak başlangıç reçetesi büyütüldü. Başlangıç büyütme parametreleri; büyütme sıcaklığı 850 derece, büyüme hızı 0,6 Å/s, yaklaşık 40 nm kalınlığında AlN tabakası tasarlandı. İlgili büyütme şartlarına ek olarak, hidrojen akışı ve 50 mbar basınç altında, çekirdeklenme tabakasının büyütülmesi sürecinde gaz fazındaki ön reaksiyonları minimize etmek için gap pozisyonu 11 mm toplam akış 20 slm seçildi. Ayrıca, NH₃ ve TMAI kaynakları başlangıç ön akışı yapılmadan reaktöre aynı anda gönderildi.



Şekil 3-32 Referans örneği için uygulanan büyütme şartlarının şematik gösterimi ve bu büyütmeye ait 405 nm yansıma ve sıcaklık eğrileri

Referans örneğinin büyütme sürecinde 405 nm lazer ile merkezden alınan yansıma eğrisi Şekil 3-32’de gösterilmektedir. 1060 °C’de 6 dakikalık termal temizlemeden sonra, sıcaklık çekirdeklenme tabakasının büyütüleceği 850 °C’ye düşürüldü. Termal temizlemede yansıma eğrisindeki dikkat edilebilir değişikliği, her büyütmenin bake aşamasında yansıma ölçümü yapan EpiTT’nin, alttaşı kalibre etmesinden kaynaklanır. NL-AlN büyütülmesi esnasında yeni oluşan AlN türleri, AlN/safir ve reaktör ambiyansı/AlN olmak üzere iki farklı karakteristikte saçılma yüzeyi oluştururlar. İki farklı yüzeyden yansıyan lazerde yapıcı girişim oluşarak, yansıma eğrisi artma

eğilimine geçer. Bu eğri referans alınarak hedeflenen kalınlığa ulaşıldığında tüm kaynaklar kapatılıp H₂ akışından-N₂ akışına geçilerek NL-AlN karakterizasyonu için düşük sıcaklıkta büyütülen çekirdek AlN tabakasının 1100 °C’de tavlama işlemi gerçekleştirildi.



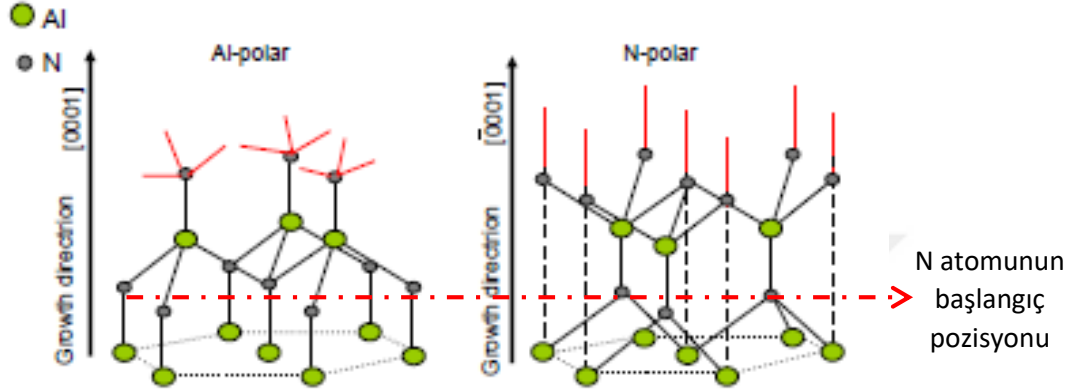
Şekil 3-33 Referans örneğinin simetrik 2theta/omega tarama sonuçları

Büyütme sonunda AlN çekirdeklenme tabakasının yapısal karakterizasyonu için XRD sistemi kullanıldı. Büyütülen referans örneğinin XRD sonuçları Şekil 3-33’de gösterilmektedir. 2Theta/omega taraması sonucunda, sağdaki keskin pik (006) düzlemine ait safir altaşı temsil ederken soldaki düşük şiddetli geniş pik (002) düzlemine ait NL-AlN yapısını temsil etmektedir. Buradan elde edilen NL-AlN piki etrafında sallantı eğri ölçümü yapılarak büyütülen yapının simetrik FWHM değeri 1955 arcsec bulunmuştur. Bu yüksek sonuç büyütülen NL-AlN tabakasının kristal kalitesinin oldukça kötü olduğunu göstermektedir. Dolayısıyla bu yapı üzerine büyütülecek olan final aygıt yapısının verimi ve performansı kötü olacaktır. Bu nedenle NL-AlN tabakası kristal kalitesini arttırmak üzere parametrik çalışmalar yapılarak UV-LED yapısı için kaliteli çekirdeklenme tabaka parametrelerinin belirlenmesi hedeflenmiştir.

3.1.4.5 Nitridasyon Çalışması

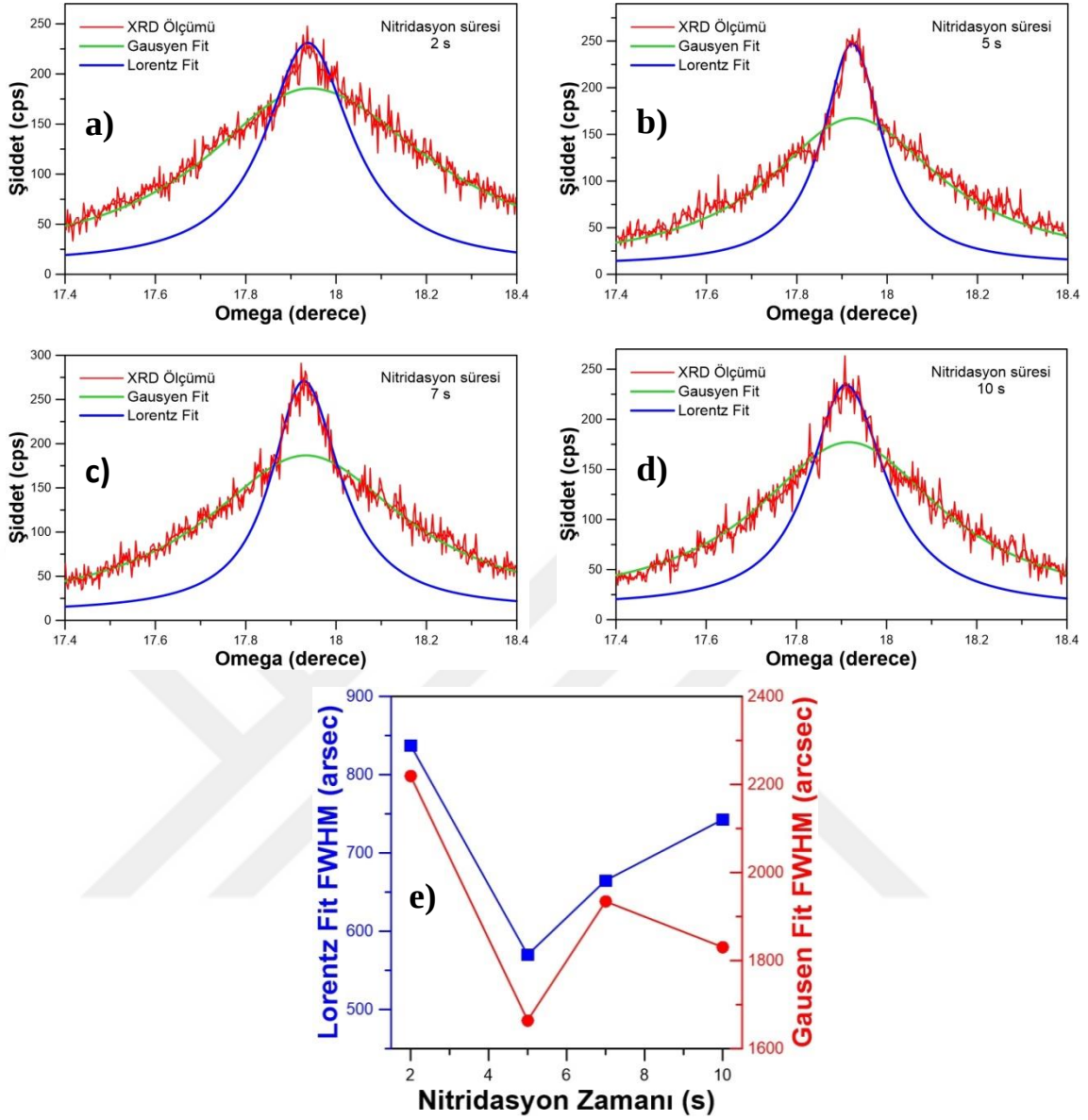
NH₃ (N preflow, Nitridasyon) (Wang J. , 2017) ya da TMAI (Al preflow, alüminasyon) (Sun H. , 2017) safir altaş üzerine ön işlem mekanizmaları AlN/safir arayüzeyini belirleyen ve büyütülen AlN tabakasının polaritesini etkileyen önemli bir parametre olduğu bildirilmiştir (Wu, 2004). Bu çalışmada başlıca hedefimiz safir altaş yüzeyinde atomik olarak düzgün metalik Al yüzeyi elde etmek olduğu için TMAI ön akışı yapılarak Al atomlarının safir altaşın yüzeyine zayıf metalik Al-Al bağları oluşmasıyla

yapıdaki tilt kolonlarının artmasını ve bu durumun kristal kalitesini olumsuz etkilemesini önlemek için TMAI ön akışı çalışması yapılmadı (Wang J. , 2017). Litaretürde bilindiği gibi safir yüzeyine büyütülen AlN heteroyapısının Al polar olması için N atomların başlangıç süperpozisyonu önemlidir (Şekil 3-34). Bu nedenle, 2 s, 5 s, 7 s ve 10 s kısa zamanlı NH_3 ön akışları yapılarak yaklaşık 40 nm kalınlıklı AlN çekirdeklenme tabakası üzerinde etkisi araştırıldı.



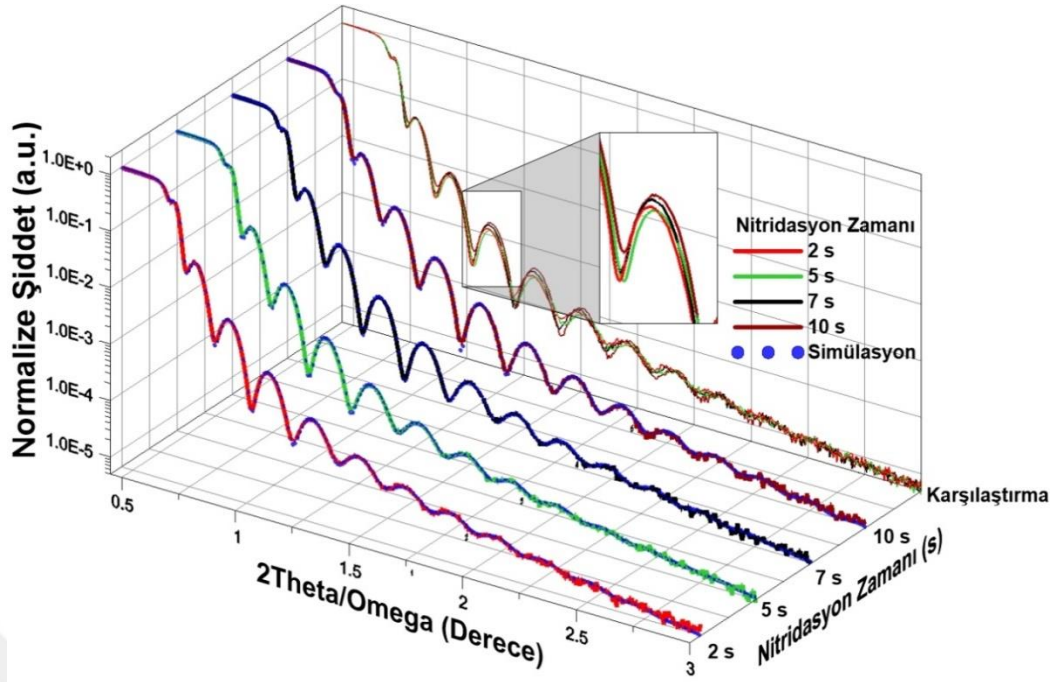
Şekil 3-34 Başlangıç N atomlarının süperpozisyonuna göre yapının Al-polar veya N-polar olmasının şematik gösterimi

Farklı nitridasyon sürelerinde NL taneciklerinin kristal kalitesine etkisi (002) düzleminin XRD ω taramaları ile araştırıldı. Şekil3-35’de farklı nitridasyon sürelerinde safir alttaş üzerine büyütülen AlN NL tabakasının (002) düzlemine ait sallantı eğri grafikleri ve üst üste binen bu eğriye yapılan lorentz ve gausyen fitler gösterilmektedir. Burada yapılan fitlerde gausyen eğri ilk AlN çekirdeklerinin (grain) temsil ederken, lorentz eğri bu çekirdeklerin üzerine büyütülen düşük sıcaklıklı AlN tabakasının temsil etmektedir. Sonuçlardan görüldüğü üzere AlN/safir örgü uyumsuzluğu nedeniyle başlangıç taneciklerinin yanlış büyüme yönelimlerinden dolayı gausyen fit oldukça geniştir. Fakat, referans örneği ile kıyaslandığında farklı sürede nitridasyon işleminin AlN/safir heteroyapısındaki başlangıç taneciklerini olumlu anlamda etkilediği ve gausyen fittdeki değişim, final düşük sıcaklıklı AlN tabakasının FWHM etkilediği sonuçlardan açıkça görülmektedir. Sonuçlar karşılaştırıldığında 5 saniye nitridasyon süresinin AlN çekirdek tabakası için en uygun nitridasyon süresi olduğu görülmüştür.



Şekil 3-35 a) 2 s, b) 5 s, c) 7 s, d) 10 s nitridasyon sürelerinde büyütülen AlN tabakasının (002) düzlemine ait omega tarama sonuçları, e) Bu taramaların FWHM sonuçları

Şekil 3-36’da, safir alttaş üzerine farklı nitridasyon zamanlarında büyütülen yaklaşık 40 nm kalınlığına sahip AlN tampon tabakanın reflektivite sonuçları gösterilmektedir. Tablo 3-9’da, Global fit analiz programından elde edilen yoğunluk, kalınlık ve pürüzlülüğü listelenmiş ve sonuçlardan görüldüğü üzere AlN/Safir hetero yapısının üç tabakadan oluştuğu varsayılmıştır. Burada, tabaka1 AlN tampon tabakası ile alttaş safir arasında başlangıç çekirdeklerinin oluşturduğu bir ara tabaka, tabaka 2 AlN tampon tabakası, tabaka 3 yüzeye yakın bölgelerde oksitlenmeden dolayı farklı yoğunluğa dönüşen AlN tabakasını temsil etmektedir.



Şekil 3-36 Nitridasyon çalışmasına ait reflektivite sonuçları

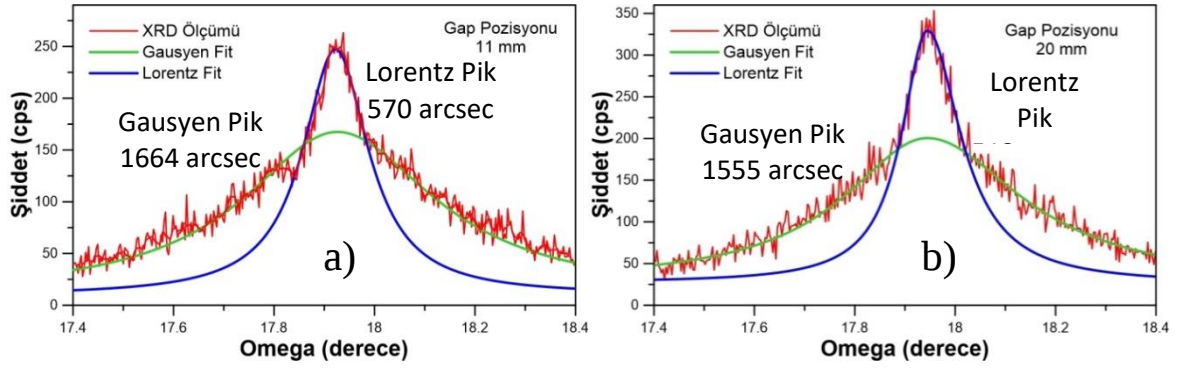
Sonuçlarda, nitridasyon süresine bağlı olarak değişen ara yüzey ve yüzey pürüzlülükleri, yapılan fit sonucunda belirlenmiştir. Nitridasyon süresi 5 saniye olduğunda, safir ve AlN/safir arayüzeyinde oluşan ara katmanın pürüzlülüğü azalmakta ve bu durumun NL-AlN kristal kalitesinin olumlu yönde etkilediği (002)-omega taramasından gösterilmiştir. Nitridasyon süresi uzatıldığında, ara yüzey pürüzlülüğünün artma nedeninin, safir yüzeyindeki N türlerin safir alttaş içerisine düşük difüzyon katsayı nedeniyle ($1,33 \times 10^{-16} \text{ cm}^2 / \text{s}$) yüzeyin sık bölgelerinde kalması ve dozaj süresinin artmasıyla yoğunluğu artarak yüzeyi bozduğu düşünülmektedir (Shetty, 2014). Sonuç olarak, reflektivite fit sonuçlarından nitridasyon işleminin AlN/safir ara yüzeyini etkilediği ve bu durumun balangıç AlN çekirdeklerine etkisi olduğu ortaya çıkarılmıştır. Fakat AlN/safir ara yüzeyinin hala yüksek pürüzlüklerde olması nitridasyon sürecinin safir alttaş üzerindeki organik materyallerin kaldırılması üzerinde fazla etkisinin olmadığı görülmüştür.

Tablo 3-9 Nitradasyon çalışmasının Global Fit sonuçları

Nitridasyon Süresi (s)	Tabaka	Yoğunluk (g/cm ³)	Kalınlık (nm)	Pürüzlülük (nm)
2 s	Tabaka3	2,55	2,4	2,7
	Tabaka2	3,26	38,48	2
	Tabaka1	0,8	0,435	0,63
	Safir	3,98	-	0,88
5 s	Tabaka3	2,46	3,38	2,51
	Tabaka2	3,291	38,27	1,81
	Tabaka1	0,8	0,34	0,44
	Safir	3,98	-	0,64
7 s	Tabaka3	2,37	3,19	2,45
	Tabaka2	3,275	38,57	1,82
	Tabaka1	0,8	0,389	0,55
	Safir	3,98	-	0,78
10 s	Tabaka3	2,47	2,28	2,52
	Tabaka2	3,35	38,96	1,6
	Tabaka1	0,8	0,364	0,7
	Safir	3,98	-	0,8

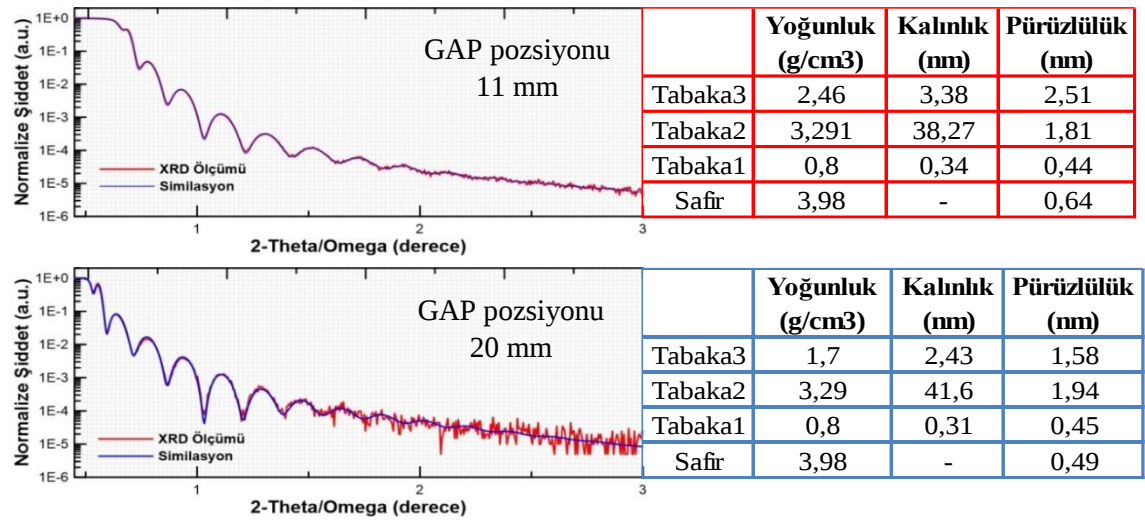
3.1.4.6 Reaktör Pozisyonunun Etkisi

Nitridasyon çalışması sonucunda amonyak dozaj süresinin arayüze etkisinin olduğunu fakat ara yüzeydeki organik materyallerin tamamen kaldırılamadığı reflektivite sonuçlarından belirlenmiştir. Bu nedenle bu aşamada kusturma şartlarına odaklanılarak AlN/safir ara yüzey pürüzlülükleri minimize edilmeye çalışıldı. Bunun için başlangıç olarak hidrojenin aşındırma etkinliğini arttıracak showerhead-örnek yüzeyi mesafe (GAP) pozisyonu seçildi (Aixtron, 2020). CCS MOCVD sistem tasarımında öncü gazların reaktöre çok fazla sayıda küçük deliklerden (showerhead) girmesiyle gazların ön reaksiyonlarının azaltılması ve kaynakların girdiği bu ilk bölge ile numune yüzeyi arasındaki mesafe 5 mm'den 25 mm'ye kadar ayarlanmasıyla yarıiletken üretiminde maksimum verim sağlanır. Litaretürdeki bir çalışmada GAP pozisyonu 18 mm'nin üstündeki değerlerde GaN büyütmesinin daha kısa GAP pozisyonlarına göre % 20 daha düşük büyüme oranına sahip olduğu görülmüştür. Bu duruma neden olarak, alttaş üzerine biriken GaN türlerinde yüksek GAP pozisyonlarında hidrojenin kaldırma etkisinin arttığı ve yüzeyden daha fazla Ga atomlarının uzaklaşmasıyla açıklamıştır (Czernecki, 2019). Bu nedenle, bir önceki çalışmadaki en iyi değer olan 5 saniyelik nitridasyon süresinin parametreleri alınarak sadece kusturma işleminde GAP pozisyonu 11 mm'den 20 mm'ye çekilerek hidrojen gazının GAP pozisyonun değişimi ile safir yüzeyine etkisi araştırıldı.



Şekil 3-37 a) GAP pozisyonu 11 mm, b) GAP pozisyonu 20 mm olan numunelerin (002) düzlemine ait sallantı eğri sonuçları

GAP pozisyonunun AlN çekirdeklenme tabakasının kristal kalitesi üzerine etkisi (002) düzlemine ait sallantı eğri ölçümleri yapılarak araştırıldı. Şekil 3-37’de, sonuçlardan görüldüğü üzere GAP pozisyonu 11 mm’den, 20 mm’ye getirildiğinde Gausyen pik 1664 arcsec’den 1555 arcsec’a, Lorentz piki 570 arcsec’den 513 arcsec’a düşmüştür. Reflektivite ölçüm sonucuna bakıldığında (Şekil 3-38) GAP pozisyonunun 11 mm’den 20 mm’ye çekilmesiyle safir yüzeyinde pürüzlülük oranının düştüğü görülmektedir. Daha düzgün safir yüzeyi sonucunda final tabakasındaki reflektivite simülasyon sonucundan elde edilen pürüzlülük değerinde de bir azalma görülmektedir. Sonuç olarak GAP pozisyonunun 11 mm’den 20 mm’ye çekilmesiyle safir/AlN ara pürüzlülüğünün azalması, safir yüzeyi organik materyaller ve oksit tabakasının kaldırmada daha etkili olduğu bunun sonucunda final AlN çekirdeklenme tabakasının kristal kalitesinin arttığı yorumu yapılabilir.

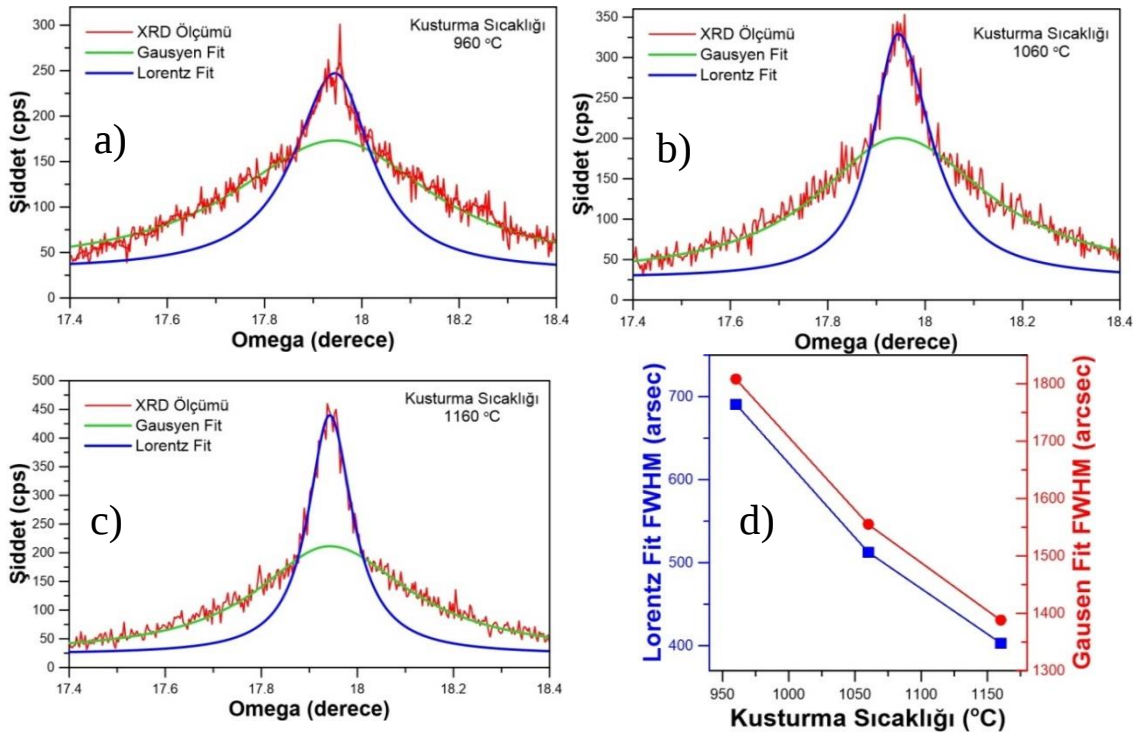


Şekil 3-38 11 mm ve 20 mm GAP pozisyonuna ait kırmızı eğri ölçüm sonucu mavi eğri simülasyon sonucunu göstermektedir

3.1.4.7 Kusturma Sıcaklığı Çalışması

Üreticiden alınan safir alttaşı yüzeyinin cilalanması nedeniyle 1 mm² alanlar 0,8 ve 2,1 nm arasında rms (root mean square) pürüzlülük değerlerine sahiptir. Bu pürüzlülüğü giderme adına literatürde, fosforik asit (H₃PO₄) (Wang C. , 1969), sülfürik-fosforik asit karışımları (H₂SO₄-H₃PO₄) (Reisman, 1971), florlu ve kloro-florlu hidrokarbonlar (Manasevit, 1968) dâhil olmak üzere, birçok ıslak safir aşındırmanın metodu bildirilmiştir. Bu tür kimyasal agresif aşındırma teknikleri safir yüzeyinin rms değerini düşürmenin bir yolu olmasına karşın nadir olarak kullanılmaktadır. Bunun yerine, AlN'nin MOCVD büyümesinden önce en yaygın alttaşı hazırlama prosedürü, safiri 1000 ila 1100 °C arasındaki sıcaklıklarda akan hidrojen altında tavlamaktır (Edgar J. , 2002). Heffelfinger ve Carter, 1400 °C'de 5 dakika boyunca hidrojen akışı altında tavlamanın (0 0 0 1) yüzeyine sahip alttaşın rms pürüzlülüğünü 0,8'den 0,3 nm'ye düşürdüğünü bildirmiştir (R.Heffelfinger, 1997).

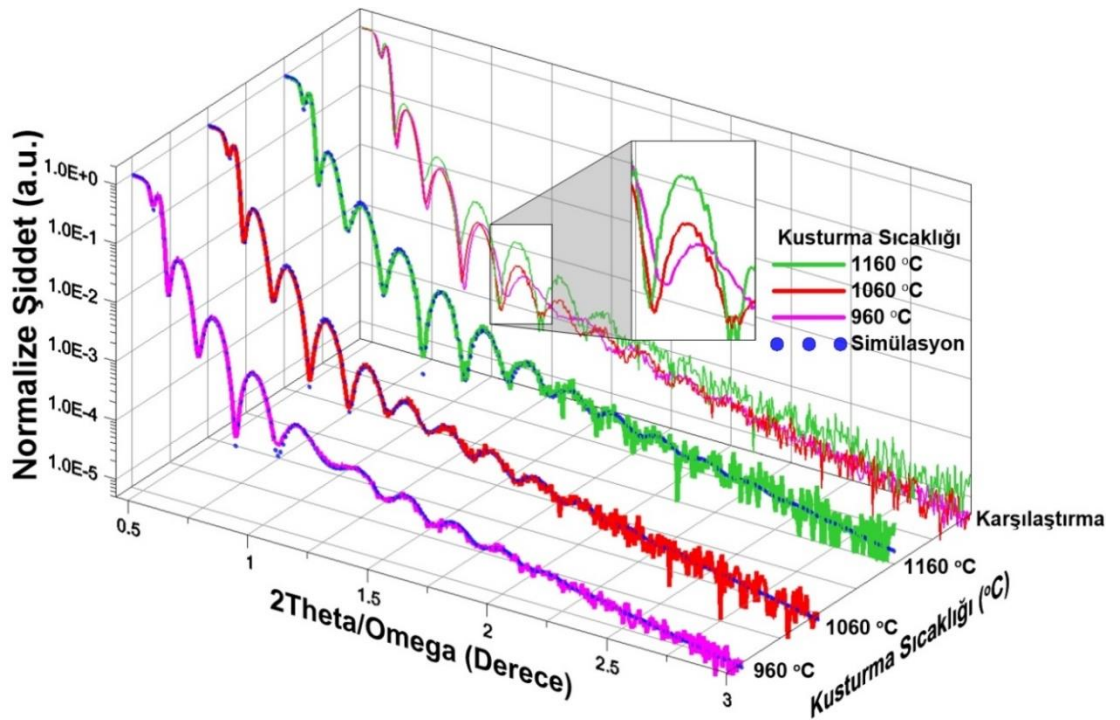
Bu çalışmada termal temizleme prosedüründe sıcaklığın etkisini belirlemek için bir önceki çalışmada gap pozisyonu 20 mm ve kusturma sıcaklığı 1060 °C olan parametreler referans alınarak CCS MOCVD sisteminin maksimum sıcaklık sınırlarından dolayı kusturma sıcaklığı ± 100 °C değiştirilerek AlN çekirdeklenme tabakası üzerine etkisi incelendi.



Şekil 3-39 a) 960 °C, b) 1060 °C, c) 1160 °C farklı kusturma sıcaklıklarında büyütülen AlN çekirdek tabakalarının (002) düzlemine ait sallantı eğri taramaları, d) bu tarama sonuçlarından belirlenen kusturma sıcaklığına karşı FWHM değişimi

Büyütmeler sonunda AlN çekirdeklenme tabakasının kristal kalitesi HR-XRD ölçümleriyle araştırıldı. Şekil 3-39'da gösterildiği üzere kusturma sıcaklığı referans değer olan 1060 °C'den 960 °C'ye düşürüldüğünde (002) düzlemine ait FWHM değeri 513 arcsec'dan 691 arcsec'a yükselirken, 1160 °C çıkarıldığında FWHM değeri 513 arcsec'dan 403 arcsec'a düşmektedir. Bu sonuçlardan kusturma sıcaklığı ile AlN çekirdeklenme tabakasının FWHM değeri doğrusal olarak orantılı olduğu görülmektedir. Ayrıca başlangıç çekirdeklerinin oluşturduğu Gausyen fit FWHM değerinin düşmesiyle düşük sıcaklıklı AlN lorentz piki'de orantılı olarak düşürmektedir. Bu sonuçlardan başlangıç çekirdeklerinin yanlış yönelimi azalması ile düşük sıcaklıklı AlN tabakasının kristal kalitesinin arttığı yorumu yapılabilir. Başlangıç çekirdeklerinin yanlış yönelimini azaltan faktörün, reflektivite ölçümüne yapılan fit sonucunda

Tablo 3-10'da listelendiği üzere safir yüzey pürüzlülüğün kusturma sıcaklığının artmasıyla azalmasıdır. Şekil 3-40'da kusturma sıcaklığına bağlı reflektivite ölçümleri karşılaştırıldığında 1060 °C ait yansıma eğrisinin arayüzey kalitesinin bir göstergesi olan salınım genliğinin diğer numunelere oranla daha büyük olduğu görülmektedir. Sonuç olarak safir yüzeyinden organik materyaller ve oksit tabakası daha fazla atılarak daha düz bir safir yüzeyi elde edilmesiyle başlangıç Al ve N türlerinin oluşturduğu çekirdek kollarının daha düzgün profilde olduğu reflektivite ve XRD ölçümlerinden yorumlandı.



Şekil 3-40 Kusturma sıcaklığı çalışmasına ait reflektivite sonuçları

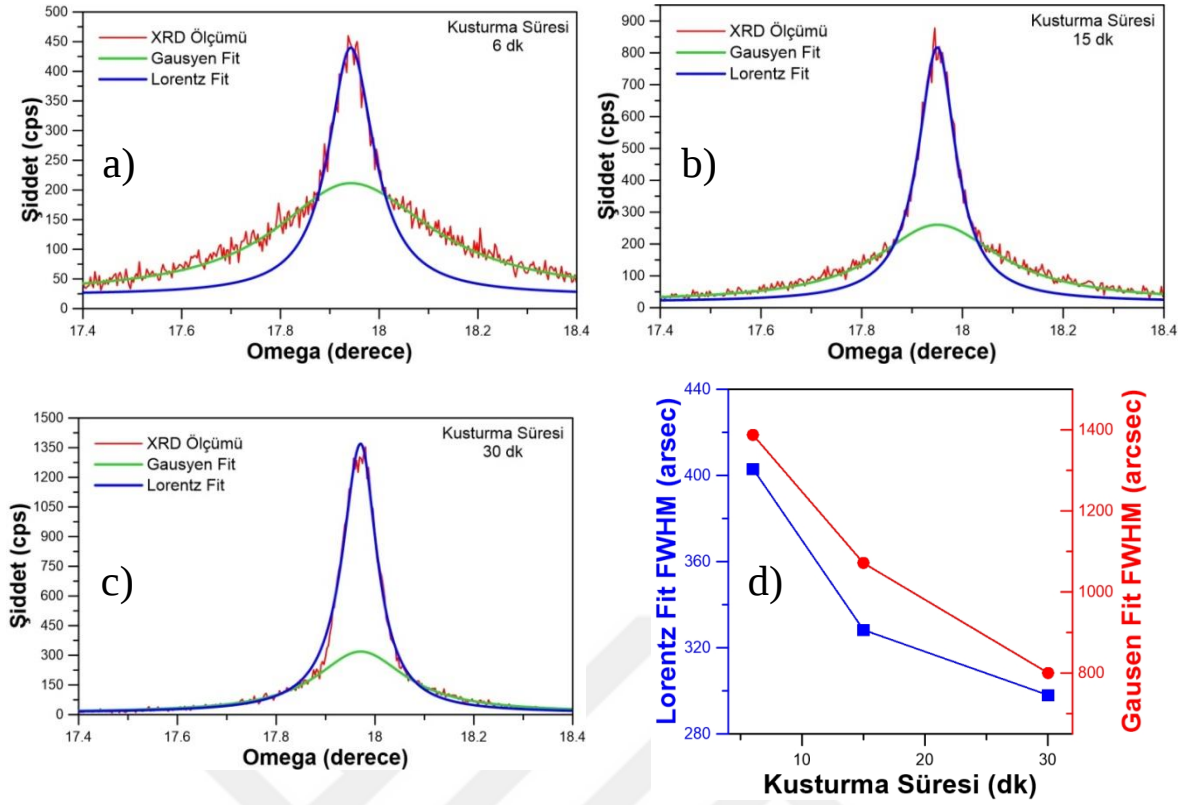
Tablo 3-10 Kusturma sıcaklığı çalışmasına ait reflektivite ölçümlerine yapılan fit sonuçları

Kusturma Sıcaklığı (°C)	Tabaka	Yoğunluk (g/cm ³)	Kalınlık (nm)	Pürüzlülük (nm)
960	Tabaka3	1,46	3,61	1,86
	Tabaka2	3,36	40,5	2,00
	Tabaka1	0,8	0,42	0,60
	Safir	3,98	-	0,53
1060	Tabaka3	1,7	2,43	1,58
	Tabaka2	3,29	41,9	1,94
	Tabaka1	0,8	0,31	0,45
	Safir	3,98	-	0,49
1160	Tabaka3	1,99	3,5	1,31
	Tabaka2	3,34	40,5	1,87
	Tabaka1	0,8	0,25	0,43
	Safir	3,98	-	0,44

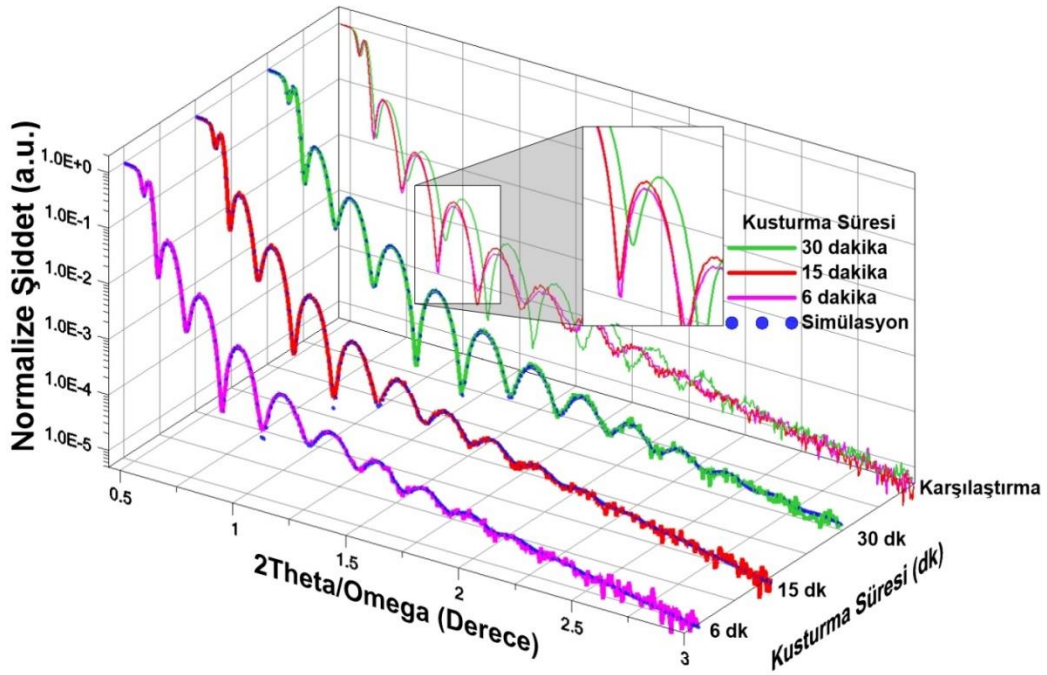
3.1.4.8 Kusturma Süresi Çalışması

Yüksek kusturma sıcaklığının safir alttaşın termal olarak temizlenmesinde etkili bir prosedür olduğu bir önceki çalışmada görüldü. Fakat CCS-MOCVD sisteminin maksimum sıcaklık limitlerinden dolayı kusturma sıcaklığı daha fazla arttırılamadı. Bu nedenle bir önceki çalışmada en iyi değer olan 1160 °C kusturma sıcaklığı referans alınarak kusturma süresi 6 dakikadan 15 ve 30 dakikalık sürelerle çıkartılarak, kusturma süresinin safir alttaş üzerindeki organik materyallerin kaldırılması üzerine etkisine ve bunun sonucunda çekirdeklenme tabakasının kristal kalite değişimi araştırıldı.

Büyütülen örneklerin reflektivite ölçüm sonuçları Şekil 3-42’de verilmiştir. Bu ölçüm sonuçlarına yapılan fit sonucunda (Tablo 3-11) kusturma süresi arttırıldığında safir yüzeyinin daha pürüzsüz olduğu görülmektedir. Reflektivite sonuçlarıyla Şekil 3-41’de verilen (002) düzlemine ait sallantı eğrileri birlikte yorumlandığında daha pürüzsüz safir yüzeyi üzerine büyüyen AlN çekirdeklerinin simetrik düzlemde daha üniform olduğu Şekil 3-41-d’de gausyen fit sonucunda belirlenen FWHM değerinin düşmesiyle anlaşılmaktadır. Sonuç olarak daha uzun kusturma sürelerinde safir yüzeyi organik ve oksit tabakasından daha fazla arındırılarak, başlangıç AlN çekirdek kolonlarının daha düzenli ve uyumlu olmasıyla, final düşük sıcaklıklı AlN tabakasının kristal kalitesinin arttığı yapılan XRD ölçümleriyle belirlendi.



Şekil 3-41 a) 6 dk, b) 15 dk, c) 30 dk kustrma sürelerine ait (002) sallantı eğri ölçüm sonuçları, d) sonuçlara yapılan fit ile belirlenen FWHM değerinin kustrma süresi ile değişimi



Şekil 3-42 Kustrma süresine çalışmasına ait reflektivite ölçüm ve similasyon sonuçları

Tablo 3-11 Kusturma süresi çalışmasının reflektivite ölçümlerine yapılan fit sonuçları

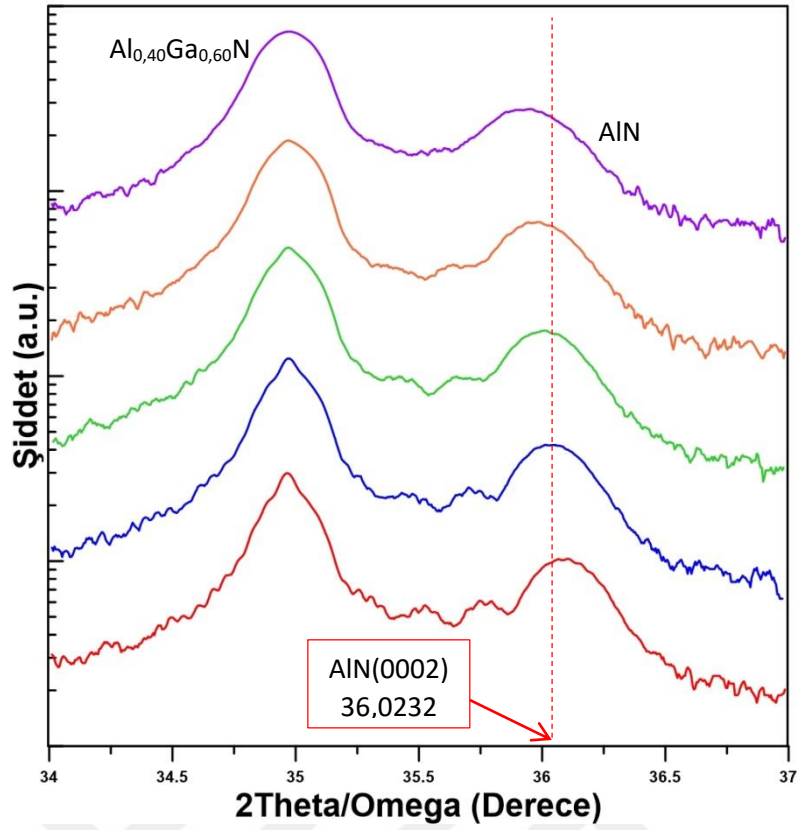
Kusturma Süresi (dk)	Tabaka	Yoğunluk (g/cm ³)	Kalınlık (nm)	Pürüzlülük (nm)
6	Tabaka3	1,99	3,5	1,31
	Tabaka2	3,34	40,5	1,87
	Tabaka1	0,8	0,25	0,43
	Safir	3,98	-	0,44
15	Tabaka3	1,3	3,56	1,26
	Tabaka2	3,357	40,6	1,93
	Tabaka1	0,8	0,229	0,40
	Safir	3,98	-	0,42
30	Tabaka3	1,55	3,08	1,11
	Tabaka2	3,345	39,7	1,76
	Tabaka1	0,8	0,15	0,25
	Safir	3,98	-	0,33

3.1.4.9 Sonuç

Yapılan çalışmalarda hafıza etkisinin başlangıç büyütme mekanizmasını etkilediği görülmüş bunun sonucunda büyütülen final yapısının kristal kalitesinin kötüleştiği ortaya çıkarılmıştır. Bu durumun önüne geçmek için biri tampon tabaka, diğeri final tabakasının büyütülmesinde kullanılacak iki ayrı reaktör seti seçilerek yaklaşık 40 nm büyütülen AlN çekirdeklenme tabakası sonucunda reaktör çeperlerine AlN katmanının ince kaplanması ile kaplama sonunda kusturma yapılarak Al türlerinin reaktörden uzaklaşma olasılığı artırılıp, başlangıç şartlarının aynı kalması amaçlandı. Yeni reaktör seti ile yapılan AlN/safir arayüzey etkileyen parametrelerin çalışması sonucunda (002) sallantı eğrisinin FWHM değeri 1955 arcsec'dan 287 arcsec'a düşürüldü.

3.2 AlN-NL Üzerine AlGaN Büyütme Çalışmaları

Bir önceki bölümde, çekirdeklenme tabakasının büyütme şartlarının etkisinin kapsamlı analizleri yapılarak, safir alttaş üzerine büyütülen AlN çekirdeklenme tabakasının kristal kalitesini etkileyen parametreler belirlendi. Bu çalışmadaki sonuçlardan yola çıkılarak farklı kristal kalitesine sahip 5 örnek seçilip, AlGaN büyütmesi için reaktör parçaları değiştirilerek, örnekler büyütme için yerleştirildi. Örnekler üzerine 1120 °C alttaş sıcaklığında 0,5 nm/s büyüme oranına sahip, yaklaşık 180 nm kalınlığında AlGaN yapısı büyütülerek, çekirdeklenme tabakasının kristal kalitesinin AlGaN tabakasının üzerine etkisi araştırıldı.



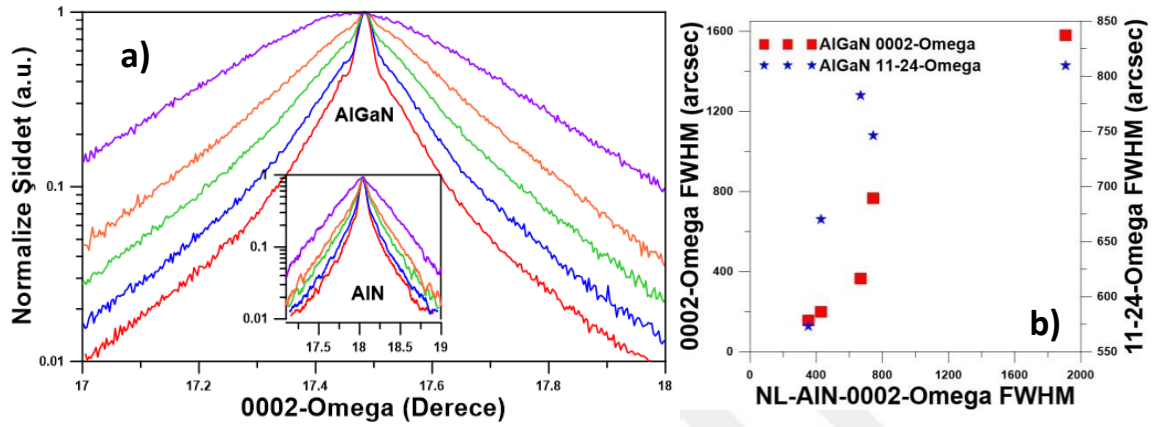
Şekil 3-43 Farklı kristal kalitesine sahip çekirdeklenme tabakalarının üzerine büyütülen AlGaIn tabakalarının 2-theta/omega ölçüm sonuçları

Şekil 3-43, farklı kristal kalitesine sahip AlN çekirdeklenme tabakalarının üzerine büyütülen AlGaIn örnekleri için 2-theta/omega XRD sonuçları gösterilmektedir. Farklı şartlarda büyütülen AlN yapılarının kristal kalitesine bağlı olarak, farklı pik pozisyonlarında yer aldığı sonuçlardan açıkça görülmektedir. Wurtzite yapıya sahip AlN tabakasının c-0002 düzlemine karşılık gelen pik pozisyonu 36,0232 derecedir. Safir alttaş üzerine büyütülen AlN tabakasının kristal kalitesine bağlı olarak kalitenin artmasıyla (0006)-safir kristal pikine doğru, kalitenin azalmasıyla (0002)-AlGaIn kristal pikine doğru, pik pozisyonu kaymaktadır.

Tablo 3-12 Farklı çekirdeklenme kristal kalitesine sahip AlN tabakası üzerine büyütülen AlGaIn yapısının (0002)-omega ve (11-24)-omega taramalarının FWHM sonuçları

NL-AlN (0002-omega) FWHM (")	352,8	427,0	669,6	745,2	1908,0
AlGaIn (0002-omega) FWHM (")	158,1	200,5	367,2	766,8	1580,4
AlGaIn (11-24-omega) FWHM (")	573,3	670,5	783,0	746,1	810,0

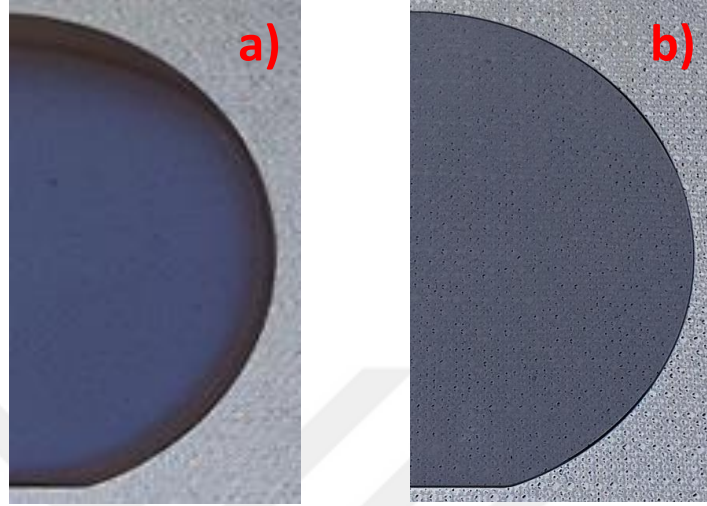
Tablo 3-12, AlGaN numunelerinin XRD sonuçlarını özetlenmektedir. Sallantı eğrilerinin maksimum yarı genişliğinin (FWHM) (0002)-omega ve (11-24)-omega taramaları yapılarak belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar, AlGaN yapısının hem asimetrik hem de simetrik düzleminin FWHM değerlerinin, NL-AlN tampon tabakasının FWHM değerinin düşmesiyle, (0002)-omega FWHM değeri 1580 arcsec'dan 158" arcsec'a, (11-24)-omega FWHM değeri 810"den 573" değerlerine düştüğünü gösterdi.



Şekil 3-44 a) Farklı kristal kalitelerine sahip NL-AlN tabakası üzerine büyütülen AlGaN yapılarının (0002) düzlemine ait omega taraması sonuçları, b) bu yapıların kırmızı kare simetrik, mavi yıldız asimetrik FWHM değişimini göstermektedir.

Şekil 3-44'de XRD sonuçlarından görüldüğü üzere NL-AlN tabakasının kristal kalitesinin artmasıyla, bu tabaka üzerine büyütülen AlGaN tabakasının hem simetrik hem de asimetrik düzlemlerde kristal kalitesi artmaktadır. Bu nedenle, safir alttaş üzerine başlangıç çekirdeği olan AlN tabakasının kaliteli büyütülmesi oldukça önemlidir. NL-AlN kalitesini arttırmak için önceki bölümlerde yapılanları özetleyecek olursak, safir alttaş üzerine NL-AlN büyütme tekrarlanabilirliğini bozan hafıza etkisinin önüne geçebilmek için reaktör parçaları ayrılarak, sadece NL-AlN büyütme için farklı reaktör seti kullanıldı. Bu durumda, yapılan parametrik çalışmalarda, hafıza etkisinden gelen parametreler engellenerek, NL-AlN kalitesini etkileyen parametrelerin araştırması yapılabildi. Safir alttaş üzerine ideal NL-AlN büyütme parametreleri bulunarak, bu tabaka üzerine büyütülen yaklaşık 180 nm kalınlığa sahip AlGaN tabakasını referans örneği olan ilk büyütmedeki AlGaN örneğinin kristal kalitesine nerdeyse yaklaştığı görüldü. Fakat, büyütülen NL-AlN tabakalarının üzerine AlGaN

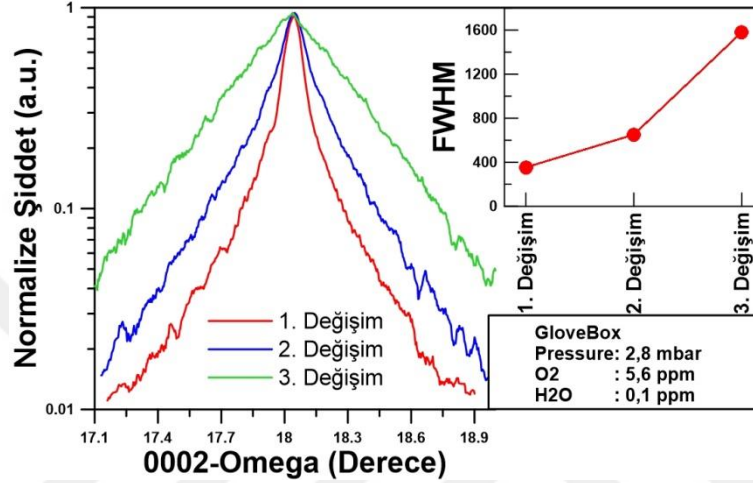
büyütülmesi için reaktör parçalarının değişmesi esnasında NL-AlN/safir yüzeyi üzerine büyütülecek olan AlGaN kristal kalitesini bozacak, Karbon (C) ve Oksijen (O) gibi safsızlıkların kaplanmasından dolayı örneğin yüzeyinde (kenarında daha yoğun) buğular gözlemlendi (Şekil 3-45).



Şekil 3-45 a) Son çalışmada, b) reaktörün temiz olduğu durumda yapılan ilk AlGaN büyütmesi sonucunda yüzey görünümü

Bu sorunun önüne geçebilmek için hazırlanan örnekler üzerine yeniden büyütme yapılmadan önce aseton ve metanol gibi geleneksel organik çözücüler ile temizlendikten sonra, yüzeyden oksit tabakasını kaldırması için HF (hydrofloric) veya HCl (Hydrochloric) asitleri kullanılır. Ancak kimyasal artıklardan ve temizleme işleminin yapıldığı oda koşullarından dolayı ıslak kimyasal yüzey temizleme uygulaması ile istenilen düzeyde temiz bir yüzey elde edilemez. Litaretürde, epitaksiyel yanal büyütme tekniği (ELO) ile büyütülmüş AlN ve GaN tabakalarının ex-situ pattern işlemi sırasında, ortam şartlarından dolayı yüzey üzerinde oluşan C ve O benzeri istenmeyen safsızlıkların HF ve HCl asit ile temizleme prosedürlerinin optimizasyonu için çalışılmış, fakat başarılı bir şekilde yüzey temizleme prosedürününün gerçekleştirmediği raporlanmıştır. (L. L. Smith, 1996) Diğer bir potansiyel yüzey temizleme metodu, yeniden büyütme sürecinden önce in-situ olarak yüksek sıcaklık altında oksit kusturma işleminin uygulanmasıdır. Fakat bu prosedür, yüksek bağ kuvveti nedeniyle (Al-O: 501,9 kJ/mol, Al-C: 267,7 kJ/mol, (Luo Y.-R. , 2002) oldukça yüksek sıcaklık gerektirmektedir. Kullanılan MOCVD sisteminin sıcaklık limitlerinden dolayı, Al-O ve Al-C bağlarını koparmak için gerekli olan yüksek sıcaklık değerlerine çıkılamadı. Ayrıca, AlGaN büyütülmesi esnasında Glove Box içerisinde bekletilen NL-

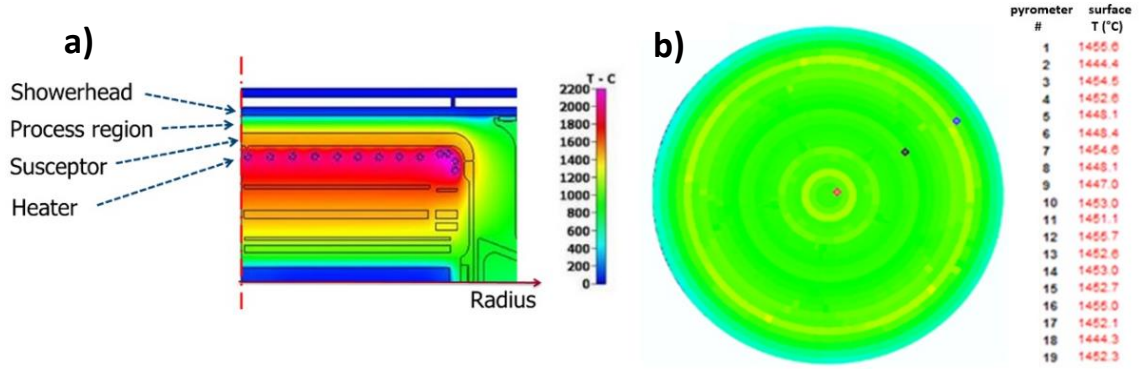
AlN büyümesi için kullanılan reaktör seti, Glove Box içerisinde bulunan az miktardaki oksijen seviyesinden (ortalama 5 ppm) dolayı etkilenmektedir. Bu durum, tekrar NL-AlN büyütülmesi için reaktör seti değiştirilip, elde edilen yüksek kristal kaliteli NL-AlN büyütme reçetesi çalıştırıldığında kristal kalitenin kötüye gitmesiyle anlaşıldı (Şekil 3-46). Bu olumsuz sürecin final aygıt performansını etkilememesi için hem reaktör parçalarının oksitten etkilenmeyeceği hem de tekrarlanabilir NL-AlN tabakalarının büyütülebileceği yeni bir yöntem geliştirilmesi gerekiyordu.



Şekil 3-46 Reaktör değişimi ile safir alttaşı üzerine büyütülen NL-AlN tabakasının (0002) düzlemine ait omega tarama sonuçları

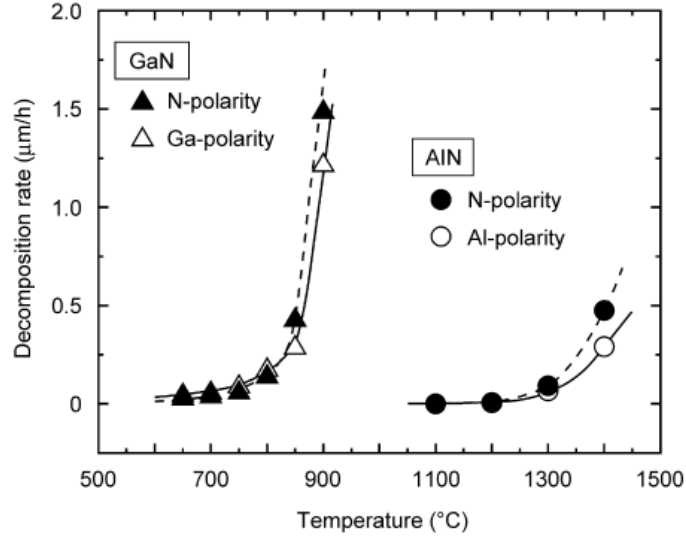
Safir alttaşı üzerine yüksek kristal kalitede NL-AlN büyütülmesi için Al polar rejiminin sağlanması, bunun için başlangıç parametresinin, safir alttaşı üzerinde organik materyaller ve oksit tabakasının başarılı bir şekilde kaldırılması gerektiği bir önceki bölümde tartışılmıştı. Yüksek bağ kuvvetine sahip Al ve türevlerinin kaplı olduğu bir reaktörde, safir alttaşı üzerinde H₂ akışı altında yüksek sıcaklıklarda kusturma işlemi yapıldığında, reaktör ve susceptor çeperlerinden kusan artık materyaller, reaksiyon alanının çok dar olması (gap yüksekliği 20 mm) ve safir alttaşın termal iletkenliğinin düşük olması (19-30 W/mK) nedeniyle reaksiyon ortamında daha soğuk olan alttaşı yüzeyi üzerinde rastgele birikirler. Bu durum büyütme devamında, NL-AlN tabakasının kristal kalitesini kötüye götürecek karışık polaritede büyüme rejimi ile sonuçlanır. Bu sorunun olmadığı tekrarlanabilir büyütme için litaretürde önerilen 1450 °C susceptor sıcaklığında kusturma işlemi yapılarak, reaktörün bir önceki büyütmeden kalan artık atomlardan tamamen arındırılarak, önüne geçilebileceği öngörülmüyor (Aixtron C.).

Şekil 3-47’de gerekli olan 1450 °C alttaş sıcaklığı için 2200 °C reaktör sıcaklığına çıkabilen bir ısıtma enerjisine ihtiyaç duyulmaktadır.



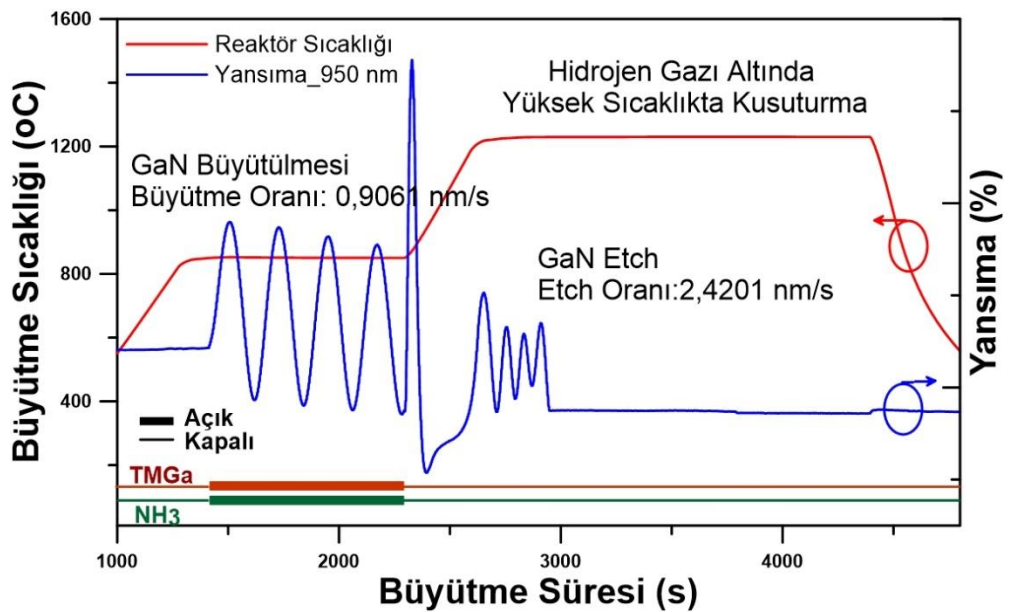
Şekil 3-47 a) Aixtron firmasını yaptığı 2200 °C ısıtma gücünde reaktörde oluşan ısı değişim b) bu sıcaklık değerinde Argus ile alınan susceptor sıcaklık değeri

Fakat bizim bu çalışmada kullandığımız MOCVD sisteminde maksimum elde edilebilen susceptor sıcaklığı 1200 °C’dir. Bu sıcaklıklarda reaktöre bake yapılarak tamamen temizlenemeyeceği için NL-AlN büyütülecek reaktörün kullanılmadığı durumda ve safır alttaş üzerine büyütülen NL-AlN tabakalarının hem karakterizasyonu hem de yeniden büyütülmesi için beklemesi esnasında ortam koşullarından dolayı yüzeyi oksit benzeri organik materyallerden koruyacak bir kaplama işlemi gerçekleştirilmesi planlandı. Kaplama materyali olarak hem daha düşük sıcaklıklarda termal olarak H₂ gazı altında kaldırabilmesi (Şekil 3-48, (Kumagai, 2007)) hem de AlN malzemesinden daha yoğun olmasıyla dış ortamda bekleme esnasında oksit difüzyonunu önlemesi için MOCVD sistemi ile büyütebileceğimiz GaN materyali seçildi (yoğunluklar; AlN: 3,26 g/cm³, GaN: 6,15 g/cm³).



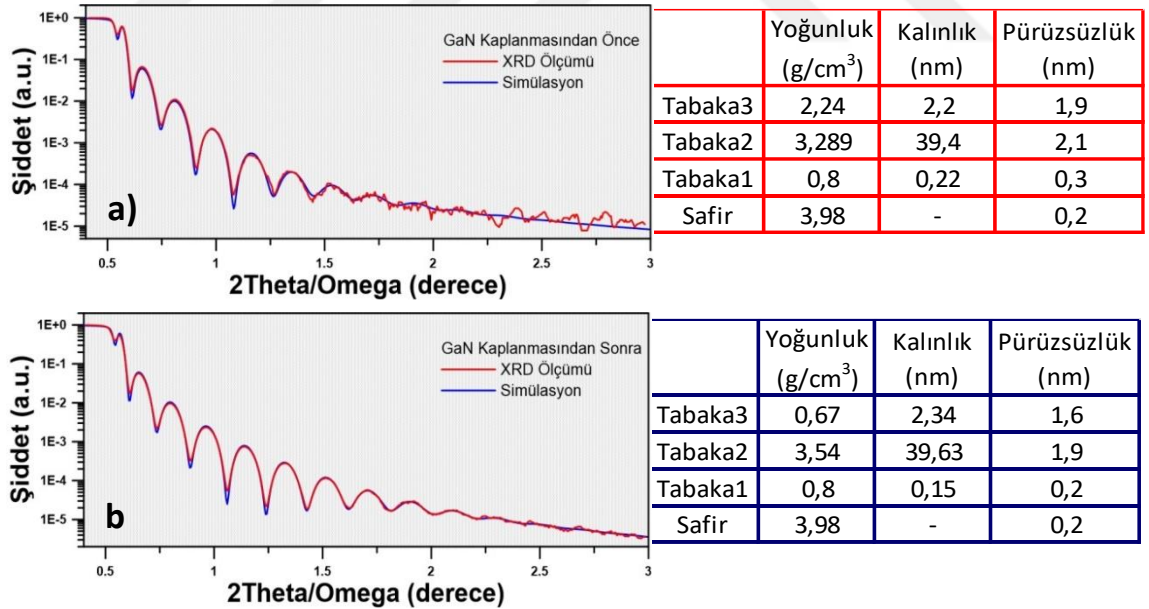
Şekil 3-48 H₂ akışı altında çeşitli sıcaklıklarda N ve Al(Ga) polariteye sahip AlN ve GaN tabakalarının ayrışma oranları

MOCVD sistemi ile kaplanmak istenilen GaN tabakasının büyütme oranı ve kaldırma (etch) oranını belirlemek için GaN kaplama reçetesi tasarlandı. Bu kaplamada GaN tabakasından istenilen sadece yüzeyi koruma işlemi olduğu için kristal kalitesinin öneminin olmadığı göz önünde bulundurularak, az kaynak tüketimi ve yüksek büyütme oranı için yüksek basınçta ve H₂ gazının yüzeyde kaldırma işleminin yapmaması için düşük sıcaklık parametreleri seçildi. Hazırlanan bu reçeteyi test edebilmek için safir alttaş üzerine büyütülen 40 nm kalınlığa sahip NL-AlN tabakası susceptor'e yerleştirilerek çalıştırıldı.



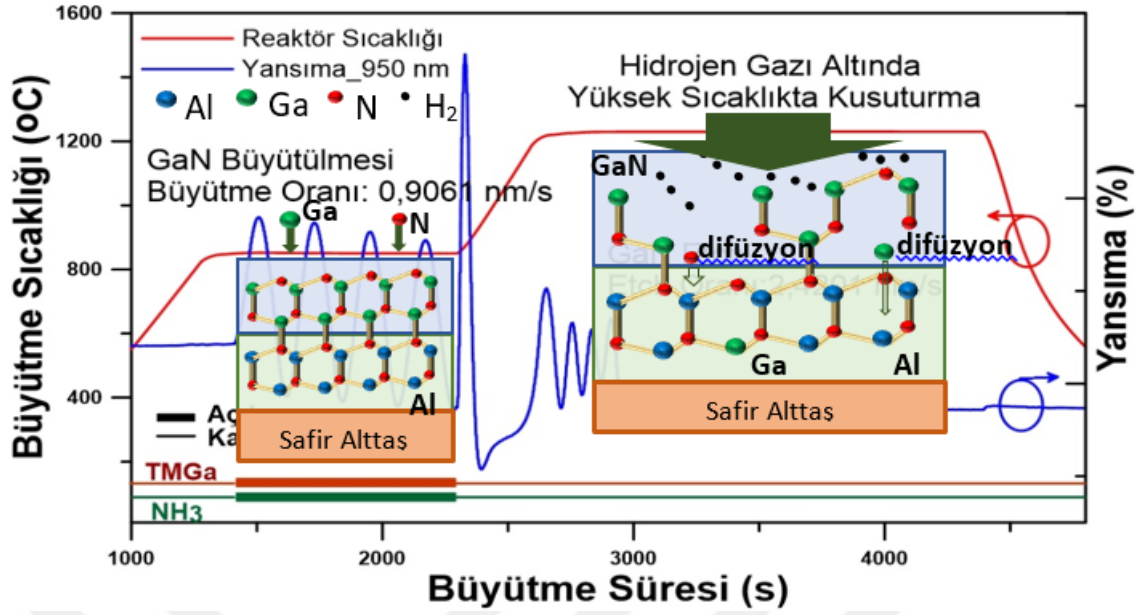
Şekil 3-49 GaN büyütme ve kaldırma işleminde alınan in-situ yansımada ve sıcaklık eğrisi

Bu çalışmada, kaplanacak olan GaN tabakası için seçilen büyütme şartları olan 820 °C reaktör sıcaklığı, 600 mbar büyütme basıncına reaktör ayarlandı. Basınç ve sıcaklık değerleri dengeye geldiğinde, 286 $\mu\text{mol/min}$ akış oranında TMGa, 32 mmol/min akış oranında NH_3 kaynakları ayarlanarak reaktöre aynı anda gönderildi. Şekil 3-49'da büyütme anında elde edilen yansıma eğrisine yapılan fit ile yukarıda belirtilen şartlar altında GaN tabakasının kaplama oranı 0,91 nm/s olduğu belirlendi. GaN tabakası yaklaşık 800 nm kalınlığa ulaştığında, büyütme sonlandırılarak kaplanan GaN tabakasının kaldırılacağı büyütme şartlarına ayarlandı. GaN tabakasının kaldırılması için kullanılacak olan H_2 kaynağının daha etkili bir kaldırma malzemesi olması için parazitik reaksiyonları azaltacak olan reaktör basıncı parametresi 600 mbar'dan 150 mbar'a düşürülürken, H_2 atomunun yüzey üzerindeki kinetik enerjisini arttırmak için reaktör sıcaklığı saniyede 1 °C olacak şekilde 820 °C'den 1200 °C'ye çıkartıldı. Reaktör sıcaklığı yaklaşık 1000 °C'ye geldiğinde yerinde yansıma eğrisinden GaN tabakasının aşınmaya başladığı gözlemlendi. Reaktör sıcaklığı 1200 °C'ye geldiğinde kaplanan GaN tabakasının aşınma oranı ortalama 2,4 nm/s olduğu, aşınma esnasında kalınlığının değişmesi ile yansıma eğrisinde gözlemlenen osilasyonlar yardımıyla belirlendi.



Şekil 3-50 a) GaN kaplamasından önce, b) GaN kaplamasından sonra refleksivite ölçüm sonuçları

Büyütme anında alınan yansıma sonucu incelendiğinde, eğride dikkat çeken parametrelerden birisi, başlangıç % yansıma şiddetinin GaN kaplama ve kaldırma sürecinden sonra değişmesidir. Bölüm 2.1.4’de tartışıldığı üzere, bu kaplama ve kaldırma sürecinin NL-AlN tabakasını yansıma şiddetini değiştirmesi üç nedene bağlıdır. Bunlardan ilki GaN sürecinden sonra NL-AlN tabakasının kalınlığının değişmesi, ikincisi süreç sonunda AlN yüzeyinin daha pürüzlü hale gelmesi, üçüncüsü tabakanın kırılma indisinin başka bir değişle yapının değişmesidir. Yansıma değişimin nedenini öğrenebilmek için ex-situ olarak tek bir tarama sonucuna yapılan fit ile yukarıda bahsedilen üç parametreyi belirleyebileceğimiz XRD reflektivite yöntemi kullanılarak, büyütme öncesinde yapılan reflektivite ölçümleri ile GaN kaplama kaldırma sürecinden sonra yapılan ex-situ reflektivite ölçümleri karşılaştırıldı. Yansıma şiddetinin değişmesine neden olan tahminlerden ilki kalınlığın değişmesidir. Şekil 3-50 incelendiğinde kalınlığın, yansıma şiddetini değiştirmeye neden olmayacak şekilde A° mertebesinde değiştiğini göstermektedir. İkinci parametre yüzeyin pürüzlü olması, başlangıç yüzeyi ve GaN sürecinden sonraki reflektivite sonuçları kıyaslandığında, GaN süreci ile başlangıç yüzeyinden daha pürüzsüz bir yüzey elde edildiği sonuçlardan görülmektedir. Son olarak kırılma indisinin değişimini başka bir değişle yapının değişimini gözlemlemek için reflektivite ölçümünün yoğunluk sonucuna bakıldı. Başlangıç NL-AlN tabakasının $3,289 \text{ g/cm}^3$ olan yoğunluğu, GaN sürecinden sonra $3,540 \text{ g/cm}^3$ arttığı gözükmemektedir. Sonuç olarak, yansıma şiddetini değişimine neden olan parametre NL-AlN yapısının GaN sürecinden sonra değişmesidir. Bu sonuçlar yardımıyla GaN kaplama ve kaldırma sürecinin safir alttaş üzerine yaklaşık 40 nm büyütülen NL-AlN tabakası üzerine etkisi modellenmesi ve deneysel sonuçları aşağıda özetlenmiştir;

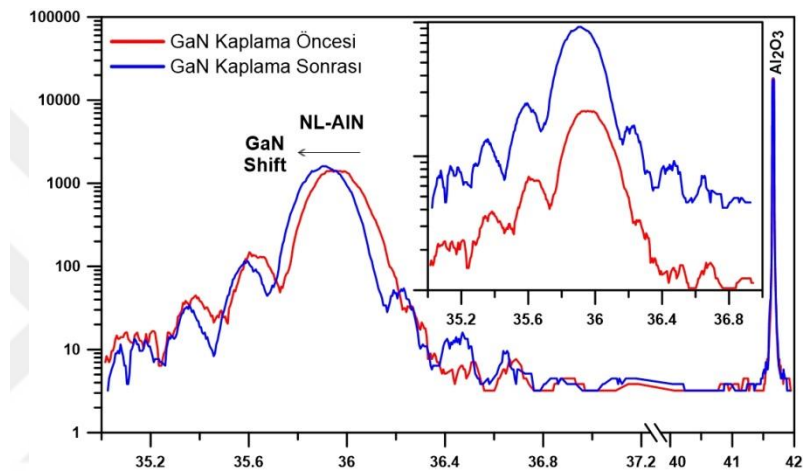


Şekil 3-51 GaN kaplama ve kaldırma işleminde gerçekleşen süreçler

NL-AlN/safir yapısı üzerine büyütülen GaN kaplama tabakasını kaldırmak için yüksek sıcaklığa çıkıldığında (alttaş sıcaklığı yaklaşık 1070 °C);

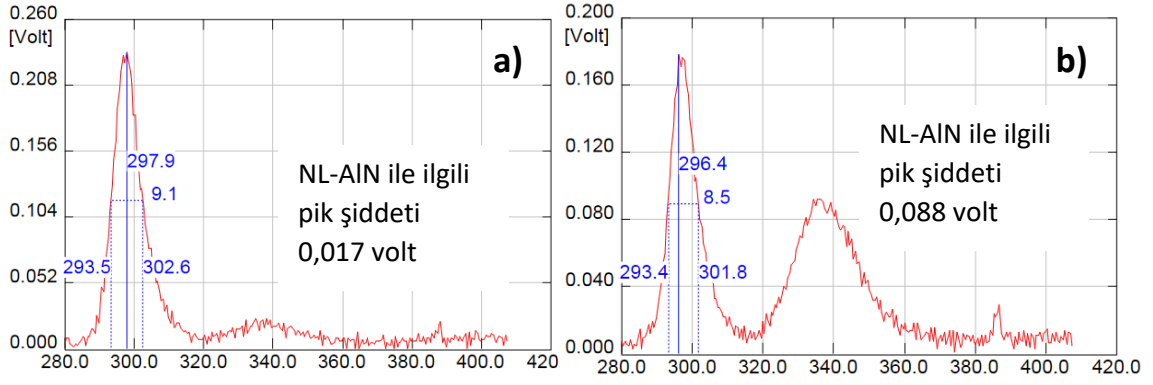
- epi katmanın üstünde bulunan GaN tabakası yüksek sıcaklık nedeniyle yüksek kinetik enerjiye sahip H₂ atomlarına maruz bırakılarak göreceli olarak zayıf bağ kuvvetine sahip olan Ga-N atomları arasındaki bağlarını parçalayarak GaN tabakasının kusturulması gerçekleştirilir (Şekil 3-51).
- Diğer taraftan, AlN-GaN tabakaları arasındaki arayüzeyde, iki tabaka arasındaki yoğunluk ve sıcaklık farkından dolayı atomik difüzyonlar oluşur. Deneysel çalışmalar, Al-Ga tabakalar arası difüzyonun, büyütme yöntemine, büyütme koşullarına, tabaka katkı oranlarına ve büyütme sonrası tavlama koşullarına güçlü bir şekilde bağlı olduğu gösterilmektedir. Ga-Al tabakaları arasındaki difüzyon katsayısının deneysel tahminleri, yaklaşık 1000-1100 °C sıcaklık aralığında $10-20 \times 10^{-14} \text{ cm}^2/\text{s}$ gibi geniş bir aralıktadır (Aleksandrova, 2020)
- Safir alttaş üzerine düşük sıcaklıkta gerçekleştirilen AlN çekirdeklenme tabakasında, düşük sıcaklık nedeniyle NH₃ kaynağının düşük piroliz olasılığı ve büyütülen çekirdeklenme tabakası ve alttaş arasındaki yüksek örgü uyumsuzluğu nedeniyle oluşan stres'ten dolayı büyüyen AlN çekirdeklenme tabakasında çok sayıda nokta kusurları olarak bilinen Al ve N boşlukları oluşur (Vail, 2006). Bu kristal kusurlarına, GaN kusturma süresince GaN/AlN arayüzeyinde difüz eden

Ga ve N atomları yerleşmesiyle nokta kusurların azaldığı daha kaliteli bir çekirdeklenme tabakası elde edildiği belirlendi. Bu yorumumuzu şekil 3-52’de GaN sürecinden önce ve sonra alınan XRD sonuçlarında açıkça görülmektedir. XRD sonucuna bakıldığında safır alttaş üzerine büyütülen başlangıç NL-AlN tabakasının sıkıştırma stresinden dolayı (002) düzlemine ait XRD pikinin sağında kalınlık osilasyonları görülememektedir. Fakat, GaN sürecinden sonra yüzey ve arayüzey kalitesinin bir parametresi olan kalınlık osilasyonları görülerek (002) düzlemine ait çekirdeklenme AlN tabaka pikinin şiddeti GaN sürecinden sonra birkaç birim artmıştır.



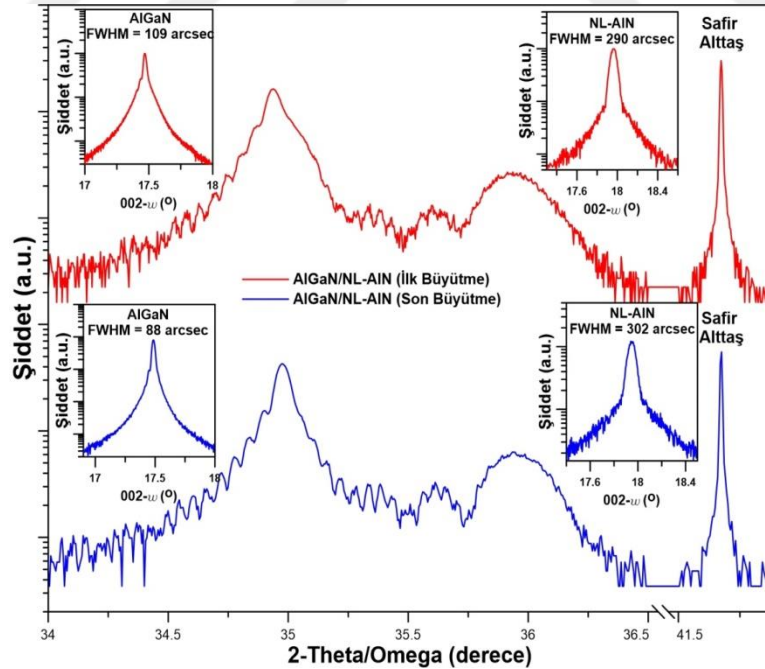
Şekil 3-52 GaN kaplama öncesi ve sonrası 2-theta/omega tarama sonuçları

- Son olarak bu tez süresince 180 nm kalınlığında büyütülen AlGaIn yapısında en iyi sonuçları aldığımız başlangıç reçetesi ile gelişen süreci kıyaslayabilmek için GaN sürecinden sonra başlangıç reçetesindeki AlGaIn büyütme parametreleri kullanılarak yeni reçeteye entegre edildi. Büyütme sonunda örneğin yapısal ve optiksel karakterizasyonu yapılarak başlangıç örneği ile karakterizasyon sonuçları kıyaslandı. Örneklerin fotoluminesans sonuçları kıyaslandığında başlangıç büyütmesinde, AlN tabakasının kusurlarından kaynaklı yaklaşık 335 nm dalgaboyunda ışımaya neden olan pikinin şiddeti yeni reçetede minimize olduğu Şekil 3-53’de görülmektedir. Bu durum yukarıda yaptığımız GaN sürecinin AlN çekirdeklenme tabakasının nokta kusurlarını azalttığı yorumunu desteklemektedir.



Şekil 3-53 a) NL-AlN yapısı üzerine gerçekleştirilen GaN kaplama ve kaldırma prosedüründen sonra büyütülen AlGaIn örneğinin, b) başlangıç AlGaIn örneğinin PL sonuçları

Büyütülen yapılar, yapısal olarak incelendiğinde başlangıç reçetesinde elde edilen ve bu tez kapsamında şimdiye kadar en iyi sonuç olan yaklaşık 180 nm kalınlığa sahip AlGaIn tabakasının (0002) düzlemine ait omega tarama sonucu 109 arcsec'dan, bu aşamaya kadar yapılan değişiklikler ve GaN kaplama kaldırma sürecinin entegre edilmesiyle NL-AlN tabakasında kusur yoğunluğunun azalması ve XRD kalınlık osilasyonunda gözlemlenen NL-AlN kolonlarının stresinin azalması ile 180 nm AlGaIn tabakasının FWHM değeri 88 arcsec'a kadar düşürülmüştür (Şekil 3-54).



Şekil 3-54 Kırmızı eğri başlangıç reçetesi olan ilk büyütme, mavi eğri gerçekleşen süreçler sonunda elde edilen son AlGaIn/NL-AlN büyütmelerinin 2-theta/omega tarama sonuçları

3.3 NL-AlN Üzerine Kalın AlGaN Yapılarının Büyütülmesi

Yaklaşık 700 nm kalınlığa sahip $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ epitaksiyel filmleri, düşük basınçlı CCS MOCVD sisteminde daha önceden c düzlemine sahip safır alttaş üzerine büyütülen NL-AlN tabakası üzerine büyütüldü. Al, Ga ve N öncüleri için sırasıyla Trimetil-alüminyum (TMAl), trimetil-galyum (TMGa) ve amonyak (NH_3) kaynakları kullanıldı. Reaktör sıcaklığı büyütme sıcaklığı olan 1120 °C çıkartılarak, bu sıcaklıkta AlN NL yüzeyi üzerinde olası yüzey kirliliğini gidermek için 100 sn boyunca NH_3 akışı uygulandı. Bu çalışmada, AlN NL üzerine büyütülen AlGaN yapılarında kristal kalitesini etkileyen ve çatlak oluşumunu tetikleyen parametreleri belirlemek için 4 adet sırasıyla A, B, C ve D örnekleri büyütüldü. Tüm büyütmelemlerin ilk aşamasında V/III oranı 853, büyütme basıncı 50 mbar'da sabit tutuldu. Referans örneği olan A, sabit 1120 °C sıcaklıkta büyütülürken, diğer örneklerde büyütme sıcaklığı 1120 °C ve 1050 °C olacak şekilde iki aşamaya ayrıldı. Örnek B'de 1120 °C yaklaşık 200 nm AlGaN büyütüldükten sonra sıcaklık 1050 °C'ye düşürülerek bu sıcaklıkta yaklaşık 500 nm epi-katman büyütüldü. Örnek C'de, Örnek B referans alınarak sadece 1050 °C'de büyütülen AlGaN yapısında TMIn kaynağı kullanılarak In atomları ile yüzey dövüldü. Son olarak örnek D'de, Örnek C referans alınarak 1050 °C'de büyütülen AlGaN tabakasının V/III oranı 853'den 1280'e çıkarıldı.

Büyütülen yapılarda çatlak oluşumunu gözlemlemek için optik girişim mikroskobu ve NL-AlN yapısı üzerine büyütülen AlGaN epitaksiyel filmlerin kristal kalitesini karakterize etmek için XRD sistemi kullanıldı. $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ epitaksiyel filmlerdeki gerilim durumlarını araştırmak için İn-situ curvature ölçümleri incelendi. Son olarak, fotoluminesans (PL) ölçümleri bu çalışmada büyütülen yapıların optik karakterizasyonu için kullanıldı.

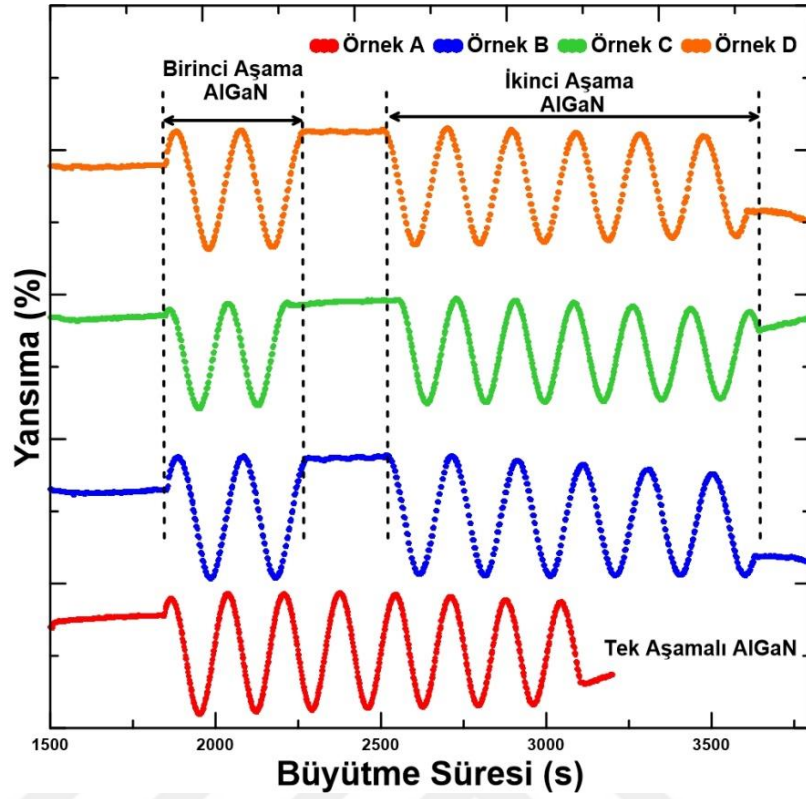
3.3.1 DeneySEL Sonuçlar ve Tartışmalar

Şekil 3-55'de, A, B, C ve D numuneleri için 405 nm dalgaboylu lazer ile ölçülen in situ optik izleme eğrileri gösterilmektedir. Büyüme sürecindeki dört numunenin farklılıkları deneysel bölümde detaylı olarak anlatılmıştır. İn-situ olarak yansıma ölçümlerinden elde edilen fabry periot osilasyonlarının eğilimlerinden epitaksiyel filmlerin yüzey pürüzlülüğünü doğrudan yansıtabildiği bölüm 2.1.4'de tartışılmıştı. Büyütülen örneklerin yansıma eğrileri karşılaştırıldığında 1120 °C'de gerçekleşen AlGaN büyütmesinin ilk aşamasında, NL-AlN/safir epi-katmanı üzerine büyütülen yaklaşık 200 nm kalınlığa

sahip AlGaIn yapısının yansıma eğrisinde 4 numune için çok az bir artış eğilimi olduğu gözükmektedir. Bu durumun kökeni safir alttaş üzerine kolon şeklinde büyüyen AlN tabakası üzerine büyütülen AlGaIn yapısının AlN kolonları üzerine büyümeye devam ettiği ve yavaş bir şekilde kolonların birleşme eğiliminde olduğu başka bir değişle kolonların genişlediği anlamına gelir.

Tek aşamada büyütülen Örnek A'nın 405 nm in situ izleme eğrisine bakıldığında beklenen sabit ve tek biçimli bir yansıma yoğunluğu sunar. Örnek B, C ve D düşük sıcaklıklı ikinci aşamasına bakılacak olursa Örnek B'de yansıma şiddetinde hafif bir düşme eğilimi gözlemlenmektedir. Bu durum, ileride optik mikroskop görüntülerinden görüleceği üzere, düşük sıcaklıkta öncü atomların yüzey göçlerinin azalmasıyla atomik boşluklar ve öncü atomların yüzeyde yetrince hareket etmemeleri sonucunda yüzeyde tepe ve çukurların varlığı ve bu durumda yansıma ölçümü için yüzeye gelen lazer ışınlarının fazla saçılması sonucunda yansıma eğrisinin hafif düşme eğilimine geçmesidir. Örnek C'de öncülerin yüzey göçlerini arttırabilmek için yüzey In atomları ile dövülerek, öncü atomlara kinetik enerji kazandırılmış ve bunun sonucunda yüzey hareketliliği arttırılması amaçlanmıştır (Yamaguchi, 2000). Sonuç olarak Örnek C'de yapılan In yüzey dövme işlemi sonucunda, yansıma eğrisi incelendiğinde düşük sıcaklıklı AlGaIn aşamasında yansıma eğrisindeki düşme eğiliminin önüne geçildiği görülmüştür. Son olarak Örnek D'de V/III oranı arttırılarak yanal büyütme oranının arttırılması amaçlanmıştır (Hirayama H. , 2009). Bu parametrenin değiştirilmesindeki amaç kolonların birleşme süresinin AlGaIn epi katmanı üzerindeki etkisini incelemektir. Örnek D'nin yansıma eğrisi değerlendirildiğinde diğer üç örneğin yansıma eğrilerine göre daha düz ve sönümlenmeyen bir osilasyon eğiliminde olduğu görüldü.

Gerçek zamanlı (in-situ) alttaş eğriliği ölçümleri, Laytec EpiCurve®TT'nin tasarladığı tek bir lazer ışığının optik düzenekler yardımıyla iki paralel ışın kaynağına dönüştürülmesiyle oluşan iki paralel ışının, CCS MOCVD sistemi üzerinde bulunan optik pencereden alttaş üzerine gönderilmesi ve dönen ışının CCD kameralar ile görüntülenmesi tekniğine dayanır. Alttaş üzerine büyütülen yapının oluşturduğu stres sonucunda alttaş içbükey (dışbükey) şeklini alır ve paralel lazer ışını alttaş yüzeyinden yansıdıktan sonra alttaşın kavis oranına bağlı olarak kameranın algıladığı ışın aralığında orantılı bir değişiklik ile ışın birbirine yaklaşır (uzaklaşır). Bu pozitif (negatif) eğrilik değeri olarak tanımlanır. Bu teknik ile büyütme sırasındaki stresin doğrudan ölçümü sağlanabilir.



Şekil 3-55 Kalın AlGaIn büyütme çalışmalarında elde edilen in-situ yansımaya eğrileri

Safir alttaş üzerine III-Nitrür yapılarının epitaksiyel büyümesinde, termal genleşme katsayısı uyumsuzluğu ve büyüme sırasında örgü uyumsuzluğu nedeniyle gelişen çekme gerilimi (tensile stress) sonucunda, bu tür malzeme büyütme çalışmalarında epikatmanların eğilmesi ve çatlaması yaygın problemlerdir. Literatürde tipik olarak, düz safir alttaş (FSS) üzerine büyütülen III-nitrür yapısı için, büyütülen epi katmanın kalınlığı 700 nm'ye yükseltildiğinde çatlaklar gözlemlendiği saptanmıştır (Okada, 2007). Bu nedenden dolayı bu çalışmada, 700 nm kalınlıklı AlGaIn tabakaları büyütülerek kristal kalitesini bozmadan çatlakları önleyecek parametreler araştırıldı. Alttaş üzerine epi katmanın büyütülmesi esnasında, in-situ olarak elde edilen alttaş eğriliğinin değişimi (k) kullanılarak, büyütülen epi katmanda oluşan stres, Stoney denklemi kullanılarak hesaplanabilir (Han, 1999).

$$\sigma_f h_f = \frac{M_s h_s^2}{6} \kappa \quad [3-7]$$

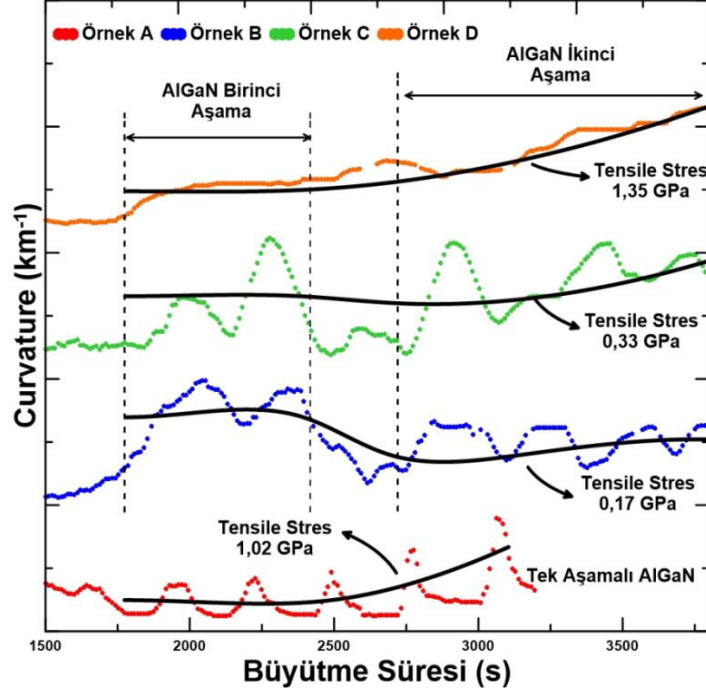
Burada h_f ve h_s sırasıyla büyütülen epi-katman ve alttaşın kalınlığı ve M_s , alttaşın biaxial modül sabitidir. Eğrilik, büyüme sırasında değişen iki parametre olan film stresi ve film kalınlığı ($\sigma_f h_f$) ile doğru orantılıdır.

Şekil 3-56'da, tek ve iki aşamalı büyütülen AlGaIn yapısının büyüme süresi boyunca in-situ alttaş eğrilik verileri gösterilmektedir. Bu çalışmada büyüme esnasında yapılan tüm kavis ölçümlerinde AlN çekirdeklenme yüzeyi üzerine büyütülen AlGaIn yapısının, alttaş olarak kullanılan safir yapısına kıyasla daha küçük in-plane örgü sabiti olması nedeniyle AlGaIn katmanının oluşturduğu sıkıştırma stresinden dolayı örneğin iç bükey şeklini alması ile eğrilik değerlerinin artış göstermesi beklenir. Ancak daha sonra detaylandıracağımız AlN/AlGaIn heteroyapısının safir alttaş üzerine Volmer-Weber büyüme tekniği ile büyütülmesi nedeniyle yapıda genişleme stresinin de oluşması ve bu genişleme stresinin sıkıştırma stresini arttırması nedeniyle büyüme esnasında AlGaIn tabakasının kavis değerinin arttığı görülmüştür. Tüm AlN/Safir çekirdeklenme yüzeyine büyütülen AlGaIn örneklerinin ilk aşamasında kavis değerinde bir değişim olmamaktadır.

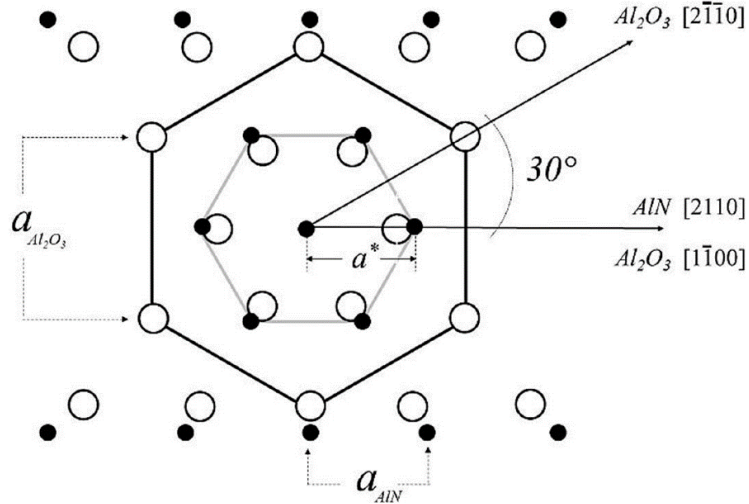
İn-situ olarak alınan kavis grafiği incelendiğinde, tek aşamalı büyütülen örnek A'nın (1120 °C'de, 0,5 nm/s) AlGaIn büyüme aşamasında kalınlık*stress ortalaması 1,02 GPa olarak belirlendi. AlGaIn tabakası iki aşamalı büyütülerek ikinci aşamada büyüme sıcaklığının 1120 °C'den 1050 °C'ye düşürülmesiyle ortalama tensile stres, Örnek B için keskin bir şekilde 0,17 GPa'ya düştü. Örnek C'de düşük sıcaklıklı AlGaIn tabakasının büyütülmesi esnasında TMIn kaynağı ile yüzeyin dövülmesiyle kalınlık*stress ortalaması 0,34 GPa'a yükseldi. Son olarak Örnek D'de, LT-AlGaIn tabakasının V/III oranının artırılmasıyla bu çalışmada elde edilen en yüksek tensile stres değeri olan 1,35 GPa'a yükseldi. Stresteki bu artış eğiliminin nedeni Sheldon ve arkadaşlarının film büyümesi sırasında stres gelişimini yorumlamak için oluşturdukları kinetik model ile açıklanabilir (Sheldon, 2005).

Stres, üretilen yarıiletken malzemenin aygıt performansını yapısal, elektriksel ve optik özelliklerini etkileyen önemli bir parametredir. Yarıiletken büyüme sürecinde stres oluşumu, büyütülmek istenilen yapı ve taban malzemesi arasındaki örgü sabiti ve termal genişleme katsayıları arasındaki uyumsuzluklardan kaynaklanır. Bu durumun önüne geçebilmek için termal genişleme katsayısına ve örgü uyumsuzluklarına tampon görevi görebilecek başlangıç çekirdeklenme adaları kullanılmasıyla stres azaltılarak göreceli

olarak yüksek kristal kaliteli ve çatlakların olmadığı kalın yarıiletken malzemelerin yabancı alttaşlar üzerine büyütülebilir. Amona'nın III-Nitrür büyütmelerinde başlangıç fikrini attığı bu büyütme tekniği Volmer-Weber tekniği olarak bilinir (Tassev, 2017). Bu tekniğe göre, alttaş üzerinde oluşan başlangıç kolonları minimize olan sıkıştırma gerilimi daha uzun büyütme sürelerinde sıkıştırma gerilimi-tensile gerilimine dönüşür.

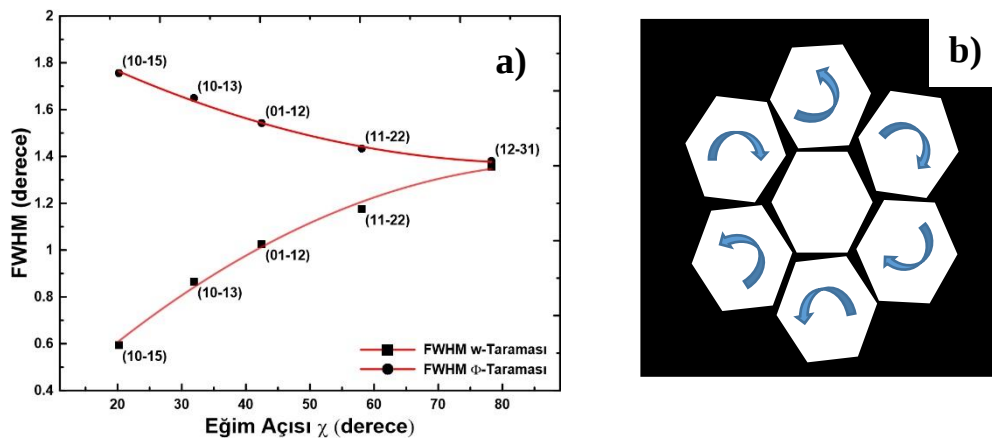


Şekil 3-56 Kalın AlGaIn büyütme çalışmasında elde edilen in-situ kavis ölçüm sonuçları



Şekil 3-57 Al_2O_3 alttaş üzerine büyütülmek istenilen AlN tabakasının kristalografik 30° açılı yapması ile hexagonal örgü noktalarının şematik gösterimi

Teorik olarak, Safir alttaş üzerine büyütülen AlN yapısında başlangıçta oluşan sıkıştırma gerilimi AlN (0001) ve Al₂O₃ (0001) düzlemleri arasındaki örgü uyumsuzluğu farkından kaynaklanır. Bu iki malzemenin (0001) düzlemine ait örgü uyumsuzluğu % 33 gibi epitaksinin çok zor olduğu yüksek bir değerdir. Ancak, gerekli büyütme şartları sağlandığında safir alttaş üzerine büyütülen başlangıç AlN çekirdekleri (001) örgü düzlemine göre yaklaşık 30° açı yaparak örgü uyumsuzluğunu %33'ten %13,3'e düşürür (Şekil 3-57, (Tassev, 2017)). Heteroepitaksi için oldukça yüksek değer olan %13,3'lük örgü uyumsuzluğuna tampon görevi görmesi için başlangıç Al veya N çekirdekleri düşük sıcaklıkta safir alttaş üzerine biriktirilir. Büyütme devamında sıcaklığın düşük olması, öncü atomların göç etmesi için gerekli olan kinetik enerjiyi düşürür. Bu durumda, çekirdekler üzerine biriken malzemenin dikey büyütme oranının yatay büyütme oranına göre çok daha yüksek olduğu bir büyütme rejimi vardır. Yüksek örgü uyumsuzluğu ve yanal büyütmenin çok düşük olması nedeniyle başlangıç çekirdekleri üzerine AlN tabakasının büyümesi, kolonlar şeklinde ilerler. Volmer-Weber büyütme tekniğine göre, büyütme başlangıcında görmemiz gereken sıkıştırma gerilimi birbirinden bağımsız kolonların nano-boyutta kendi içerisinde stres oluşturması nedeniyle kavis ölçümlerinde gözlemlenmezken, kristalografik XRD ölçümlerinde gözlemlenebildi. AlN hexagonal yapısının Al₂O₃ hexagonal yapısına göre 30° derecelik açı yapması ve örgü uyumsuzluğu nedeniyle oluşan sıkıştırma stresinden dolayı her kolon birbirinden farklı tilt ve twist değerinde olabileceği Bölüm 3.1.1'de görüldü. Bu bölümde çalışılan yaklaşık 300 nm AlN büyütme çalışmasında, sonuçlarımız litaretüre uyumlu bir şekilde tilt açısı çok düşükken (ortalama 0,03°), twist açımız oldukça yüksektir (yaklaşık 1,5°).

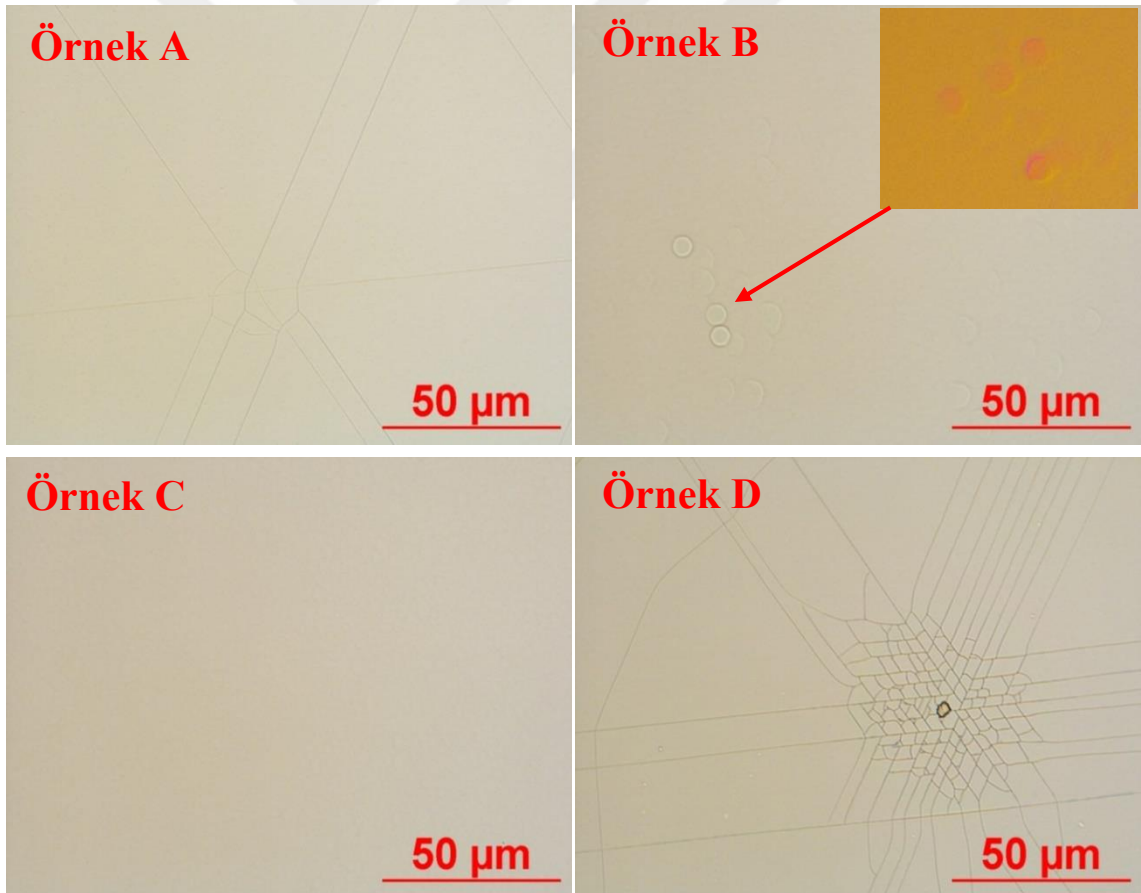


Şekil 3-58 a) safir alttaş üzerine büyütülen 300 nm kalınlığa sahip AlN örneğinin XRD sistemi ile twist açısının belirlenmesi b) AlN kolonlarının safir alttaş üzerinde oluşumunun şematik gösterimi

Yüksek twist açısı, yapıda genişleme stresi doğurur ve bu stres sıkıştırma geriliminini tetikleyerek yapı içerisindeki stresin artmasına neden olur. Bu stres türünü açıklayan model, Sheldon ve arkadaşlarının detaylandığı, sıkıştırma ve genişleme stres mekanizmaları arasındaki rekabeti tanımlar (Sheldon, 2005). Safir alttaş üzerine epitaksiyel olarak büyütülmek istenilen AlN çekirdeklerinin, yüksek örgü uyumsuzluğunu göreceli indirgenmesi AlN çekirdeklerinin safir alttaş yüzeyi üzerinde yaptığı 30°'lik açı ile sonuçlandığından bahsetmiştik. Ayrıca Al ve N öncü atomlarının düşük atomik hareketliliği nedeniyle yanal büyütme oranının çok düşük olması başlangıç çekirdekleri etrafında 40-80 nm büyüklüğünde kolon şeklinde adaların oluşmasıyla sonuçlanır (Stevens, 1994). Dolayısıyla safir alttaş üzerine AlN çekirdeklerinin büyütme sürecinde uyumsuz Volmer-Weber büyütme rejiminden bahsedebiliriz. Oluşan tüm kolonlara safir alttaşın örgü sabitinin AlN başlangıç çekirdeklerinin örgü sabitinden daha büyük olması nedeniyle başlangıçta yapıda oluşan sıkıştırma gerilimidir. Bu sıkıştırma gerilimine ek olarak genişleme geriliminin olduğu evre, birbirinden bağımsız ve uyumsuz kolonların birleşme aşamasında başlar. İki kolonun birleşmesi esnasında her iki kolonda bulunan en yakın iki atom bağ yaparak birleşme işlemi başlar. Bu bağın, kristal AlGaIn yapısında bulunan bağlar gibi düzgün olması gerekmektedir. Fakat, farklı twist açılarında bulunan AlGaIn kolonlarının birleşimi esnasında bağlanma düzgün olmaz. Bu nedenle iki kolon arasındaki bağı düzeltebilmek için kolonlar birbirlerine kuvvet uygulayarak, birbirlerini iterler. Sonuç olarak kolonların kendi içerisindeki sıkıştırma gerilimine ek olarak, kolonları birbiri arasındaki bağlanma bozukluklarından dolayı genişleme gerilimi oluşur. Bu genişleme gerilimi, bireysel kolonlardaki sıkıştırma gerilimini artırarak yapıdaki stres faktörünü artırır. Bu nedenle kolonların birleştirmesini geciktirmek, yapıda oluşan stresi kontrol altına almanın en önemli parametresidir.

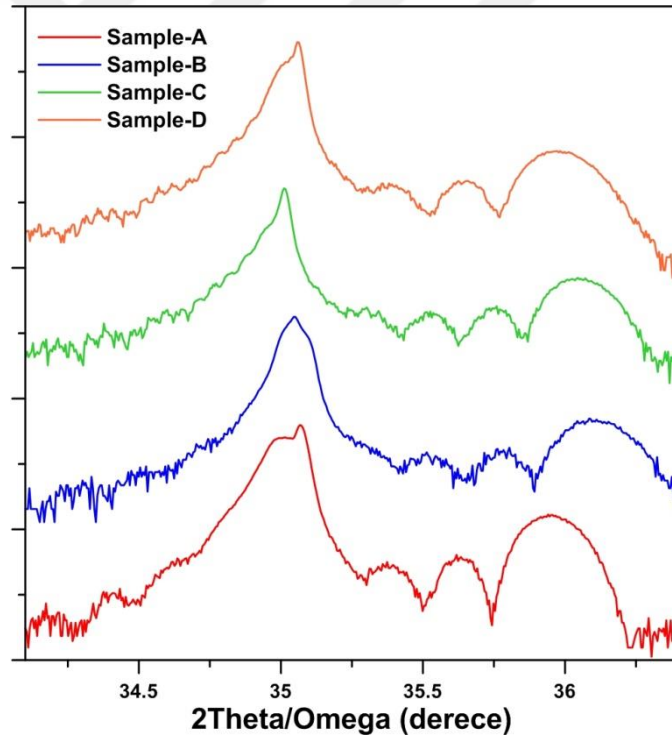
AlGaIn tabakalarının yüzey morfolojisi optik girişim mikroskobu ile araştırıldı. A–D numuneleri için 100X merceği ile çekilen optik girişim mikroskop resimleri Şekil 3-59'da gösterilmiştir. Sabit 1120 °C'de büyütülmüş AlGaIn yapısı için yoğunluğu az olan bir çatlak görülmektedir. AlGaIn büyütme sıcaklığı iki aşamaya ayrılıp, AlGaIn yapılarını düşük sıcaklıkta büyütülerek, AlGaIn üzerindeki stresin azaltıldığı ve çatlak oluşumunun önüne geçildiği Örnek B'nin optik mikroskop görüntüsünden açıkça görülmektedir. Fakat örnek B'de sıcaklığın düşürülmesi ile yüzeydeki atomik göçlerin azalması sonucunda yüzeyde altıgen (hexagonal) şekilde delikler ve tepecik benzeri

morfolojiler görülmektedir. Litaretürde, bu tür hetroepitaksiyel alttaş ile büyütülen malzeme arasında yüksek örgü sabiti uyumsuzluğunda atomik boşlukların bir stres azaltma biçimi olduğu bilinmektedir (Gruber, 2011). Düşük sıcaklıkta büyütülen AlGaN yapısında In yüzey dövme işlemi yapılarak yüzeydeki atomların kinetik enerjileri artırılması sonucunda öncü atomların yüzeyde hareket uzunluğu artırılarak hexagonal delik ve tepelerin önüne geçildiği, Örnek C'nin optik mikroskop görüntülerinden belli olmaktadır. Son olarak düşük sıcaklıkta AlGaN yapısının büyütme parametrelerinden V/III oranı artırılması ile Örnek D'de çatlak oluşumunun yoğunlaştığı görülmektedir. Bu durumun kökeni V/III oranının artırılmasıyla yanıl büyütme oranının artmasıdır. AlN çekirdeklenme kolonları üzerine büyütülen AlGaN kolonlarının daha erken birleşmesi sonucunda, farklı twist'e sahip hexagonal çekirdeklerinin birbirlerine uyumlu hale gelmeden birleşmeye zorlanması, AlGaN tabakası üzerinde ekstra genişleme stresi oluşturarak yapıda çatlakların oluşmasına neden olmuştur.



Şekil 3-59 Kalın AlGaN büyütme çalışmasında elde edilen yüzeylerin optik mikroskop görüntüleri

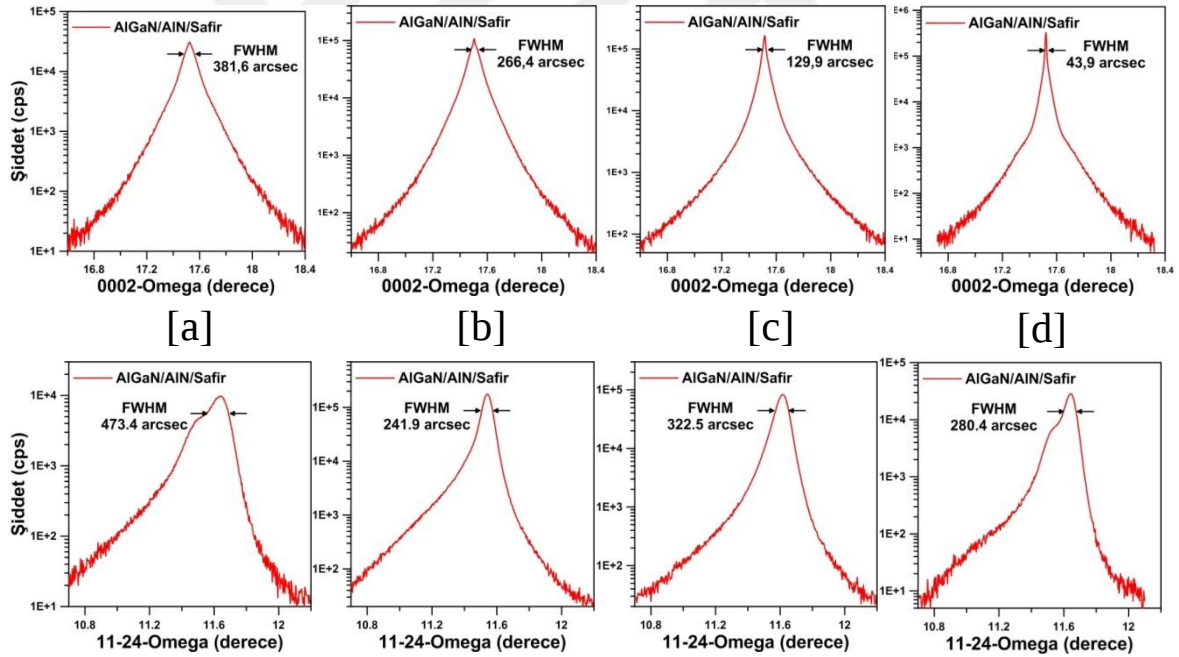
Şekil 3-60, bu çalışmada büyütülen AlGa_N epitaksiyel filmlerin (0002) kristal düzlemine ait yüksek çözünürlüklü XRD 2theta/omega tarama eğrileri gösterilmektedir. Maksimum tepe noktası 35° civarında bulunan pik Al_xGa_{1-x}N epitaksiyel filmlere atfedilirken, yaklaşık 36°'de bulunan pik çekirdeklenme tabakası olan AlN katmanından kaynaklanmaktadır. Optik mikroskop görüntülerinden, çatlaklı olan Örnek A ve Örnek D'de Al_xGa_{1-x}N tabakasına ait pik'de omuz şeklinde farklı Al alaşıma sahip bir Al_xGa_{1-x}N tabakası gözlemlenirken, çatlak oluşmayan Örnek B ve C'de Al_xGa_{1-x}N tabakasında Al bileşiminde bir değişiklik yoktur. Veg-ard yasasına göre, Al_xGa_{1-x}N numunelerindeki Al mol değişimini (x) büyütülen dört Al_xGa_{1-x}N epitaksiyel filmin için yaklaşık olarak 0.49 olarak hesaplanmıştır. Son olarak Pendellösung saçakları, HRXRD tarama sonuçlarından net bir şekilde görülmektedir. Bu, kristalin kalitesinin bir parametresi olan epikatmanlar ve alttaş arasındaki oluşan ara yüzeyin keskin geçişlere sahip olduğunu gösterir.



Şekil 3-60 Büyütülen yapıların XRD taraması sonucunda elde edilen 2Theta/Omega taramaları

AlGa_N epikatmanlarının FWHM (yarı maksimumda tam genişlik) değerleri, (0002) düzleminde yapılan sallantı eğrisi taramalarının fit sonuçlarından sırasıyla örnek A, B, C ve D için 382, 266, 130 ve 44 arcsec olarak elde edilmiştir. Başlangıçta 0002 düzlemine ait FWHM değeri 382 arcsec olan AlGa_N tabakasının, yüksek-düşük sıcaklık

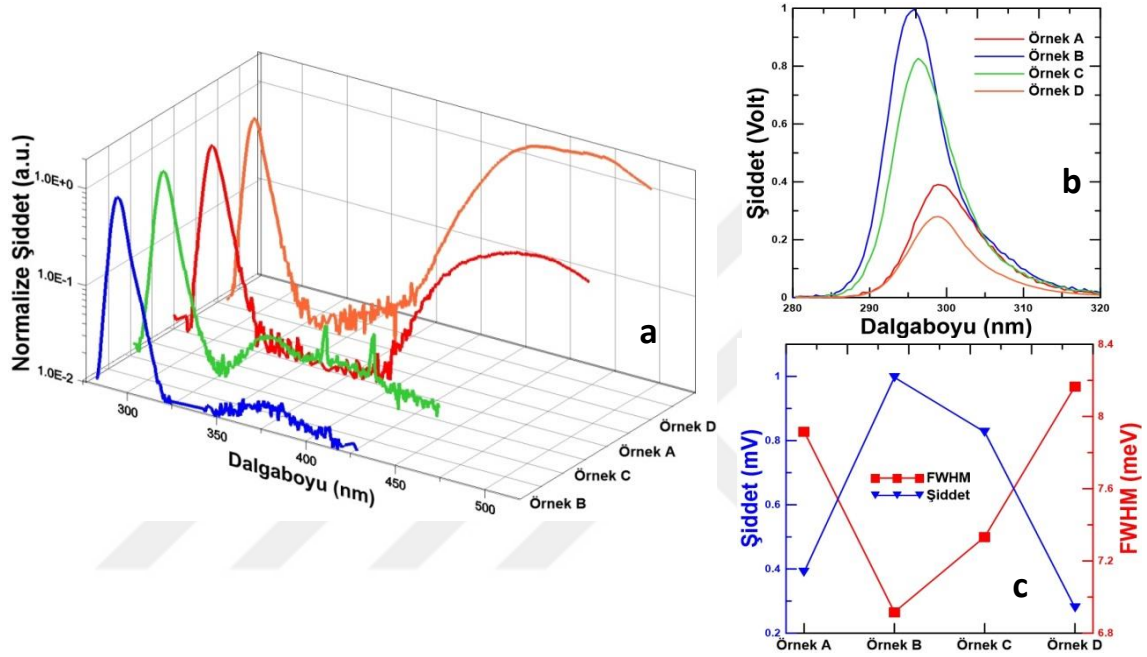
olacak şekilde iki aşama ayrılarak ve ikinci aşamadaki AlGa_N tabakasına TMIn yüzey dövme ve yüksek V/III oranı eklenerek 44 arcsec'a kadar düşürüldü. Buna ek olarak, 2theta/omega taramasında başlangıçta gözükmeyen AlGa_N tabakasına ait Pendellösung saçakları yapılan bu parametre değişiklikleri ile örnek D ve C'de AlGa_N numunesi için net bir şekilde görülmeye başlamıştır. Öte yandan kolonlarının twist açısını yorumlayabileceğimiz bizim için önemli olan (11-24) düzlemine ait asimetrik tarama sonuçlarına bakıldığında sırasıyla örnek A, B, C ve D için 473, 242, 322 ve 280 arcsec olarak elde edilmiştir. Bu sonuçlarla tek aşamada ve yanal büyütme artırılarak erken kolon birleşmesinin gerçekleştiğini düşündüğümüz ve bu nedenle kolonların twist yaparak uyumlu hale gelmesini engellediğimiz A ve D örneklerinde asimetrik pikinin geniş olduğu Şekil 3-61'de görülmektedir. Fakat Örnek B'de asimetrik FWHM değerinin 242 arcsec'a kadar düşmesi ile kolonlar arasındaki twist açılarının, kolonların birleştirilmesi geciktirilerek uyumlu hale geldiği yorumu yapılabilir.



Şekil 3-61 Kalın AlGa_N büyütme çalışmasının simetrik ve asimetrik XRD tarama sonuçları

Şekil 3-62, A–D numuneleri için normalleştirilmiş oda sıcaklığı fotoluminesans spektrumlarını göstermektedir. Yaklaşık 298 nm dalgaboyuna karşılık gelen 4,16 eV civarındaki bant kenarı ışımaya piki AlGa_N yapısına aittir. Tek aşamalı büyütülen örnek A'nın optiksel parametreleri, Örnek B ile iki aşamalı büyütme rejimine geçildiğinde

yaklaşık 2,5 kat artış göstermiştir. Bu durumun esas nedeni yapıdaki stresin azaltılması ve Örnek A'da oluşan çatlakların iki aşamalı büyütme rejimine geçildiğinde oluşmamasıdır. Ayrıca yapılan bu çalışmada safir altaş üzerine NL-AlN tampon tabakası kullanılarak büyütülmek istenilen AlGaN yapısında seçilen büyütme parametreleri ile stresin artması sonucunda çatlakların artması ve bu durumun fotoluminesans ölçümleri sonucunda optiksel parametreleri zayıflattığı açıkça görülmektedir.

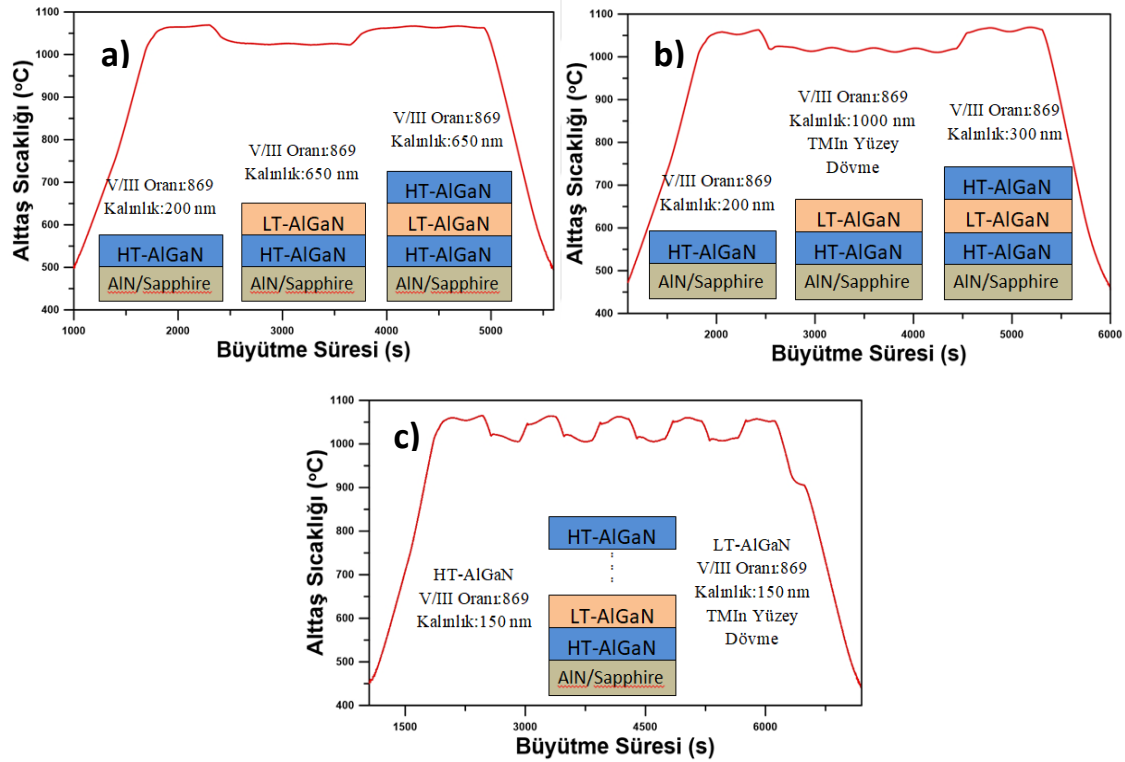


Şekil 3-62 A-D numunelerinin 266 nm dalgalı Q-switch lazeri ile uyarılan ve 270-520 nm aralığında alınan fotoluminesans ölçümü, b) kenar band emisyonları, c) optiksel parametrelerinin kıyaslanması

3.4 Si katkılı AlGaN yapılarının büyütülmesi ve karakterizasyonu

Yüksek elektron enjeksiyonu için kalın n-AlGaN tabakalarının büyümesi, n-AlGaN ve tampon tabaka arasındaki örgü uyumsuzluğu nedeniyle zordur. Farklı örgü sabitlerine sahip AlN yapısı üzerine büyütülen tabakanın, kalınlığı arttıkça gerilmeler artmaktadır ve gerilimi gevşetmek için epitaksiyal tabakanın yüzeyinde çatlaklar başlamaktadır. Çatlaklara ek olarak, atomik boşluklar başka bir stres gevşeme yoludur. Bu durumda büyütülen AlGaN epitaksiyal tabakalarının kusur yoğunluğu 10^{10} cm^{-2} mertebesinde daha yüksek olmaktadır. n-AlGaN epitaksiyal tabakası hem elektronların enjekte edildiği bölge olup hem de ışığın çıktığı bölgeyi (aktif bölge) oluşturan katmana tampon görevi görmektedir. Dolayısıyla n-AlGaN tabakasında oluşan stres ve kusurlar bu aktif

bölgeyi oluşturan tabakaya yansiyacaktır. Bu nedenle n-AlGaN tabakasının optimizasyonu hem iç-dış kuantum verimi hem de enjeksiyon verimi için oldukça önemlidir. Gerilme, kristal yönelimine (Bykhovski, 1993), büyütülen tabakanın kalınlığı ve kimyasal birleşme oranlarına (Khan, 1999) bağlıdır. Litaretürde, stresi önlemek için süper örgü (SL) katmanları (Bykhovski, 1997), düşük sıcaklıklı (LT) AlN ara katmanları (Amano H. , 1998), homoepitaksiyel alttaşlar (X. Hu, 2003) ve polar olmayan alttaşlar ile gerçekleştirilebilir. Bu çalışmada, bir önceki AlGaN çalışması referansında, tüm parametreler sabit tutularak sadece büyütme sıcaklık değerleri farklı kombinasyonlarda yüksek -düşük sıcaklık olacak şekilde n-AlGaN tabakaları büyütülerek düşük stresli, yüksek akım dağılımına sahip kalın n-AlGaN tabakalarının elde edilmesi amaçlandı.



Şekil 3-63 a) nAlGaN-1, b) nAlGaN-2, c) nAlGaN-3 örneklerinin büyütme aşamaları

Bu çalışmada, UV-LED yapısının kontak bölgesini oluşturacak olan Si katkılı n-AlGaN üzerine büyütülen AlN çekirdeklenme hetero-tabakası taban (base) olarak kullanılması ile gerçekleştirildi. Taban olarak kullanılacak olan AlN çekirdeklenme tabakası, CCS MOCVD sisteminin çoklu alttaş büyütme özelliğinden yararlanılarak benzer kusur yoğunluğuna sahip olması için aynı anda büyütüldü. Tipik olarak safir alttaş üzerine büyütülen yaklaşık 40 nm kalınlığa sahip NL-AlN tabakasının XRD sallantı eğrisi

ölçümlerinden elde edilen FWHM değeri (002) omega taraması için 240 arcsec, (103) omega taraması için yaklaşık 1000 arcsec genişliğindedir. Burada, büyütülen n-AlGaN yapılarının büyütme aşamaları Şekil 3-63'de gösterilmiştir. nAlGaN tabakalarının stres oluşumuna bağlı olarak n-tipi $Al_{0.4}Ga_{0.6}N$ tabakalarının araştırmak için üç farklı tasarım büyütülerek karakterize edilmiştir

Her numunede öncelikle NL-AlN büyütme için farklı reaktör parçaları takılarak safir alttaş üzerine yaklaşık 40 nm kalınlığa sahip 3 adet NL-AlN tabakası büyütüldü. Daha sonra reaktör parçaları değiştirilerek n-AlGaN tabakaları için büyütme gerçekleştirildi. İlk olarak her numunede sıcaklık 1070 °C ve V/III oranı 863 olan yaklaşık 200 nm kalınlığa sahip tampon AlGaN tabakaları büyütüldü ve toplam AlGaN tabaka kalınlığı 1500 nm olacak şekilde büyütme gerçekleştirildi. nAlGaN-1 örneğinde tampon tabaka büyütme aşamasından sonra sadece alttaş sıcaklığı değiştirilip 1010 °C düşürülerek n katkı için Si kaynağı açılıp düşük sıcaklıkta (Low Temperature, LT) büyütme gerçekleştirildi. Bu çalışmada kullanılan Si kaynak parametreleri (source: 60 sccm, Dilute: 940 sccm, Inject: 60 sccm, Press: 1800 mbar) her büyütme aşamasında sabit tutuldu. LT-nAlGaN tabaka kalınlığı 650 nm kalınlığa ulaştığında, sıcaklık tekrar 1070 °C'ye çıkarılarak, yüksek sıcaklıkta (High Temperature, HT) 650 nm kalınlığa sahip nAlGaN tabakası büyütülerek büyütme sonlandırıldı. nAlGaN-2 örneğinde tampon AlGaN tabakasından sonra sıcaklık düşürülerek LT-nAlGaN büyütmesi için Si kaynağı ile birlikte In kaynağı açılarak yüzey dövme işlemi gerçekleştirildi. LT-nAlGaN kalınlığı 1000 nm'ye ulaşıldığında, alttaş sıcaklığı tekrar yükseltilerek 1070 °C'de HT-nAlGaN büyütmesi 300 nm kalınlığa gelene kadar sürdürüldü. Son olarak nAlGaN-3 örneğinde nAlGaN-2 büyütme parametreleri referans alınarak LT-nAlGaN 150 nm/HT-nAlGaN 150 nm kalınlığa sahip 5 periyottan oluşan LT-HT-nAlGaN tabakası büyütüldü.

3.4.1 DeneySEL Sonuçlar ve Tartışmalar

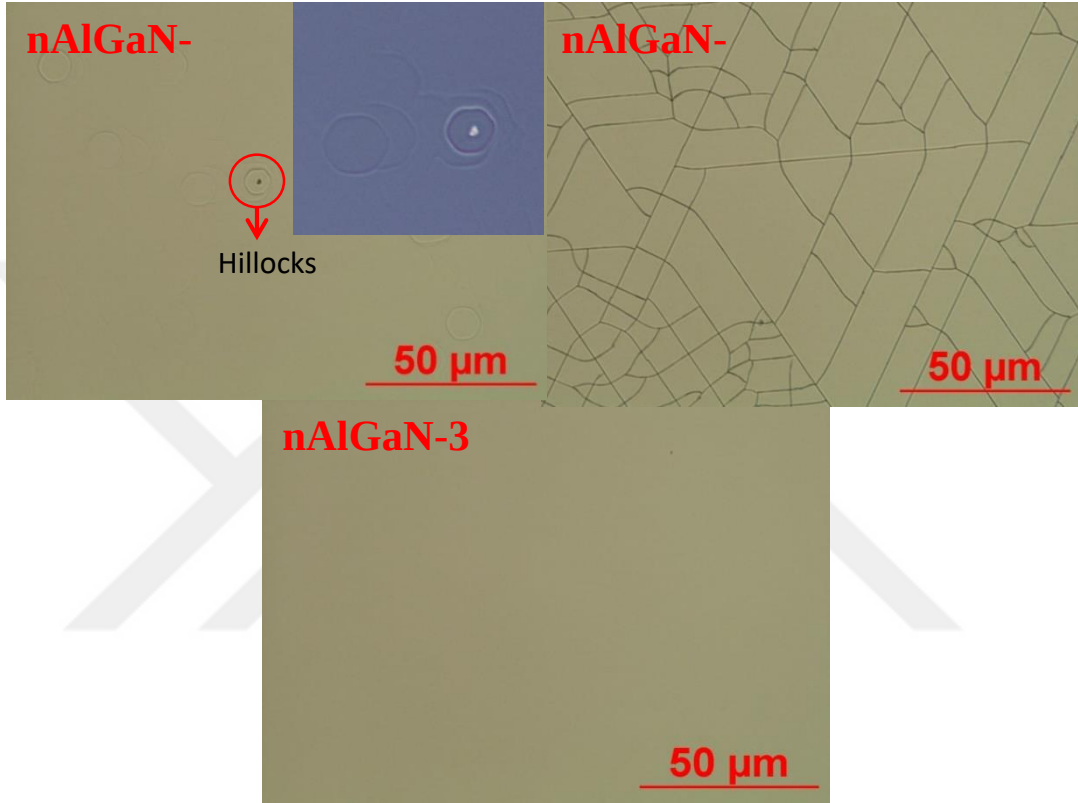
n- katkılama çalışması için kullanılan SiH_4 akışı $1,79E-5$ mol/min'den $2,86 E-4$ mol/min akış aralığında değiştirilerek hedeflenen $3 E18 cm^{-3}$ mertebesindeki katkı oranı $1,61 E-4$ mol/min akış değeri source: 60 sccm, dilute: 940 sccm, inject: 60 sccm ve press: 1800 mbar değerleri kullanılarak elde edildi. Bu çalışma ile belirlenen SiH_4 akış değeri sabit tutularak AlGaN büyütme rejimindeki değişikliğin n- katkılama kinetiğini nasıl değiştirildiği incelenmiştir. Yaklaşık 1,5 μm kalınlığında n-tipi $Al_{0.4}Ga_{0.6}N$ yapısının

geliştirme çalışmaları için önceki yapılan çalışmalardan faydalanarak 3 farklı yapı tasarlandı ve bu tasarlanan yapılar büyütülerek karakterize edildi.

Büyütme sonunda, n-AlGaN örneklerinin yüzey görüntüleri optik mikroskop ile gözlemlendiğinde nAlGaN-1 örneğinde hexagonal yapıda çok sayıda tepe ve çukurların varlığı açıkça görülmektedir. Bu durum başlangıç hexagonal kolonlarının tam olarak birleşmediğinin bir göstergesidir. Bu nedenle nAlGaN-2 örneğinde önceki yapılan büyütme çalışmaları referans alınarak yanal büyütme oranını arttıran parametre olan TMIn yüzey dövme işlemi düşük sıcaklıkta büyütülen AlGaN tabakasında uygulanarak kolonların birleşme olasılıklarının artırılması amaçlanmıştır. Fakat büyütme sonunda optik mikroskop ile yüzey karakterize edildiğinde yüzeyde çatlakların oluştuğu görülmüştür (Şekil 3-64). Bu çatlakların kökeni farklı twist yönelimde olan başlangıç kolonlarının yeterince dönmesine izin verilmeden birleşmeye zorlanması nedeniyle stresin artması ve yapıdaki yüksek stres sonucunda çatlakların oluşmasına neden olduğu düşünülmüştür. nAlGaN-2 örneğinde başlangıç kolonlarının erken birleşmesi sonucu ve nAlGaN-1 örneğinde başlangıç kolonlarının birleşmemesi sonucu göz önünde bulundurularak bu iki büyütme referansında nAlGaN-3 örneği tasarlanmıştır. Bu büyütmede yanal/dikey büyütme oranının yüksek olduğu düşük sıcaklık ve TMIn yüzey dövme ile yanal/dikey büyütme oranının düşük olduğu yüksek sıcaklıklı AlGaN tabakaları 150 nm'lik periyotlarla 5 tekrar olacak şekilde büyütülmüştür. Burada yanal/dikey büyütme oranının yüksek olduğu büyütme süresi 150 nm'lik periyotlarla gerçekleştirilerek kolonların birleşmesi geciktirilip kolonların istenilen derecede dönmesi amaçlandı. Optik mikroskop görüntüsüne bakıldığında hem nAlGaN-1 örneğinde görülen hexagonal tepe ve çukurların hem de nAlGaN-2 örneğinde görülen çatlakların bu büyütme rejimi ile önüne geçildiği görülmüştür.

Daha önce bahsettiğimiz üzere n-AlGaN tabakası hem elektron enjekte edilen bölge olması hem de ışığın çıktığı MQW bölgesi olan aktif bölgeye tampon görevi görmesi nedeniyle hedeflenen katkılama konsantrasyonun paralelinde n-AlGaN tabakasının kristal kalitesini arttırmak yüksek verimli UV-LED'ler için önemlidir. Buna ek olarak, yüksek kristal kaliteli n-tipi katkılanmış AlGaN tabakasının akım dağılımı ve mobilite değerleri artacaktır. Burada üç farklı büyütme şartlarında n-tipi katkılamak istenilen örneklerin, kristal kalitesi HR-XRD sistemi ile belirlendi. Ayrıca yapısal değişimin, elektriksel anlamda yapının karakteristiğini nasıl değiştirdiğini araştırmak için Hall etkisi ölçüm sistemi kullanıldı. Yapılan 2 theta/omega taraması sonucunda tüm nAlGaN

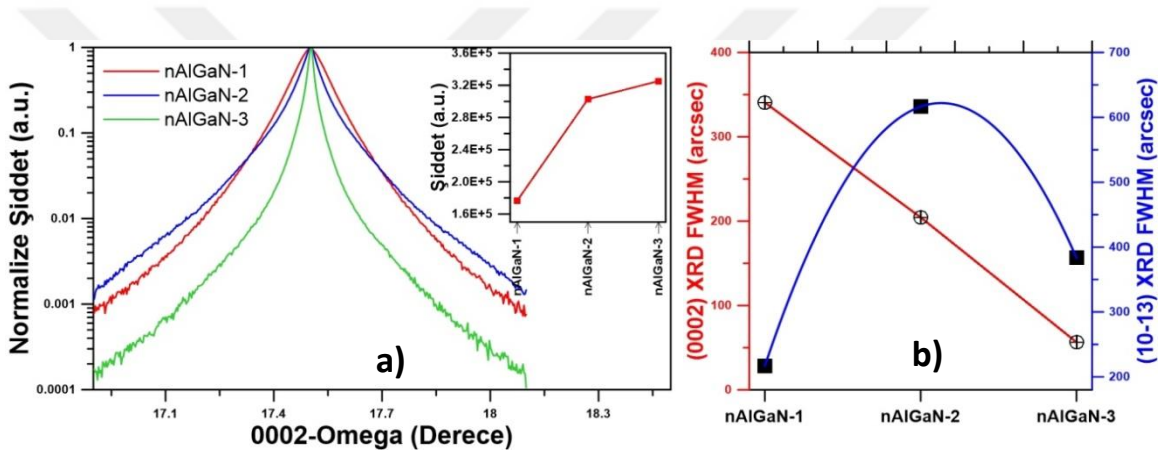
örneklerinde Al alaşım oranı %40 civarında bulunmuştur. nAlGaN-1, nAlGaN-2 ve nAlGaN-3 örneklerinin (002) düzlemine yapılan sallantı eğri taramalarından elde edilen FWHM değerleri sırasıyla 340, 204, 56 arcsec olarak belirlenmiştir. Asimetrik düzlemde kristal kalitesini belirlemek için (103) düzlemine yapılan sallantı eğri taramaları sonucunda elde edilen FWHM değerleri sırası ile 217, 616 ve 383 arcsec olarak elde edilmiştir.



Şekil 3-64 AlGaN örneklerinin Si katkılama çalışmalarında elde edilen optik mikroskop görüntüleri

Optik mikroskop ile elde edilen yüzey görüntülerine yapılan yorumlar, XRD sisteminde yapılan simetrik ve asimetrik ölçüm sonuçlarını desteklemektedir (Şekil 3-65). nAlGaN-1 örneğinde asimetrik ölçüm sonucunun FWHM değerinin diğer örneklerle kıyaslandığında düşük olması, kolonlar arasındaki twist açısını uyumlu hale getirecek parametrede büyütme şartlarının sağlandığı görülmüştür. Bu aşamayı detaylandıracak olursak önceki bölümde de bahsedildiği üzere safir alttaş ve büyütülen NL-AlN tabakası arasında yüksek örgü uyumsuzluğu nedeniyle safir alttaş üzerine büyüyen başlangıç çekirdeklerinin büyümeye farklı twist açılarına sahip kolonlar şeklinde devam etmektedir. Bu kolonlar üzerine büyütülen AlGaN tabakasında kolonların birleşmesi esnasında stresin oluşmaması için kolonların yeterince twist etmesi ve uygun twist açısına sahip kolonların birleştirilmesi sağlanmalıdır. Fakat nAlGaN-1 örneğindeki

asimetrik düzlemde iyileşme simetrik düzlemde kristal kalitesinde kötüleşmeye neden olmuştur. Bu bağlamda istenilen kolon birleştirme süreci gerçekleşmemiştir. nAlGa_N-1 örneğinin karakterizasyonu sonucunda, nAlGa_N-2 örneğinde kolonların birleşme süresinin daha erken olacağı büyütme şartları uygulandı. Bu durumda, kolonların erken birleşmeye zorlanması NL-AlN kolonlarının twist farklılığını giderecek yeterince zaman olmamasından dolayı, asimetrik FWHM değeri kolonların farklı twist açısında birleştiğinden yüksektir. Bu iki örnek referans alınarak tasarlanan nAlGa_N-3 örneğinin asimetrik XRD taramasından hesaplanan FWHM değerleri kıyaslandığında, kolonların twist açısının nAlGa_N-2 örneğine göre daha iyi olduğu ve simetrik düzlemde 56 arcsec gibi düşük FWHM değeri ile yüksek kristal kaliteli bir nAlGa_N yapısı elde edildiği görülmüştür.



Şekil 3-65 Si katkılı AlGa_N çalışmasında, a) 0002-omega ölçüm sonuçları, b) simetrik ve asimetrik FWHM değerleri

Son olarak safir alttaş üzerine buffer NL-AlN kullanılarak büyütülen Si katkılı AlGa_N yapılarının elektriksel karakterizasyonu Hall sistemi ile yapıldı. Tablo 3-13'deki sonuçlar yorumlandığında, nAlGa_N-1 örneğinin düşük sıcaklıkta büyütme şartında büyütülen yapı ve alttaş arasındaki yüksek örgü uyumsuzluğu nedeniyle oluşan stresin düşük sıcaklıkta büyütme aşamasında atomik boşluklar bırakarak stresin azaltıldığı yorumu önceki bölümde yapılmıştı. Litaretürde bilindiği üzere yapı içerisindeki atomik boşlukların, büyütülen yapının elektriksel karakteristiğini kötüye götürdüğü bilinmektedir (tahtamouni, 2008). Bu nedenle nAlGa_N-2 örneğinde düşük sıcaklıklı AlGa_N büyütme aşamasında atomik boşlukların önüne geçebilmek için yüzey kinetiğini arttırmak amacıyla TMIn kaynağı kullanıldı. Fakat TMIn kaynağındaki In atomları öncü atomların göçünü arttırması ile yanal büyütme oranı arttı ve başlangıç kolonları genişleyerek nAlGa_N-1 örneğine göre daha erken birleşti. Bu büyütme şartlarında

kolonlar erken birleşmeye zorlandığı için yapıdaki tensile gerilimi artırarak çatlaklar oluştu. Çatlaklar nedeniyle elektriksel iletim sağlanamadığı için nAlGaIn-2 örneğinin elektriksel karakterizasyonu yapılamadı. Son olarak, nAlGaIn-3 örneğinde stres azaltıcı fakat elektriksel olarak yapıyı kötüye götüren atomik boşlukların varlığını kabul edip, atomik boşluk miktarını azaltabileceğimiz bir formül olan 5 periyottan oluşan düşük-yüksek sıcaklık parametrelerinde Si katkılı AlGaIn yapısı büyütüldü. Sonuçlardan görüldüğü üzere bu çalışmada en iyi elektriksel sonuç nAlGaIn-3 örneğinde bulundu.

Tablo 3-13 Si katkılı AlGaIn örneklerinin elektriksel karakterizasyon sonuçları

Örnekler	SiH ₄ (μmol/min)	002_Omega (FWHM,arsec)	103_Omega (FWHM,arsec)	Yüzey	Bulk Taşıyıcı Konsantrasyonu (cm ⁻³)	Mobility (cm ² /V.s)	Resistivity (mΩ.cm)	Yüzey Direnci (Ω)
nAlGaIn-1	160	340	217	Hilock	3,00E+18	62,7	33	878
nAlGaIn-2	160	204	616	Çatlak	-	-	-	4931
nAlGaIn-3	160	56	383	Pürüzsüz	2,80E+18	110,6	12	684

3.5 Al(In)GaIn/GaN Çoklu Kuantum Kuyu Büyütülmesi ve Karakterizasyonu

Hem kendiliğinden hem de piezoelektrik polarizasyondan kaynaklanan güçlü iç elektrik alanların oluşmasından dolayı yüksek iç kuantum verimi (Internal Quantum Efficiency, IQE) için UV-LED yapılarında, aktif bölgeyi oluşturan çoklu kuantum kuyunun (Multi Quantum Well, MQW) tasarlanması en önemli zorlukların başında gelir (Thonke, 2007). Polarizasyondan dolayı oluşan yüksek iç elektrik alan ile her ne kadar yüksek elektron mobiliteli transistörlerin dizaynı (Sohel, APRIL 2019) ve polarizasyon kaynaklı aktif taşıyıcı sayılarının artırılması ile enjeksiyon verimini artırılması sağlansa da (Li B. , 2012), ışık yayan cihazlar (LED'ler) ve lazer diyotlar (LD'ler) gibi optoelektronik cihazların aktif bölgesinde verimin düşmesine neden olabilir. UV-LED'lerin aktif bölgesi, seçilen dalga boyuna göre, AlGaIn/AlGaIn, GaIn/AlGaIn veya InGaIn/(Al)GaIn çoklu kuantum kuyu (MQW) yapılarından oluşur. Kuantum kuyu ve bariyer arasındaki alaşım farklılıkları nedeniyle oluşan örgü uyumsuzlukları, kuantum bölgesinde güçlü bir piezoelektrik alana neden olur. İletim ve valans bandındaki, elektron ve deşik dalga fonksiyonlarının uzaysal olarak ayrılmasına neden olan bu duruma kuantum Stark etkisi (QCSE) adı verilir. İletim ve valans bandındaki dalga fonksiyonunun örtüşmesinin azalması, daha düşük bir taşıyıcı rekombinasyonu olasılığı demektir ve rekombinasyon olasılığının azalması, MQW bölgesinde aktif taşıyıcı

yoğunluğunun artmasına yol açar. MQW bölgesinde sınırlanan aktif taşıyıcı yoğunluğunun sayısı arttıkça, taşıyıcıların büyük bir kısmı ışımsal olmayan Auger rekombinasyon yoluyla yeniden birleşerek iç kuantum veriminin azalmasına neden olur (Miller, 1984). Ek olarak, bilindiği gibi taşıyıcıları kuantum kuyu bölgesinde sınırlandırmadaki en önemli parametrelerden biri kuantum bariyerinin potansiyel yüksekliğidir. Bu durum kuantum kuyu ve bariyerlerin yüksek alaşım oranındaki farklılıklarla sağlanır. Fakat alaşım oranındaki yüksek farklılık, polarizasyonla oluşan iç elektrik alanın artmasına ve dolayısıyla taşıyıcı dalga fonksiyonlarının ayrılmasına neden olur. Bu nedenle MQW bölgesinin kalınlık ve potansiyel bariyer tasarımı yüksek iç kuantum verimleri için oldukça önemlidir.

Wurtzite kristal yapısında, kendiliğinden ve piezoelektrik polarizasyon alanları, kristal kusurları, hexagonal sentrosimetrik olmayan yapısı, iyonik bağ ve gerinim varlığından kaynaklanır. Üst üste büyütülen iki heteroyapı arasında örgü uyumsuzluğu nedeniyle oluşan tensile veya compressive gerilmeler sonucunda ara yüzeyde pozitif(negatif) iyonlar oluşur. Öte yandan relax büyüyen diğer örneğin ara yüzeyinde, stresli örneğin pozitif(negatif) iyonların varlığından dolayı negatif (pozitif) iyonlar birikir. Arayüzeydeki negatif pozitif iyonların varlığından dolayı iç elektrik alan oluşur. Al(Ga)-polar filmlerde kendiliğinden polarizasyon büyüme yönüne (pozitif z yönü) paraleldir. Öte yandan, N-polar filmlerde, büyüme yönüne antiparaleldir. Piezoelektrik polarizasyon alanı tasarladığınız yapıda, dikkate alınması gereken başka bir olgudur. Bu iç elektrik alan yapıda oluşan gerinim streslerinden kaynaklanır ve aşağıdaki gibi tanımlanır:

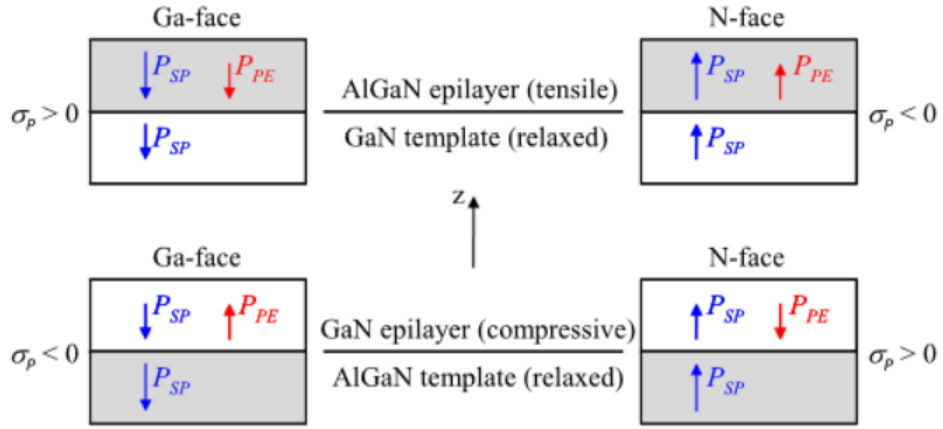
$$P_{PE} = \mp 2\epsilon_{xx} \left(e_{31} - e_{33} \frac{C_{13}}{C_{33}} \right) \quad [3-8]$$

$$\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy} = \frac{a - a_0}{a_0}, \quad \epsilon_{zz} = -2 \frac{C_{13}}{C_{33}} \epsilon_{xx} \quad [3-9]$$

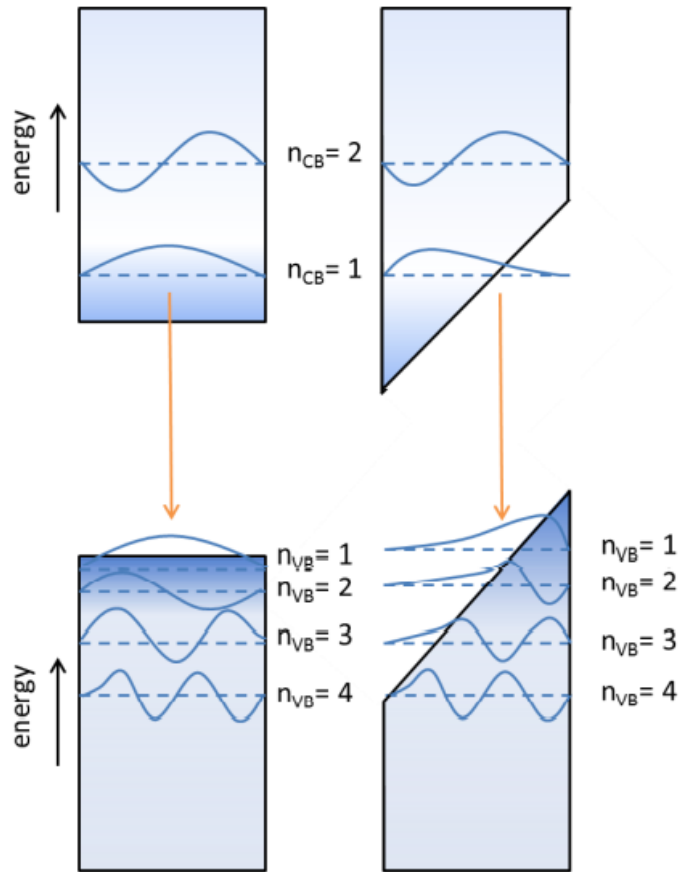
a , a_0 , C_{13} ve C_{33} , sırası ile in-plane düzlemdeki dengede ve gerinim altında örgü sabitleri ve ilgili malzemenin elastik sabit değerleridir. Yapının polaritesine bağlı olarak bir artı veya eksi işareti ifadede yer alır. Al(Ga) polar büyüme rejiminde Piezoelektrik polarizasyon ifadesinde işaret negatif iken N polaritede işaret artıdır.

Tasarlanan çoklu kuantum kuyusunda polarizasyon alanının normal bileşenindeki değişiklikler, kuantum kuyu ve bariyer arasındaki örgü uyumsuzluğundan dolayı yapıda oluşan stres ile orantılıdır. ($\sigma_P = -\Delta P$) Bu durum hetero-arayüzlerde sabit yüklerin

oluşumuna ve bunun sonucunda oluşan iç elektrik alan nedeniyle bandın bükülmesine neden olur (Şekil 3-67).



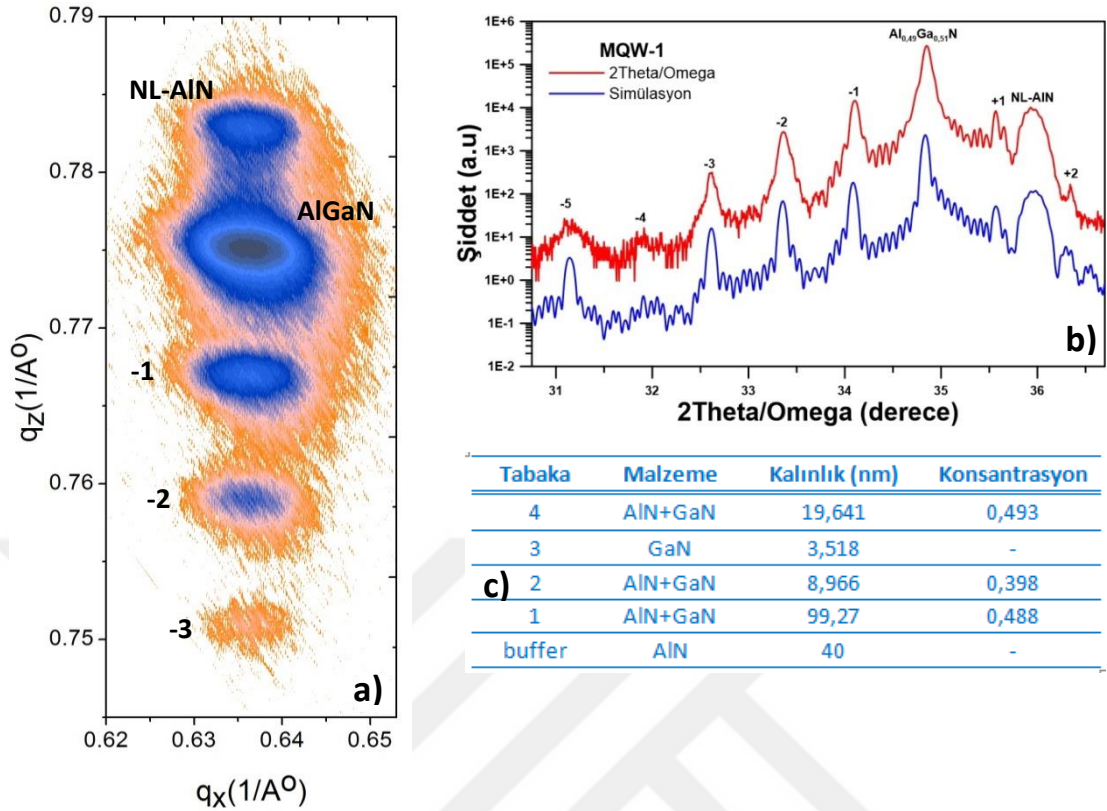
Şekil 3-66 GaN ve AlGaIn yapılarında yük dağılımı sonucunda kendiliğinden ve piezoelektrik polarizasyonun doğrultuları (Paiella, 2017)



Şekil 3-67 Kuantum kuyusunun elektronik bant yapısı ve kuantum stark etkisi ile elektron ve delik dalga fonksiyonlarının uzamsal ayrımı (Priante, 2019).

3.5.1 Deneysel Metod ve Karakterizasyon Sonuçları

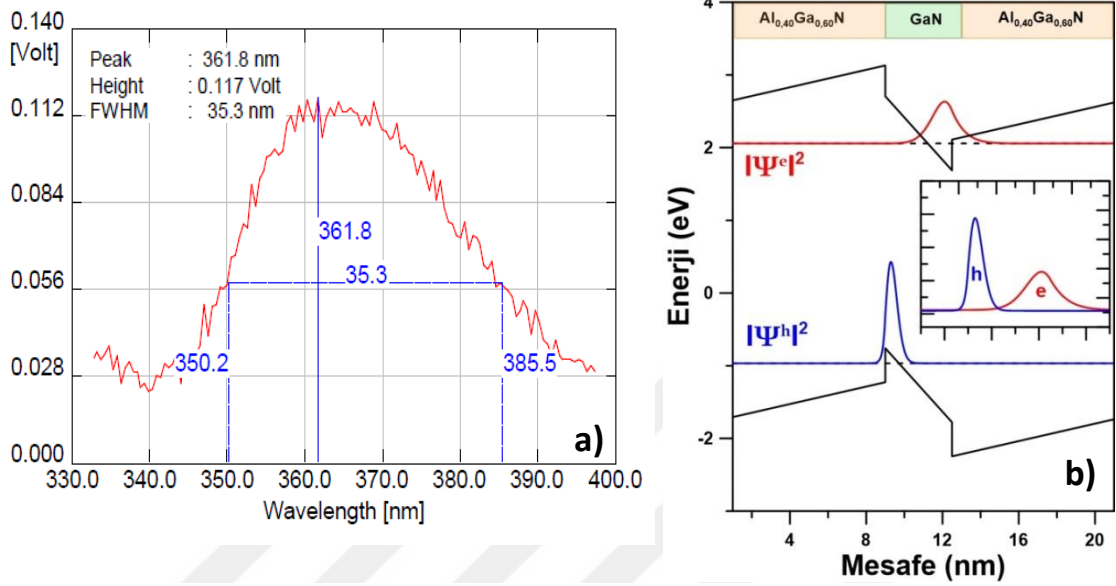
Al(In)Ga_N/Ga_N çoklu kuantum tabakalarının büyütme işlemleri, dikey akışlı CCS MOCVD sistemi kullanılarak gerçekleştirildi. Kaynak materyaller olarak trimetilgalyum (TMGa), Trietilgalyum (TEGa), Trimetilindium (TMIn), Trimetilalüminyum (TMAI) ve amonyak (NH₃) kaynakları kullanıldı. Önceden büyütülen yaklaşık 40 nm kalınlığa sahip AlN çekirdeklenme tabakası üzerine 100 nm kalınlığına sahip yaklaşık $3 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ taşıyıcı yoğunluğu ve %49 Al alaşım oranına sahip AlGa_N tabakası, daha sonra tasarlanan 10 tekrardan oluşan MQW yapıları, en son optik kazanım için yaklaşık 20 nm kalınlığına sahip Al_{0,42}Ga_{0,58}N kılıf tabakası büyütüldü. Bu çalışmada referans olacak başlangıç tasarım 3,5 nm kalınlığında Ga_N tabakasının oluşturduğu KK (Kuantum Kuyu), 9 nm kalınlığında Al_{0,40}Ga_{0,60}N tabakasının oluşturduğu KB (Kuantum Bariyer) kuantum stark etkilerini görebileceğimiz geleneksel standart yapı büyütüldü. AlGa_N/Ga_N tabakalarındaki yüksek kendiliğinden polarizasyon alanları elektron-deşik dalga fonksiyonlarının örtüşmemesine neden olur. Bu nedenle kendiliğinden polarizasyon etkisinin azaltılacağı veya önüne geçileceği tasarımların yapılması önemlidir. Teoride, InAlN-AlGa_N çoklu kuantum kuyuları (multi quantum well, MQW) UV-A bölgesi için c-düzleminde polarizasyonsuz aktif bölgeler oluşturularak yüksek iç kuantum verimine sahip aktif bölgeler üretilebilir (Amano H. , 2020). Bu nedenle ışıma şiddetini arttırabilmek için ikinci tasarımımda KK tabakası olarak 2,5 nm In_{0,1}Al_{0,1}Ga_{0,8}N, KB tabakası olarak 3 nm Al_{0,3}Ga_{0,7}N yapıları kullanıldı. Bu yapının büyütülmesi In atomlarının getirdiği büyütme zorluğu nedeniyle diğer büyütme çalışmalarına göre daha düşük sıcaklıkta büyütüldü. MQW-3 tasarımımda elektron deşik dalga fonksiyonlarının üst üste binme olasılıklarının arttırabilmek için klasik yöntem olan kuantum kuyu kalınlığının düşürülme işlemi gerçekleştirildi (Hirayama H. , 2002). Bunun için MQW-1 reçetesi referans alınarak KK tabaka kalınlığı 3,5 nm'den 1,5 nm'ye düşürüldü. Son olarak, MQW-1 reçetesindeki KB aşaması değiştirilmeden, KK bölgesi 3,5 nm Ga_N tabakası yerine 1 nm kalınlığına sahip Al_{0,2}Ga_{0,8}N tabakaları arasına sandviçlenmiş 0,5 nm kalınlığında ultra ince (2 monolayer) delta-Ga_N tabakası büyütüldü. Bu yeni tasarımla KK bölgesinde minimum enerji durumları merkeze alınarak elektron ve deşik durum yoğunlukları KK merkezinde daha fazla yoğunlaşacağından, yapıda minimum enerjiye sahip delta-Ga_N tabakası merkezinde elektron-deşik dalga fonksiyonlarının örtüşmesinin artırılması planlandı. (Liu, 2020).



Şekil 3-68 MQW-1 yapısının XRD tarama sonuçları a) (11-24) düzlemine yapılan RSM taraması, b) (0002) düzlemine yapılan 2-theta/omega taraması ve tarama sonucuna yapılan fit, c) fit sonuçları

Şekil 3-68’de UV-LED yapısının aktif bölgesini oluşturacak olan MQW bölgesinin başlangıç dizaynının büyütülmesi sonucunda (0002) düzlemine yapılan simetrik $w - 2\theta$ tarama sonuçları gösterilmektedir. HRXRD ölçümü sonucundan FWHM dar, şiddeti yüksek süper örgü tepe noktalarının varlığı MQW bölgesini oluşturan kuantum kuyu (KK) ve kuantum bariyer (KB) periyodik yapısının keskin arayüzeye sahip olduğunu gösterir. Ek olarak, HRXRD tarama sonucundan alttaş üzerine büyütülen yapının Pendellösung saçakları net bir şekilde görülmektedir. Bu tarama sonucu KK ve KB tabakalarının kaliteli büyüdüğünü ve oldukça gelişmiş arayüzeylerinin olduğunu gösterir. HRXRD sonucuna Global fit programı kullanılarak yapılan fit sonucunda 10 tekrarlı büyütülen KK ve KB kalınlıklarının sırası ile yaklaşık 3,5 nm/9 nm olarak ve KB tabakasının $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ Al alaşım oranını $x=0,405$ olarak hesaplandı. AlGaIn/GaN MQW yapısındaki mozaik yapıyı ve stres-gerinim fenomenlerini belirlemek için MQW yapısının (11-24) düzlemine Ters Uzay Haritalaması (Reciprocal Space Mapping, RSM) yapıldı. Taramalar sonucunda elde edilen datalar q_x , q_z ters uzay eksenlerine

dönüştürülmesi ile elde edilen RSM sonucu Şekil 3-68-a’da gösterilmiştir. RSM sonucunda NL-AlN, nAlGaIn ve MQW süperörgü piklerinin tepe noktalarının sıralaması bu tabakalar arasında psödomorfik büyütmenin gerçekleştiğini gösterir. Ancak (110) in-plane q_x düzlemde, (004) out-plane q_z düzlemine göre daha geniş olması yapıda in-plane düzleminde yoğun bir stresin olduğunu açıkça göstermektedir.



Şekil 3-69 a) MQW-1 yapısının PL sonucu, b) yapılan simülasyon sonucunda dalga fonksiyonlarının ayrılması

MQW-1 örneğine ait fotoluminesans ölçüm sonucu Şekil 3-69-a’da görülmektedir. Burada 361 nm civarında çıkan pik GaN kuantum kuyusunun bant kenarına aittir. HRXRD ölçüm sonucunda süperörgü piklerinin FWHM değerlerinin keskin olması ve kalınlık fringlerinin görünmesi epitaksiyel olarak arayüzey ve kristal kalitesi yüksek olduğu çoklu kuantum kuyu yapısının büyütüldüğünün göstergesidir. Böyle bir kristal yapının PL ölçüm sonucunda bant kenar ışınım şiddetinin yüksek olması ve ışıma pikinin FWHM değerinin düşük olması beklenir. Fakat beklenenin aksine ölçüm sonucunda elde edilen bant kenarı ışınım şiddetinin oldukça düşük olduğu ve pik şiddetinin FWHM değerinin yüksek olduğu görülmektedir. Bu çelişkili sonucun sebebi yapıda oluşan kendiliğinden ve piezoelektrik polarizasyon etkileridir. 3.5 nm kalınlığına sahip GaN KK yapısı, 9 nm kalınlığına sahip Al_{0.4}Ga_{0.6}N KB yapısının enerji bant dizilimleri ve temel durum dalga fonksiyonları Şekil 3-69-b’de gösterilmektedir. Yapılan simülasyon sonucunda önerilen MQW-1 yapısında elektron ve deşik dalga fonksiyonlarının iç polarizasyon etkilerinden dolayı ayrıldığı görülmektedir. Yapılan tasarımda kuantum kuyu kalınlığı 3,5 nm olduğunda %3,11’lik küçük bir elektron-deşik

dalga fonksiyonu örtüşmesine (Γ_{e-hh}) yol açar. Elektron-deşik dalga fonksiyonu örtüşmesinin oldukça düşük olması deneysel olarak fotoluminesans ölçümünde MQW-1 yapısının optiksel anlamda kötü sonuçlar türetmesini açıklamaktadır. Bu nedenle bu çalışmada çoklu kuantum kuyusunda oluşan kendiliğinden ve piezoelektrik polarizasyon etkilerini minimize edebileceğimiz 3 farklı tasarımın nextnano programı kullanılarak simülasyonu yapıp elde edilen yapılar büyütülerek karakterize edildi.

Bu çalışmalar esnasında, nextnano yazılımı kullanılarak tasarlanan yapıların gerinim dağılımı, band diyagramı ve elektron-deşik durum yoğunluklarının simülasyonları gerçekleştirildi. Yazılım, kendiliğinden ve piezoelektrik polarizasyonun varlığını hesaba katarak tasarım üzerinde kuantum mekaniksel ve yarı klasik işlemler yapıp Schrödinger ve Poisson denklemlerini çözer. Bu çalışma sırasında, c-düzleminde heteroyapıları modellemek için 1 boyutlu yaklaşım kullanıldı. Bu modelleme için kullanılan parametreler Tablo 3-14’de verilmiştir.

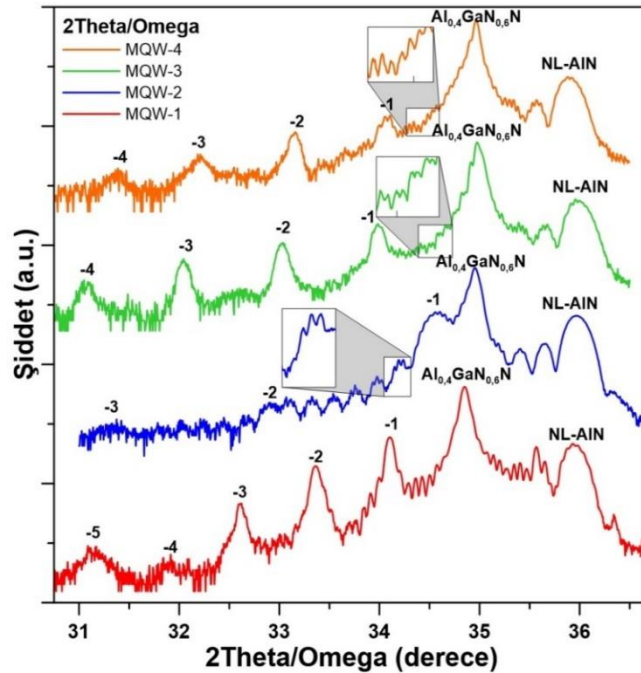
Tablo 3-14 Nextnano programında kullanılan metaryal parametreleri (Ajay, 2018)

Parametre (birim)		GaN	AlN
Örgü Sabiti (nm)	a	0,3189	0,3112
	c	0,5185	0,4982
Kendiliğinden polarizasyon (C.m ⁻²)		-0,029	-0,081
Piezoelektrik sabitleri (C.m ⁻²)	e ₁₃	-0,49	-0,6
	e ₃₃	0,73	1,46
Elastik sabitler (GPa)	C ₁₁	390	396
	C ₁₂	145	140
	C ₁₃	106	108
	C ₃₃	398	373
	A ₁	-5,947	-3,991
Luttinger parametreleri	A ₂	-0,528	-0,311
	A ₃	5,414	3,671
	A ₄	-2,512	-1,147
	A ₅	-2,510	-1,329
	A ₆	-3,202	-1,952
	A ₇	0	0
	E _p (eV)	14	17,3
	E _p [⊥] (eV)	14	16,3
Deformasyon potansiyelleri (eV)	a _{c1}	-4,6	-4,5

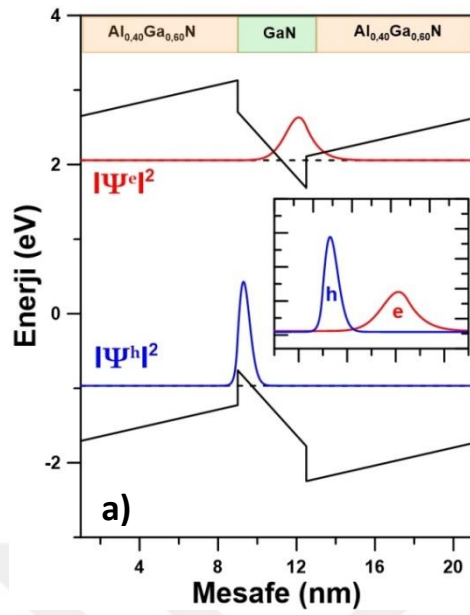
a_{c2}	-4,6	-4,5
D_1	-1,70	-2,89
D_2	6,30	4,89
D_3	8,00	7,78
D_4	-4,00	-3,89
D_5	-4,00	-3,34
D_6	-5,66	-3,94

Band offset (eV)	1,8
------------------	-----

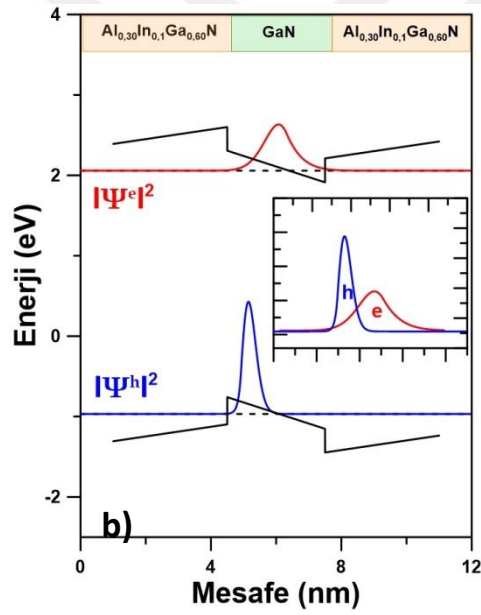
Nextnano programı kullanılarak yapılacak olan simülasyonlarda Tablo 3-14’de verilen parametrelere ek olarak gerekli olan çoklu kuantum kuyuyu oluşturan yapıların kalınlıkları ve alaşım oranları tayini için büyütülen yapıların XRD taramaları yapıldı. Tüm örneklerin XRD tarama sonucuna, global fit programı kullanılarak simülasyonları yapılarak büyütülen çoklu kuantum yapılarının kalınlık ve alaşım oranları belirlendi. XRD taramaları yorumlandığında (Şekil 3-70), büyütülen yapıların arayüzey kalitesinin göstergesi olan Pendellösung saçakları tarama sonucunda net bir şekilde görülmektedir. Fakat süper örgü piklerinin şiddeti ve FWHM değeri MQW-1 örneği ile kıyaslandığında, kendiliğinden ve piezoelektrik polarizasyonun varlığını minimize etmek için tasarımda çoklu kuantum kuyusunu periyodikliğini oluşturan yapıların, kalınlıkları ve alaşımları değiştirildiğinde süperörgü piklerinin FWHM değeri artmış ve şiddeti düşmüştür. Sonuç olarak elde edilen tüm parametreler Şekil 3-71’de gösterilmiştir.



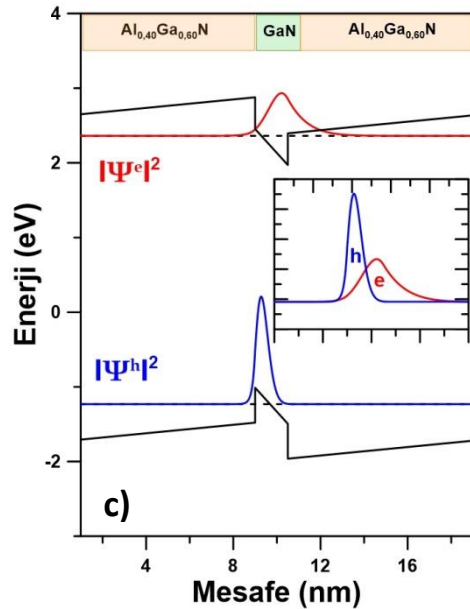
Şekil 3-70 Çoklu Kuantum Kuyu çalışmasında (0002) düzlemine ait 2-theta/omega tarama sonuçları



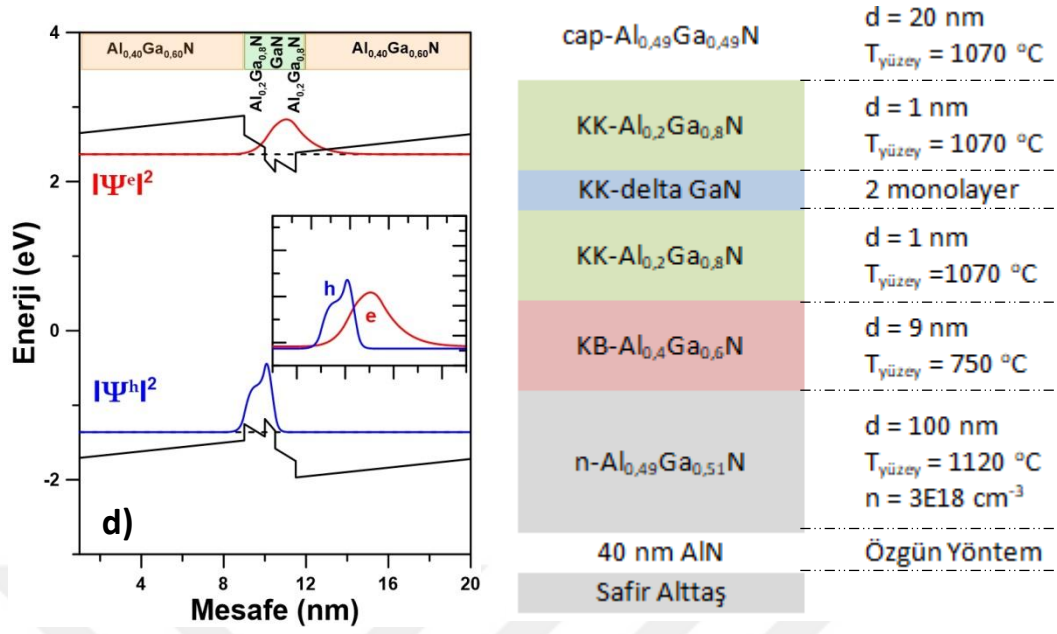
cap-Al _{0.49} Ga _{0.51} N	d = 20 nm T _{yüzey} = 1070 °C
KK-GaN	d = 3,5 nm T _{yüzey} = 1070 °C
KB-Al _{0.4} Ga _{0.6} N	d = 9 nm T _{yüzey} = 1070 °C
n-Al _{0.49} Ga _{0.51} N	d = 100 nm T _{yüzey} = 1120 °C n = 3E18 cm ⁻³
40 nm AlN	Özgün Yöntem
Safir Alttaş	



cap-Al _{0.3} Ga _{0.7} N	d = 20 nm T _{yüzey} = 850 °C
KK-GaN	d = 3 nm T _{yüzey} = 850 °C
KB-Al _{0.3} In _{0.1} Ga _{0.6} N	d = 3,5 nm T _{yüzey} = 750 °C
n-Al _{0.49} Ga _{0.51} N	d = 100 nm T _{yüzey} = 1120 °C n = 3E18 cm ⁻³
40 nm AlN	Özgün Yöntem
Safir Alttaş	



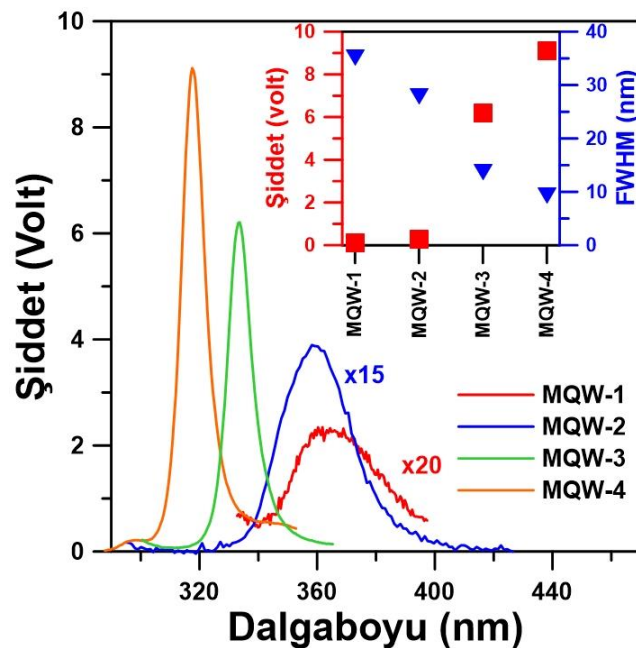
cap-Al _{0.49} Ga _{0.51} N	d = 20 nm T _{yüzey} = 1070 °C
KK-GaN	d = 1,5 nm T _{yüzey} = 1070 °C
KB-Al _{0.4} Ga _{0.6} N	d = 9 nm T _{yüzey} = 1070 °C
n-Al _{0.49} Ga _{0.51} N	d = 100 nm T _{yüzey} = 1120 °C n = 3E18 cm ⁻³
40 nm AlN	Özgün Yöntem
Safir Alttaş	



Şekil 3-71 a) MQW-1, b) MQW-2, c) MQW-3, d) MQW-4 numune yapılarının şematik gösterimi ve nextnano programı yardımıyla yapılan simülasyon sonuçları

Al(In)GaN/GaN çoklu kuantum kuyu yapılarının optiksel özelliklerini incelemekten önce büyütülen tabakaların HRXRD sistemi ile yapısal karakteristikleri yapılarak elde edilen parametreler ile nextnano programı yardımıyla temel band durumlarının simülasyonları yapıldı. Simülasyon sonucunda, MQW-1 referans örneğinin yapıda stres nedeniyle oluşan yüksek polarizasyon etkileri nedeniyle iç elektrik alanın oluşması, temel durum elektron ve deşik dalga fonksiyonlarının büyük ölçüde ayrıldığı açıktır. Sonuç olarak, teorik hesaplamalar sonucunda %3,11'lik elektron-deşik dalga fonksiyonu örtüşmesi (Γ_{e-hh}) gerçekleşti. Bu teorik sonucun deneysel doğrulanması, MQW-1 örneğinin fotoluminesans ölçümünden elde edilen optik sonuçların kötü karakterisitik göstermesiyle ispatlandı. Büyütülen çoklu kuantum kuyu yapılarında optik ışıma şiddetinin artması UV-LED yüksek verimi için önemli parametrelerin başında gelir. Bu nedenle bu bölgede optiksel ışıma şiddetini arttırmak için önerilen ikinci çoklu kuantum tasarımında hem düşük sıcaklıkta büyütülerek stres etkilerinin azalması hem de polarizasyon etkilerini düşürdüğü bilinen In atomlarının KB yapısında TMIn kaynağı kullanılarak iç elektrik alan nedeniyle band bükülmesi minimize edilmesi istendi. Büyütülen MQW-2 yapısını yapısal analizi elde edilen sonuçlarla temel band durumu simülasyonu yapıldığında, Γ_{e-hh} %26,57 olduğu bulundu. Teorikteki bu artış deneysel sonuçlara yansması iki çoklu kuantum kuyusunun

kenar band ışıma şiddeti kıyaslandığında 0,1172 volt'dan 0,2596 volt'a çıkarak yaklaşık 2,2 kat arttığı gözlemlenmiştir. Fakat, teorikte örtüşme (Γ_{e-hh}) miktarının 8,5 kat artması ile optiksel karakterizasyonda beklentiler yüksekti. Beklentilerin karşılanmamasının nedeni bu tasarımda stres faktörünü azaltabilmek için düşük sıcaklıkta büyütülen yapıda, düşük sıcaklık nedeniyle NH_3 kaynağının düşük piroliz olması, yapıda N boşluklarının fazla olmasına neden olur. Bu durumun, optik verim beklentilerinin karşılanmama nedeni olabileceği düşünülmektedir. MQW-3 yapısında MQW-1 yapısı referans alınarak sadece KK bölgesinin kalınlığı 3,5 nm'den, 1,5 nm'ye düşürüldü. Burada, polarizasyonun varlığını kabul ederek iç elektrik alan nedeniyle bükülen band'ta alan daraltılarak elektron-deşik örtüşme olasılığının artırılması amaçlandı. Bu durumda %3,11 olan örtüşme oranı (Γ_{e-hh}) kuantum kuyu kalınlığı 1,5 nm'ye düşürülerek %34,55'e çıkarıldı. Fotolümenisans ölçüm sonucu referans örneği ile kıyaslandığında kenar band ışıma şiddeti yaklaşık 60 kat artarak 6,209 volt'a yükselirken, FWHM değeri 13,8 nm'ye kadar düştü. Son tasarımda elektron-deşik temel durumda bulunma olasılıklarının KK bölgesinin merkezine yoğunlaştıracağımız 1nm- $\text{Al}_{0,20}\text{Ga}_{0,80}\text{N}/2_{\text{monolayer-GaN}}/1\text{nm-Al}_{0,20}\text{Ga}_{0,80}\text{N}$ tasarımı KB bölgesindeki tasarım değiştirilmeden yapıya eklenmesi önerildi. Bu son tasarımla, ÇKK çalışmasında önerilen tasarımlar arasında en yüksek örtüşme olasılığı olan %43,27 değeri simülasyon sonucunda belirlendi. Elde edilen fotolüminesans ölçümü sonucunda bu çalışmada en iyi optiksel sonuç olan kenar band ışıma şiddeti 9,116 volt ve FWHM 9,4 nm değerleriyle bu tasarımda elde edildi.



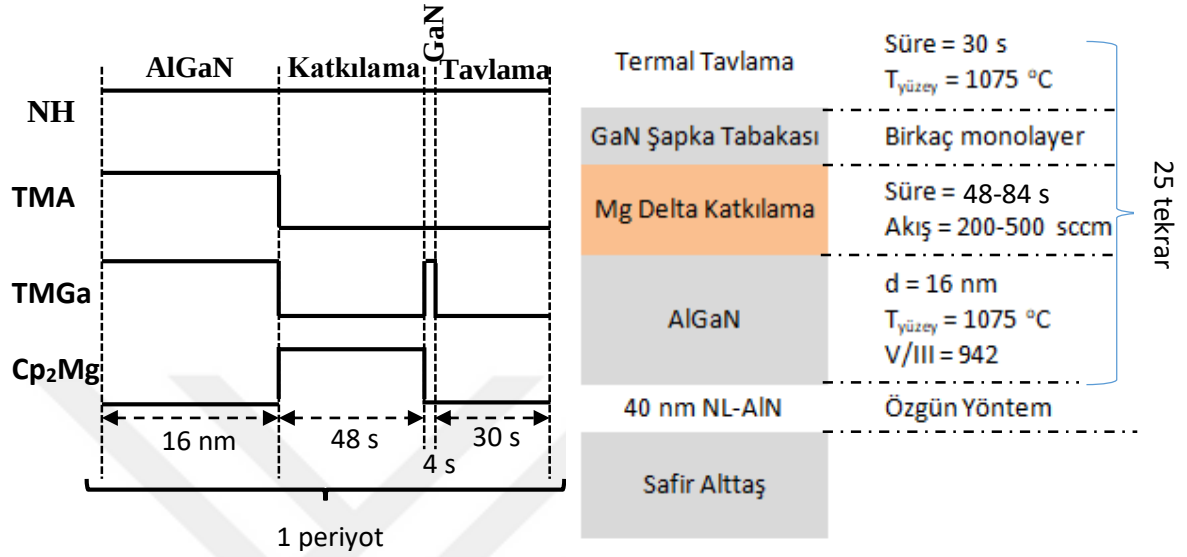
Şekil 3-72 Çoklu Kuantum Kuyu çalışmasında fotolüminesans ölçüm sonuçları

3.6 Mg Katkılı AlGaN Yapılarının Büyütülmesi ve Karakterizasyonu

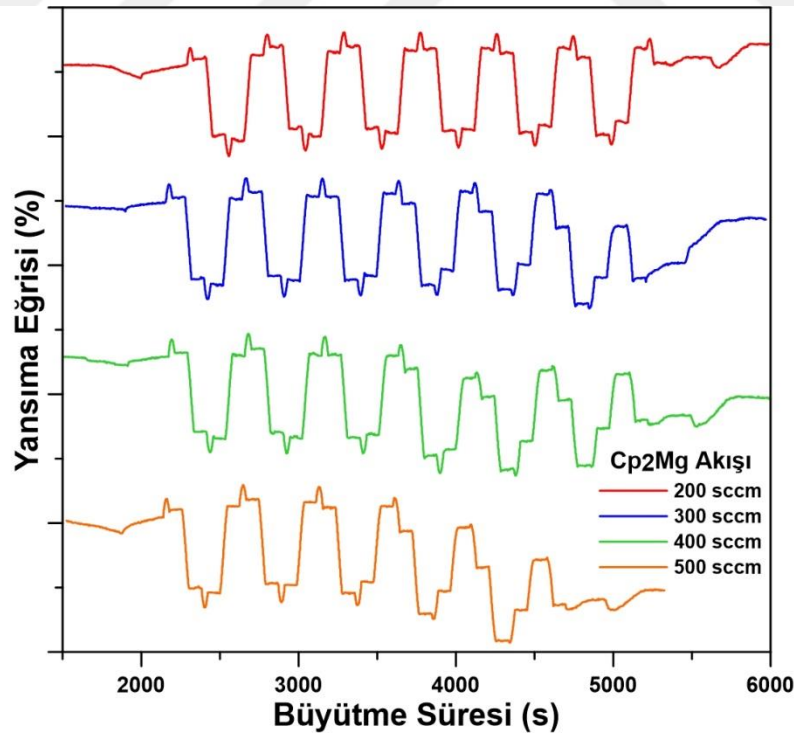
Bu çalışmada epitaksiyel katmanlar, CCS MOCVD sistemi kullanılarak (0001) düzlemine sahip safır alttaş üzerine büyütüldü. Al, Ga, Mg ve N öncüleri için sırasıyla III grubu kaynağı olarak trimetil-alüminyum (TMAI), trimetil-galyum (TMGa), katkılama kaynağı olarak Bisiklopentadienil magnezyum (Cp_2Mg) ve V grubu kaynağı olarak amonyak (NH_3) kullanıldı. Bu öncüler, büyüme boyunca hidrojen taşıyıcı gazı ile reaktöre taşındı. Temel epitaksiyel yapı, önceden büyütülmüş yaklaşık 40 nm kalınlığa sahip AlN NL üzerine, 1075 °C alttaş sıcaklığında, 400 nm kalınlığında büyütülen Mg katkılı $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x = 0.49$) katmanı ve omik kontak için yaklaşık 8 nm kalınlığında yoğun Mg katkılı büyütülen şapka GaN katmanından oluşmaktadır. Çalışmada yürütülen delta-doping yöntemiyle büyütülen Mg katkılı $\text{Al}_{0.49}\text{Ga}_{0.51}\text{N}$ katmanı, alternatif olarak TMAI, TMGa ve Cp_2Mg kaynaklarının açılıp kapatılmasıyla elde edilirken, V grubunu temsil eden NH_3 kaynağı her zaman açık bırakıldı. $\text{Al}_{0.49}\text{Ga}_{0.51}\text{N}$ 'nin büyüme periyodu 16 nm ve devamında 30 saniyelik tavlama aşaması sabit tutularak, sadece delta katkılama yönteminin katkılama aşamasında Cp_2Mg kaynağının reaktöre gönderilme süresi ve akış parametreleri değiştirilerek katkılama çalışması yapıldı. Bu çalışmada, katkılama aşamasından sonra bir önceki kısımda büyütülen AlGaN tabakası üzerine biriktirilen Mg atomlarına hem baskılama görevi görececek hem de superörgü yapısı oluşumuna yardımcı olacak birkaç tabaka kalınlığında GaN tabakası büyütülerek Mg atomlarının yüzeyin dışına difüzyonunu engellenerek Mg atomlarının etkili bir şekilde AlGaN tabakası içerisine difüzyon etmesi planlandı. Yapılan deneysel çalışmalarda ilk büyütme setinde Cp_2Mg reaktöre gönderilme süresi 48 saniyede sabit tutularak katkılama akışı 200, 300, 400, 500 sccm olarak değiştirilirken, ikinci büyütme setinde Cp_2Mg akış değeri 200 sccm'de sabit tutularak katkılama kaynağı akış süresi 48, 60, 72, 84 saniye olarak değiştirildi (Şekil 3-73).

Katkılama çalışması için Cp_2Mg akışının değiştirildiği parametrik çalışmalarda 200, 300, 400, 500 sccm akış değerlerine karşılık gelen in-situ yansıma eğrisi sonuçları Şekil 3-74'de gösterilmektedir. Büyütülen örneklerin yansıma eğrileri karşılaştırıldığında en düşük Cp_2Mg akışı olan 200 sccm'de yansıma eğrisi şiddeti düşmeyen ve sönümlenmeyen bir grafik eğilimi gösterirken, diğer örneklerde yansıma şiddetinde düşme gözlemlendi. Cp_2Mg akış değeri arttıkça yansıma şiddetindeki düşme eğilimi hem daha erken hem de daha şiddetli oldu. Bunun nedeni, p tipi bir malzeme elde edebilmek için katkılanılan Mg atomunun, komşu nitrojen atomu üzerinde lokalize

olmasına ek olarak, kristal örgü içerisinde toplu (Al)Ga-N bağı ile karşılaştırıldığında, Mg ve eksenel N atomları arasında oluşan bağıın %15'lik uzamasıyla stres oluşmasıdır. Bu durumda, Mg atomlarının yapıya girme oranı arttıkça stres artar ve yapı bozulur (Lyons, 2012).

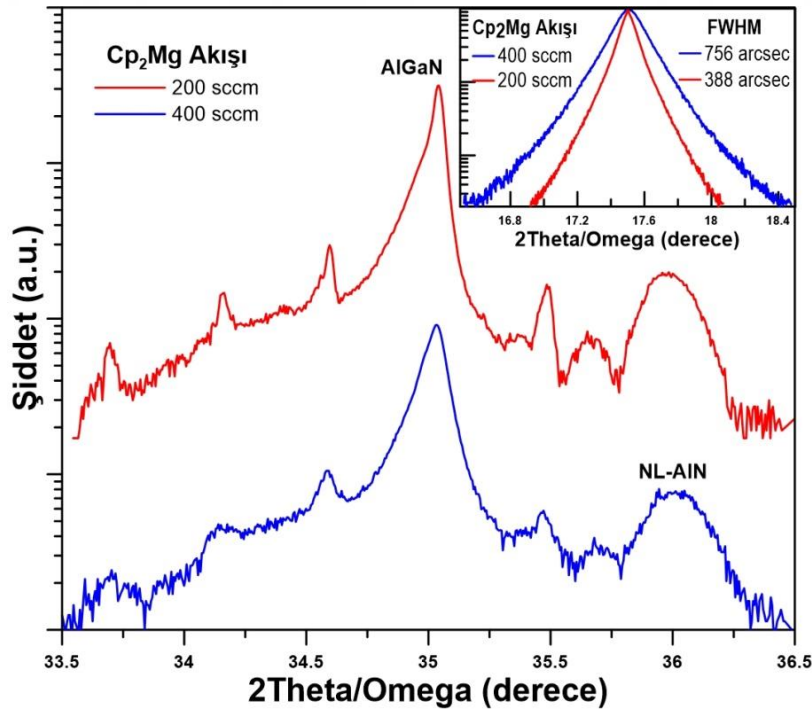


Şekil 3-73 Delta Mg katkılı AlGaN yapısında büyütme aşamaları ve parametreleri



Şekil 3-74 Cp₂Mg akışı çalışmasında büyütülen pAlGaN yapılarının in-situ yansıma eğrileri

Delta katkılı pAlGaN yapısı için Mg akışının 200 sccm ve 400 sccm'e karşılık gelen simetrik (002) düzleminin 2theta-omega tarama eğrileri Şekil 3-75'de gösterilmektedir. Üçüncü mertebeye kadar uydu pikleri, her iki delta-katkılı numune için açıkça görülebilirken, Cp₂Mg akışının 200 sccm olduğu delta katkılı pAlGaN yapısında uydu piklerinin şiddeti daha yüksektir. Bu sonuç, Mg-delta katkılı numunelerde Mg atomunun yapıya fazla girmesiyle oluşan stres ile açıklanabilir. Şekilde, her iki örnek için AlGa_{0.98}N (0002) pikine yapılan sallantı eğrisi taraması incelendiğinde, düşük Cp₂Mg akışı ile yapıya az miktarda giren Mg atomlarının yapıda stres oluşturmamasından dolayı FWHM değeri göreceli olarak düşük olurken, yüksek Cp₂Mg akışında FWHM değeri yüksektir. Ayrıca, XRD taramaları sonucundan elde edilen bu sonuçlarla, yapılan bu büyütmede tekrarlı kuantum kuyu (KK)-kuantum bariyer (KB) yapılarının oluştuğu uydu piklerinden anlaşılmaktadır. Her iki örneğin 2theta-omega tarama sonuçlarına fit yapıldığında, KB bölgesinin kalınlığı 15.4 nm ve Al bileşim oranı yaklaşık % 41 ve KK bölgesinin kalınlığının 1.6 nm olarak belirlenmiştir. Bu durum büyütme başlangıcında tasarlanan 16 nm AlGa_{0.98}N tabakası ve 0.5 nm GaN tabakasından farklı olduğu ve bu farklılığın litaretürede alınan bilgiler doğrultusunda, Mg atomlarının difüzyonu dışında Al ve Ga atomlarının kendi içerisinde difüz etmesi ile açıklanabilir. (Chen, 2015)

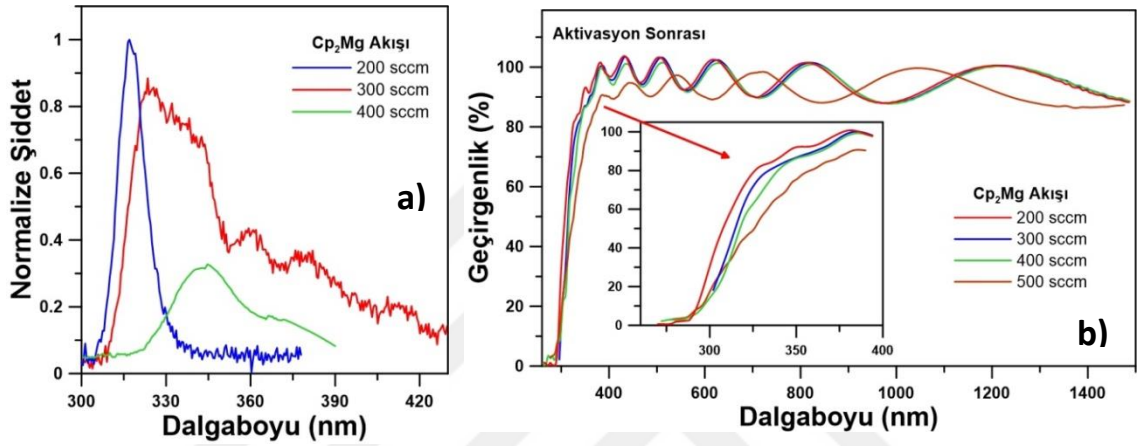


Şekil 3-75 Mg katkılı AlGa_{0.98}N yapılarında katkılama kullanılan Cp₂Mg kaynağında 200 ve 400 sccm akışlarına karşılık gelen simetrik HRXRD tarama sonuçları

Cp₂Mg akışının optik karakteristik olarak AlGa_N yapısındaki etkisini inceleyebilmek için fotoluminesans (PL) ve spektrofotometre ölçümleri yürütüldü. 200, 300 ve 400 sccm Cp₂Mg akışına karşılık gelen PL ölçüm sonuçları Şekil 3-76-a'da gösterilmektedir. pAlGa_N çalışmasında Cp₂Mg akışının 500 sccm olduğu durumda PL piki gözlemlenemedi. Bunun nedeni, akış miktarının artması ile Mg ve Ga(Al) atomları farklı atomik çapta olduklarından yapıdaki ortalama Mg atomunun konsantrasyonunun artması sonucunda stres oluşturması ve bunun sonucunda yapının kristal kalitesinin kötüye gitmesi ile yapının optik özelliklerinin kötüye gitmesidir. Ayrıca, sonuçlardan görüldüğü üzere yapıdaki Mg atomlarının artması ile Mg-H komplekslerinin bağlarını koparmak daha zorlaştığı için Mg katkısının artması ile PL emisyonun hem kenar bant pik pozisyonunun değiştiği hem de şiddetinin giderek azaldığı gözlemlendi. Katkısız % 49 Al alaşım oranına karşılık gelen AlGa_N yapısının PL emisyonu yaklaşık 298 nm'de iken, Cp₂Mg akışının 200, 300 ve 400 sccm olduğu duruma karşılık gelen kenar bant PL emisyon pik pozisyonları sırası ile 317, 323,5 ve 340 nm olduğu görülmüştür. Kenar bant pik pozisyonunda ışımaya dalgaboyunda kaymanın nedeni Mg atomunun yapıya girme oranına ek olarak tabaklar arasında difüzyonların varlığıyla da açıklanabilir. Cp₂Mg akışının 200 sccm olduğu durumda yeterince Mg atomlarının yapıda olmadığından Mg ile ilgili PL ışınması neredeyse görülmezken kenar bant emisyonuna karşılık gelen dalga boyundaki kaymanın nedeni olarak büyütülen Ga_N ile AlGa_N tabakaları arasındaki iç difüzyonlardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Cp₂Mg akışı 300 sccm olduğu durumda beklenen ideal pAlGa_N PL emisyonu görülmektedir. Ayrıca, aktivasyon aşamasında çoğunluk Mg-H bağlarının kırıldığıının AlGa_N ve Mg atomlarından kaynaklı PL ışınmasının şiddetlerinin neredeyse eşit olmasından anlaşılmaktadır. Son olarak, Cp₂Mg akışı 400 sccm olduğu durumda Mg-H komplekslerinin yapıda yüksek olması ve yapıdaki stresin artması ile sadece 340 nm'de DAP (donor-acceptor pair) geçişleri görülmektedir. (J. Buckeridge, 2015)

Dört örneğin optik iletim spektrumları ve geçirgenlik ölçümleri yapılarak 250-1500 nm dalgaboyu aralığında kaydedildi. Şekil 3-76-b'de gösterildiği gibi, aktif bölgede oluşturulan yaklaşık 325 nm ışımının geçirgenliği (T), yansıma kaybı dikkate alınmadan bile termal olarak tavlanmış p-AlGa_N numunelerinin absorpsiyon kenarının üzerindeki dalga boyları %80 civarındadır. Bu tür yüksek geçirgenlik, DUV optoelektronik uygulamaları için faydalıdır. Fakat Cp₂Mg akışına karşılık gelen geçirgenlik ölçüm sonucunda % geçirgenlik şiddetinin diğer örnekler ile

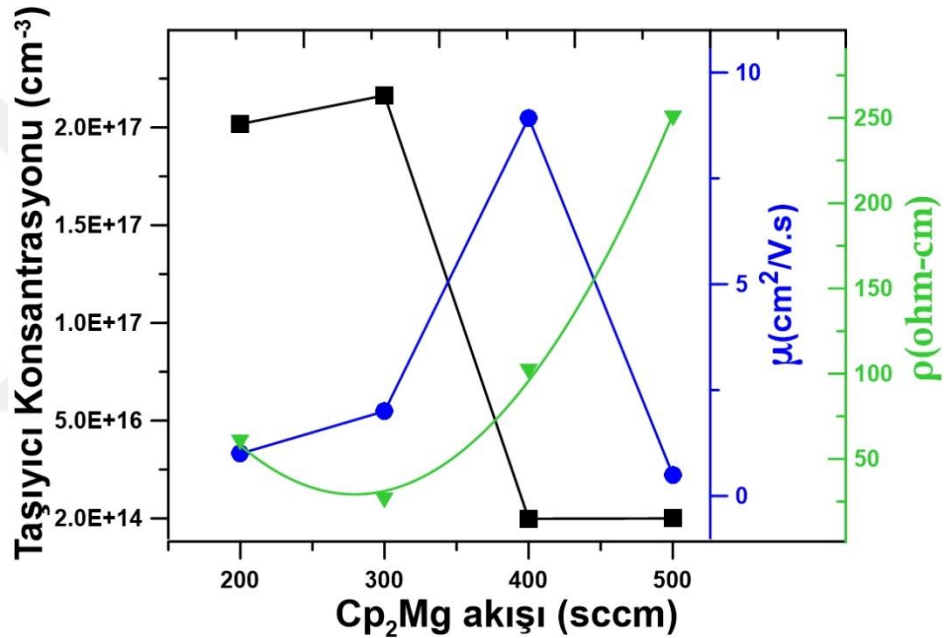
kıyaslandığında %5 oranında daha düşük olduğu görülmektedir. Bunun nedeni Şekil 3-74’de in-situ yansıma eğrisi incelendiğinde Mg atomlarının oluşturduğu stresden dolayı, diğer örneklerle kıyasla yansıma şiddetinin tekrar toparlanmayacak şekilde düşmesi ile yüzeyin kötüye gitmesinden kaynaklı olduğu yorumu yapılabilir. pAlGaN’nın doğrudan enerji bant aralığına (E_g) karşılık gelen ışığın absorpsiyona uğradığı noktada PL emisyonuna yapılan yorumlara uygun bir şekilde Cp_2Mg akışı artması ile dalgaboyunun arttığı gözlemlenmektedir.



Şekil 3-76 Delta Mg katkılı AlGaN çalışmalarında Cp_2Mg akışına karşılık gelen a) PL, b) spektrofotometre ölçüm sonuçları

Katkılı p-AlGaN tabakalarının deşik konsantrasyonunu arttırmak için yürütülen p katkılama çalışmasında öncelikle Mg akışının değiştirilmesi sonucunda deşik konsantrasyonu, öz direnç ve mobilite üzerindeki etkisi, tavlannmış örnekler için Şekil 3-77’de gösterilmiştir. Aktivasyon için örnekler 750 derecede 20 dakika boyunca azot akışı altında tavlandı. Tüm karakterizasyon sonuçlarına yapılan yorumları hall sonucu ile birlikte desteklediğimizde, Cp_2Mg akışının 200 sccm olduğu durumda Mg atomlarının yapıya daha az girmesi ile oluşturduğu stres diğer örneklerle göre daha az olduğu büyütme anındaki yansıma eğrisi karakteristiğinden ve XRD ölçüm sonucundan, ayrıca Mg ile ilgili emisyonun neredeyse görülmemesi ile PL ölçüm sonuçlarından yorumlandı. AlGaN yapısı içerisinde Mg atomlarının az olduğu duruma karşılık gelen taşıyıcı konsantrasyonu, mobilite ve resistivity sonuçları sırası ile $2,02E+17 \text{ cm}^{-3}$, $1 \text{ cm}^2/\text{V.s}$ ve $59,76 \text{ ohm-cm}$ olarak elde edildi. Cp_2Mg akışı 200 sccm’den 300 sccm’ye çıkarıldığında in-situ yansıma eğrisinde, büyütmenin son safhalarında yansıma şiddetinin düştüğü gözlemlendi. Bu durumda yapıya giren Mg atomların artması nedeniyle bir stresin olduğu yorumu yapılabilir. PL ölçüm sonucunda, yapıdaki Mg

atomlarının artması ile net bir şekilde Mg ile ilgili emisyon piki görülmektedir. Bu sonuçlarla delta katkılama yöntemi ile Cp_2Mg akışının 300 sccm olduğu durumda yapıya giren Mg oranı artması ile resistivity iki kat düşerek 25,85 ohm-cm değeri elde edilirken, taşıyıcı konsantrasyonu ve mobilite değerleri sırasıyla $2,17\text{E}+17 \text{ cm}^{-3}$, $2 \text{ cm}^2/\text{V.s}$ sonuçları, Cp_2Mg akışının 300 sccm olduğunda daha iyi bir elektriksel karakteristik gösterdiğini ortaya koymuştur. Büyütme anındaki Cp_2Mg akışının artırılması ile yapıdaki Mg atomunun yoğunluğu artar ve bunun sonucunda yapıdaki stres artar ve Mg-H bağlarının aktivasyonu zorlaşır. Bu nedenle seçilen parametrelerde delta katkılama yönteminde katkılama aşamasında, Cp_2Mg akışının 400 sccm ve 500 sccm yapıldığında büyütülen pAlGaN yapılarının elektriksel karakteristiği kötüye gider.

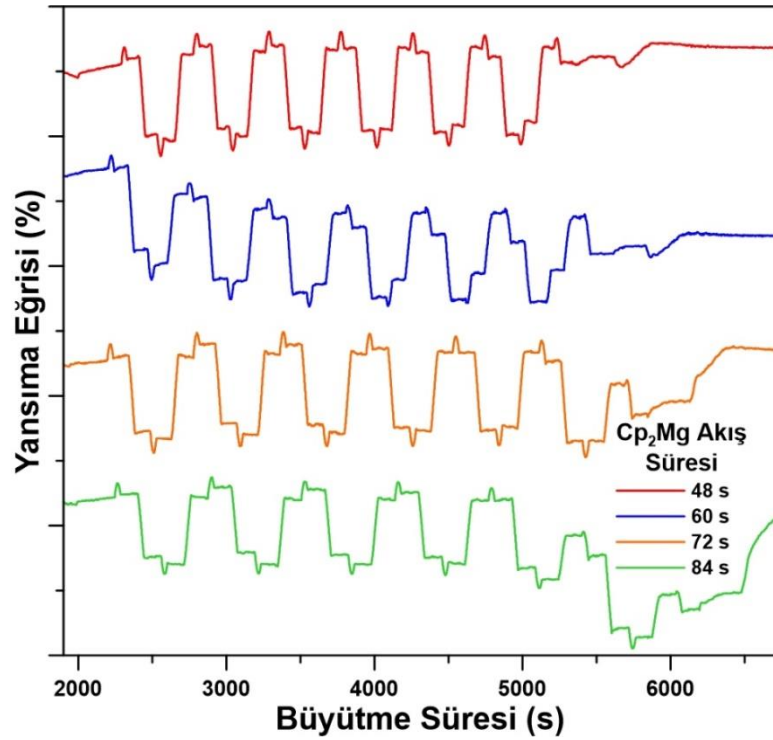


Şekil 3-77 Farklı Cp_2Mg akışına karşılık gelen delta katkılı p-AlGaN katmanlarının taşıyıcı konsantrasyonu, mobilite ve öz direnç sonuçları

pAlGaN tabakası için yapılan ilk çalışmalar sonucunda AlGaN yapısı içerisinde Mg atomunun miktarı büyütülen yapının yapısal, optik ve elektriksel özelliklerini oldukça etkilediğini göstermektedir. Bu nedenle çalışmanın ikinci aşamasında AlGaN yapısı içerisinde en uygun Mg atom miktarının belirlemek adına Cp_2Mg akışı 200 sccm'de sabit tutularak delta katkılama AlGaN, GaN ve tavlama süreleri değiştirilmeden Cp_2Mg akış süresi 48, 60, 72 ve 84 saniye olacak şekilde büyütme seti tasarlandı.

Büyütülen yapıların in-situ yansıma eğrisi sonuçları Şekil 3-78'de gösterilmektedir. Bir önceki çalışmada, delta katkılama yöntemi ile AlGaN içerisindeki Mg atomlarının miktarının artması ile oluşan stres sonucunda yansıma eğrisi düşme durumu Cp_2Mg akış

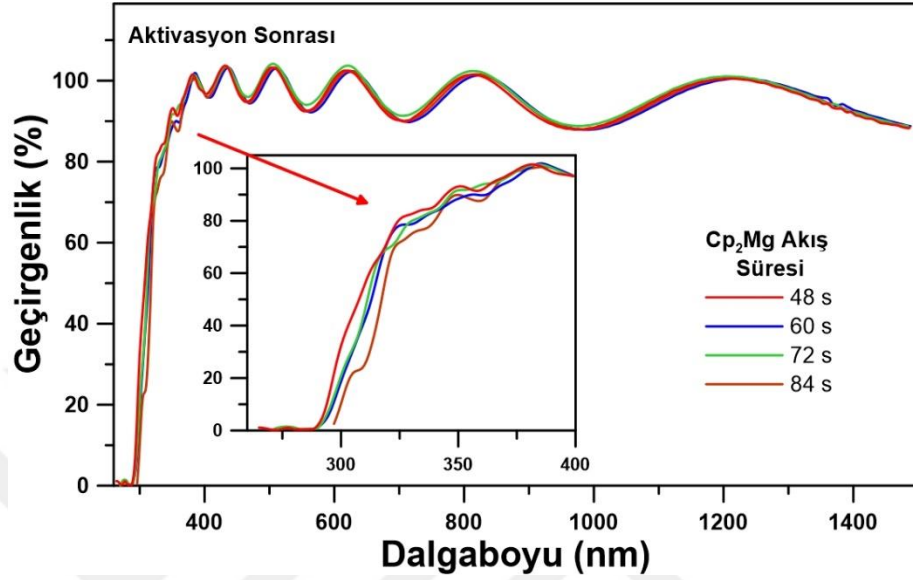
süresinin artması ile gözlemlendi. Fakat iki çalışmanın in-situ yansıma sonuçları kıyaslandığında seçilen parametrelerde, Cp_2Mg akış değişim miktarı yapıda makro değişim sağlarken, Cp_2Mg akış süresi mikro değişim gösterdiği in-situ yansıma eğrisinin davranışından anlaşıldı. Cp_2Mg yüksek akış sürelerinde in situ eğrilerinde strese bağlı olarak düşen şiddeti büyütme bitiminde başlangıç şiddetine tekrar dönmektedir. Fakat Cp_2Mg akışının 500 sccm olduğu durumda yansıma eğrisinin şiddetinde düşme tekrar toparlanamayacak seviyededir.



Şekil 3-78 Cp_2Mg dozaj süresi çalışmasında büyütülen pAlGaN yapılarının in-situ yansıma eğrileri

Dört örneğin optik ölçümleri spektrofotometre sistemi kullanılarak yapıldı. Bir önceki pAlGaN çalışmasının aksine termal olarak tavllanmış dört p-AlGaN numunesinin absorpsiyon kenarı üzerindeki dalga boyları %80 civarındadır (Şekil 3-79). Bu sonuçla Cp_2Mg akış süresinin seçilen parametrelerde Mg atomlarının optik geçirgenliğini bozacak miktarda yapıya girmediğini, sonuç olarak Cp_2Mg akış süresinin seçilen parametrelerde mikro yapıda mikro değişime neden olduğu yorumunu desteklemektedir. Spektrofotometre ölçüm geçirgenlik ölçüm sonucuna absorpsiyon katsayısı $\alpha \sim \ln(1/T)$ varsayarsak p-AlGaN tabakalarının yasak enerji aralığı, $(ahv)^2$ 'ye karşı foton enerjisi (hv) grafiğine yapılan fit ile bu çalışma için büyütülen pAlGaN tabakalarının enerji bant

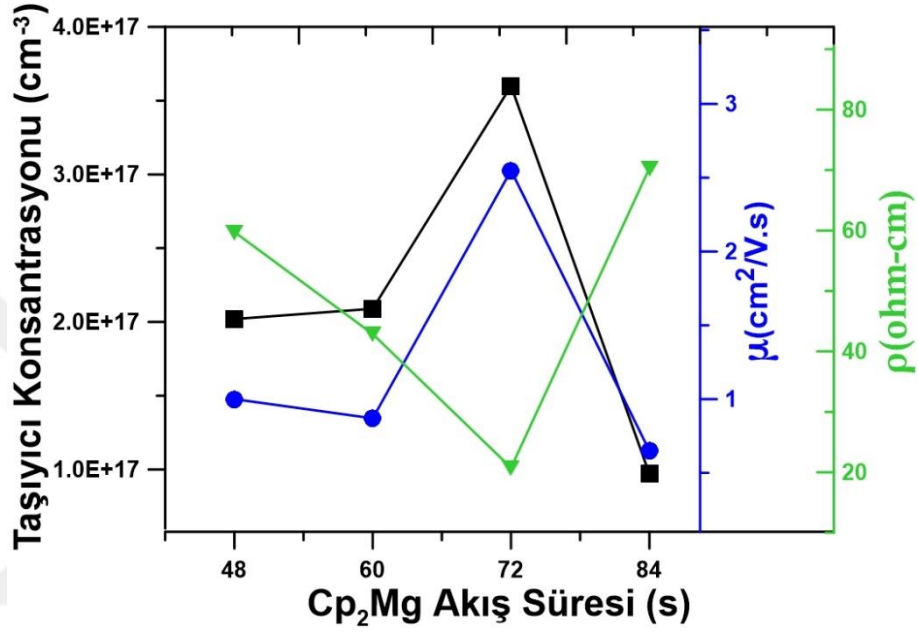
aralığı (E_g) hesaplandı. Elde edilen E_g değerleri Cp_2Mg akış süresi 48, 60, 72, 84 saniye için sırası ile 4.09, 4.05, 4.04, 3.97 eV olarak hesaplandı. Yasak enerji aralığındaki farklılık $AlGaN/GaN$ yapısı içerisindeki Mg atomlarının oluşturduğu stresden kaynaklanmaktadır.



Şekil 3-79 Delta katkılı $AlGaN$ örneklerinin farklı Cp_2Mg akış sürelerinde spektrofotometre ölçüm sonuçları

Çalışmasının ikinci aşamasında büyütülen yapıların elektriksel özellikleri Hall sistemi kullanılarak standart Van der Pauw konfigürasyonu ile Mg katkılı $AlGaN$ numunelerinin elektriksel özelliklerini değerlendirmek için yapılmıştır. Paralel elektriksel iletimin etkisini ortadan kaldırmak için, Ni/Au omik kontakların altındaki bölgeler dışında yaklaşık 8 nm kalınlığa sahip $p-GaN$ omik kontak tabakası kaldırıldı. Delta katkılama yöntemiyle katkılanan $p-AlGaN$ tabakalarının Mg akış süresinin 48, 60, 72 ve 84 saniyeye karşılık gelen deşik konsantrasyonu, öz direnç ve mobilite değerleri, aktivasyonu N_2 akışı altında $750\text{ }^{\circ}C$ sıcaklıkta 20 dakika tavlانarak yapılmış örnekler için Şekil 3-80’de gösterilmiştir. Bir önceki çalışmada, delta katkılama yönteminde katkılama kısmında Mg atomlarının $AlGaN$ yapısına girme oranının en düşük olduğu Cp_2Mg akışının 200 sccm olduğu parametre seçildi. Karakterizasyon sonuçlarından yorumlandığı üzere Mg atomlarının mikro değişim sağladığı parametre olan akış süresi 48 saniyeden, 60, 72 ve 84 saniyeye çıkarılarak yüksek $pAlGaN$ elektriksel özelliği için ideal Mg akış parametresi arandı. Katkılama aşamasında Cp_2Mg akış süresi 48 saniyeden 60 saniyeye çıkarıldığında $pAlGaN$ yapısının elektriksel karakteristiğinin iyiye gittiği Şekil 3-80’de görülmektedir. Katkılama süresi 48 saniyeden 72 saniyeye

ıkarıldığında Katkılama ařamasındaki parametrik alıřmalar sonucunda en iyi elektriksel zellikler olan tařıyıcı konsantrasyonu, mobilite ve resistivity sonuları sırası ile $3,6E+17 \text{ cm}^{-3}$, $2,55 \text{ cm}^2/\text{V.s}$ ve $20,76 \text{ ohm-cm}$ deęerleri elde edildi. Cp_2Mg akıř sresi daha da arttırıldığında bir nceki alıřmada olduęu gibi Mg atomlarının AlGaN yapısına fazla girmesi ile Mg-H baęlarının aktivasyonun zorlařmasından pAlGaN yapısının elektriksel zellięi kt sonulandı.



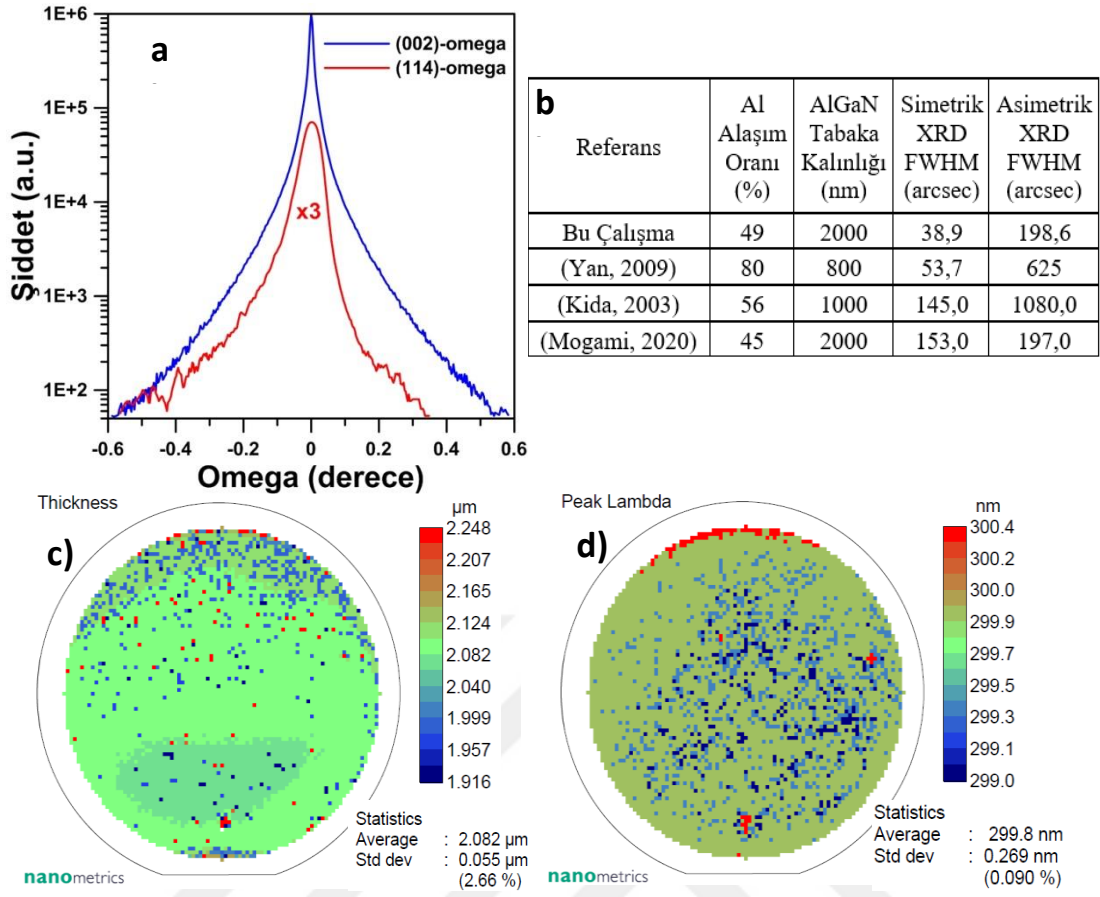
řekil 3-80 Farklı Cp₂Mg akıř sresine karřılık gelen delta katkılı p-AlGaN katmanlarının tařıyıcı konsantrasyonu, mobilite ve zdiren sonuları

4 SONUÇ

Bu çalışmada, MOCVD sistemi ile c-düzlemine sahip Al_2O_3 alttaş üzerine büyütülen UV-LED yapısını oluşturan her bir tabakanın büyütme sorunları ve bu sorunların çözümleri araştırılmıştır. Ultraviyole bölgede ışık yayan yüksek verimli cihazların üretimi için yüksek kalitede AlGaIn tabakalarının üretilmesi temel şartların başında gelir. Bu tez çalışmasında, başlangıç olarak yüksek kalitede AlGaIn tabakaları için iki farklı çalışma yapılarak ideal tampon tabakası belirlenmiştir. İlk aşamada, Ermaksan Optoelektronik Ar&Ge merkezinde parametrik çalışmalar yapılarak ideal GaN reçetesi aranırken, ikinci çalışmada Cumhuriyet Üniversitesi Nanofotonik Uygulama ve Araştırma merkezinde yürütülen AlN template çalışmalarından optimize NL-AlN parametreleri seçilerek gerçekleştirilmiştir. Daha sonra Ermaksan optoelektronik Ar&Ge merkezinde bulunan CCS-MOCVD sisteminin aynı anda 6 adet 2 inch büyütebilme kabiliyetinden yararlanılarak, hem yaklaşık 40 nm kalınlığa sahip NL-AlN tabakası hem de yaklaşık 1500 nm kalınlığa sahip GaN buffer tabakaları (her iki örnekte alttaş olarak safir kullanılmıştır) üzerine yaklaşık 200 nm kalınlığa sahip olacak şekilde katkısız AlGaIn tabakası büyütülmüştür. Yapılan karakterizasyonlar sonucunda, safir alttaş üzerine büyütülecek olan UV-LED yapısı için uygun olan başlangıç tabakasının NL-AlN olmasına karar verilmiştir. Fakat büyütme çalışmalarının devamında, reaktörün hafıza etkisinin Al(Ga)N türlerinin büyütülmesinde kristal kalitesinin olumsuz yönde etkilediği belirlenmiştir. Hafıza etkisine karşı bir çözüm araştırması yapıldığında, yüksek sıcaklıklarda reaktörün tamamen kusturulması en etkili çözüm olarak görülmüştür. Ancak, kullanılan CCS-MOCVD sisteminin sıcaklık limitleri, Al ve türevlerinin reaktörden kusturulması için gerekli olan termal enerji değerlerini karşılayamadığından deneysel çalışmalar için iki farklı 6x2" boyutunda SiC-grafit susceptor ve quartz reaktör çeperi (J-liner) seçilmiştir. Bu setlerden biri safir alttaş üzerine sadece ince NL-AlN büyütmesi için kullanılırken, diğer sette büyütülen NL-AlN/safir template kullanılarak büyütmenin geri kalan aşamaları gerçekleştirilmiştir. Böylece yaklaşık 40 nm kalınlığa sahip bir kaplamayı reaktörde kusturma olasılığı artırılarak, tekrarlanabilir NL-AlN tabakaları büyütülmesi sağlanmış ve bunun sonucunda yüksek kristal kaliteye sahip NL-AlN tabakası için optimize parametreler belirlenebilmiştir. Daha sonra bu çalışmalarda elde edilen safir/NL-AlN tabakaları üzerine AlGaIn tabakası büyütülmesi sonucunda, reaktör parçalarının ayrılmasının dezavantaja dönüştüğü görülmüştür. Büyütme için bekleyen NL-AlN tabakasının

yüzeyinin oksitlenmesiyle devamında büyütülen AlGa_{0,2}N tabakasının kristal kalitesi ve yüzeyini bozulması sonucunda NL-AlN tabakasının büyütme yapılına kadar yüzeyini koruyacak ve in-situ termal olarak tamamen kaldırabileceğimiz GaN tabakası kaplanmıştır. Bu durumun NL-AlN yüzeyinin korumasının yanında, kaplanan GaN tabakasının termal olarak kusturması esnasında Ga ve N atomlarının AlN tabakasına difüz ederek yaklaşık 40 nm kalınlığına sahip NL-AlN tabakasının kusur yoğunluğunu azalttığı görülmüştür. Sonuç olarak Ermaksan altyapısında bulunan CCS-MOCVD düşük sıcaklık limitleri nedeniyle dezavantaj olarak görülen özellikleri, öne sürülen özgün çözüm önerileri ile avantaja çevrilerek 180 nm kalınlığına sahip AlGa_{0,2}N tabakası yüksek kristal kaliteli ve keskin arayüzeye sahip bir şekilde NL-AlN/safir üzerine büyütülmüştür. Bu süreçten sonra safir alttaş üzerine büyütülen UV-LED yapılarında karşılaşılan en yaygın problemlerden biri olan yüksek enjeksiyon verimi için kalın büyütülmesi gereken AlGa_{0,2}N tabakalarında yüksek örgü uyumsuzluğu ve uyumsuz termal genleşme katsayıları nedeniyle yapıda çatlakların oluşmasıdır. Bu durumu çözebilmek için bir dizi parametrik çalışma ve litaretür araştırması yapılarak kalın AlGa_{0,2}N yapılarının minimize stres ile büyütülebileceğimiz özgün bir model bulunmuştur. Sonuç olarak safir/NL-AlN üzerine yaklaşık 2 µm kalınlığına sahip yüksek kristal kaliteli, çatlaksız, yüzey dağılımı mükemmel yakın olan AlGa_{0,2}N yapısı elde edilmiştir (Şekil 4-1).

Daha sonra UV-LED yapısının diğer aşamalarından biri olan çoklu kuantum kuyu çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Bu aşamada, güçlü kuantum stark etkisinin varlığı kabul edilip elektron-deşik temel durum yoğunluklarının örtüşme oranını arttıran tasarımlar yapıp, daha sonra büyütülmüştür. Sonuç olarak kuantum kuyu kalınlığının düşürülmesi etkili bir yöntem olsada, kuyu kalınlığının düşmesi ile elektron ve deşiklerin kuyu içerisinde hapis olma olasılıklarını düşüreceğinden farklı bir tasarıma gidilmiştir. Yeni yapıda, Al_{0,2}Ga_{0,8}N/delta-GaN/Al_{0,2}Ga_{0,8}N toplam 2,5 nm kalınlığına sahip kuantum kuyu tasarımına gidilerek, çalışmalardaki en iyi optiksel parametreler elde edilmiştir. Son olarak, AlGa_{0,2}N yapılarının p tipi katkılamaları gerçekleştirilmiştir. Bunun için litaretürde kullanılan delta katkılama yöntemi seçilip katkılama aşamasındaki parametrik çalışmalar sonucunda geçirgenliği yüksek ve taşıyıcı konsantrasyonu, mobilite ve resistivity sonuçları sırası ile $3,6E+17 \text{ cm}^{-3}$, $2,55 \text{ cm}^2/\text{V.s}$ ve $20,76 \text{ ohm-cm}$ değerleri elde edilmiştir.



Şekil 4-1 40 nm NL-AlN/safir yüzeyine büyütülen yaklaşık 2 µm kalınlığına sahip AlGaIn yapısının a) simetrik ve asimetrik HRXRD ölçüm sonucu b) Bu çalışmadaki sonuçların literatürde benzer şekilde büyütülen AlGaIn yapıları ile kıyaslanması, c) kalınlığı, d) kenar bant ışımalarının pik dalgaboyunu 2-inç yüzey üzerinde dağılımı

Ülkemizde epitaksiyel ince film büyütme sistemlerinin az olması ve konunun güçlüğü nedeni ile bu konunun yeterince çalışılmamış olması, böylesine önemli uluslararası yüksek teknolojik gelişmelerden ülkemizi uzak bırakmaktadır. Belirtilen boşluğu doldurmak umudu ile yapılan bu araştırmanın sonuçları; savunma sanayi, iletişim, sağlık hizmetleri gibi uygulama alanlarında ülkemizi çok önemli teknolojik çıktılara götürebilme potansiyeline sahiptir. Ayrıca üniversite-sanayi işbirliği kurularak elde edilen temel çıktıların sanayiye aktarılmasıyla ülkemizde bu tür teknolojik uygulamaların araştırılmasının ötesine geçip üretilme imkanı yaratılacaktır. Sonuç olarak bu çalışmalardan edinilen tecrübeler ile Cumhuriyet Üniversitesi Nanofotonik uygulama ve araştırmasında yürütülen bu tez çalışmasında elde edilen deneysel çıktılar üniversite-sanayi işbirliği kurularak, bu tür ileri teknolojiye sahip optoelektronik aygıtları üretimi sağlanacaktır.

5 KAYNAKÇA

- Aixtron.** (2020). <https://ccs.aixtron.com/uvc.html> adresinden alındı
- Aixtron,** C. 02 15, 2021 tarihinde <https://ccs.aixtron.com/uvc.html> adresinden alındı
- Ajay, A.** (2018). GaN/AlGaIn nanowires for quantum devices. *Université Grenoble Alpes*.
- Aleksandrova, I. A.** (2020). Diffusion in GaN/AlN superlattices: DFT and EXAFS study. *Applied Surface Science*, 515, 146001.
- Altuntaş, İ.** (2018). *SAFİR ALTTAŞ ÜZERİNE MAVİ LED YAPISININ BÜYÜTÜLMESİ VE YAPISAL KARAKTERİZASYONU*. Sivas: Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Amano, H.** (1998). Stress and defect control in GaN using low temperature interlayers. *Japanese Journal of Applied Physics*, 37, L1540-L1542.
- Amano, H.** (2002). Critical issues in Al_xGa_{1-x}N growth. *Optical Materials*, 19, 219-222.
- Amano, H.** (2020). The 2020 UV emitter roadmap. *J. Phys. D: Appl. Phys.* , 53, 503001.
- Angerer, H.** (1997). Determination of the Al mole fraction and the band gap bowing of epitaxial Al_xGa_{1-x}N films. *Applied Physics Letter*, 71, 1504.
- Aspar, B.** (1993). Influence of the experimental conditions on the morphology of CVD AlN films. *Journal of Crystal Growth*, 129, 56-66.
- Behmenburg, H.** (2013). *Comprehensive study on MOVPE of InAlN/GaN HEMT structures and GaN nanowires*. PhD thesis: GaN Device Technology, RWTH.
- Bell, A.** (2003). Light emission and microstructure of Mg-doped AlGaIn grown on patterned sapphire. *Applied Physics Letters*, 82, 349-351.
- Bell, A.** (2004). Spatial variation of luminescence from AlGaIn grown by facet controlled epitaxial lateral overgrowth. *Applied Physics Letters*, 85, 3417-3419.
- Breiland, W. G.** (2004). Effect of diffraction and film-thickness gradients on wafer-curvature measurements of. *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS*, Vol. 95, No. 7.
- Bulut, B.** (2015). *Ge ALTTAŞ ÜZERİNE BÜYÜTÜLEN GaAs YAPILARININ HALL ÖLÇÜM SİSTEMİ İLE ELEKTRİKSEL KARAKTERİZASYONU*. Sivas: Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Bykhovski, A.** (1993). Strain and charge distribution in GaN-AlN-GaN semiconductor-insulator-semiconductor structure for arbitrary growth orientation. *Appl. Phys. Lett.*, 63, 2243.
- Bykhovski, A.** (1997). Elastic strain relaxation and piezoeffect in GaN-AlN, GaN-AlGaIn and GaN-InGaIn superlattices. *Journal of Applied Physics* , 81(9):6332-6338.

- Chen, Y.** (2015). *Applied Physics Letters*. *High hole concentration in p-type AlGaIn by indium-surfactant-assisted Mg delta doping*, 106, 162102.
- Cheng, J.** (2016). Growth of high quality and uniformity AlGaIn/GaN heterostructures on Si substrates using a single AlGaIn layer with low Al composition. *Scientific Reports* 6, 23020.
- Cherns, D.** (2004). The generation of misfit dislocations in facet-controlled growth of AlGaIn/GaN films. *Applied Physics Letters*, 85, 4923-4925.
- Chierchia, R.** (2003). Microstructure of heteroepitaxial GaN revealed by x-ray diffraction. *Journal of Applied Physics*, 93, 8918.
- Cullity, B., & Stock, S.** (2001). *Elements of X-ray Diffraction, Third Edition*. New York: Prentice-Hall.
- Czernecki, R.** (2019). Influence of showerhead-sample distance (GAP) in MOVPE close coupled showerhead reactor on GaN growth. *materials*, 12,3375.
- Datta, R.** (2004). Growth and characterisation of GaN with a reduced dislocation density. *Superlattices and Microstructures*, 393-401.
- Demir, İ.** (2016). Growth of InGaAs/InAlAs superlattices by MOCVD and precise thickness determination via HRXRD. *Gazi University Journal of Science*, 29(4): 947-951.
- Demir, İ.** (2018). Growth Temperature Dependency of High Al Content AlGaIn Epilayers on AlN/Al₂O₃ Templates. *Cumhuriyet Science Journal*, 39-3, 728-733.
- Demir, İ.** (2018). Sandwich method to grow high quality AlN by MOCVD. *Journal of Physics D*, 51-8.
- Edgar, J.** (2002). Substrates for gallium nitride epitaxy. *Materials Science and Engineering R*, 37, 61–127.
- Edgar, J. H.** (1994). *Properties of group III nitrides*. London: INSPEC.
- F.H.Yang.** (2014). 2 - Modern metal-organic chemical vapor deposition (MOCVD) reactors and growing nitride-based materials. *Materials, Technologies and Applications*, 27-65.
- Fahle, D.** (2014). *Investigation of HCL-assisted MOVPE of group III nitrides in a planetary hot-wall system*. Doc Thesis.
- Goyal, A.** (2015). Band gap bowing parameter in pseudomorphic Al_xGa_{12x}N/GaN high electron mobility transistor structures. *Journal of Applied Physics*, 117, 225702.
- Gruber, W.** (2011). Strain Relaxation and Vacancy Creation in Thin Platinum Films. *Phys. Rev. Lett.*, 107, 265501.
- Han, J.** (1999). Monitoring and Controlling of Strain During MOCVD of AlGaIn for UV Optoelectronics. *MRS Internet Journal of Nitride Semiconductor Research*, volume 4, pages 811–816.

- Hearne, S.** (1999). Stress evolution during metalorganic chemical vapor deposition of GaN. *Applied Physics Letter*, 74, 356.
- Heying, B. X.** (1996). Role of threading dislocation structure on the x-ray diffraction peak widths in epitaxial GaN films. *Applied Physics Letters*, 68, 643.
- Hirayama, H.** (2002). Efficient 230–280 nm emission from high-Al-content AlGaIn-based multiquantumwells. *Applied Physics Letters*, 80, 37–39.
- Hirayama, H.** (2009). Fabrication of a low threading dislocation density ELO-AlN template for application to deep-UV LEDs. *Phys. Status Solidi C*, 6, No. S2, S356–S359 / DOI 10.1002/pssc.200880958.
- Ito, Y.** (2009). GRAZING-INCIDENCE SMALL-ANGLE X-RAY SCATTERING TECHNIQUE FOR NANOSTRUCTURE DETERMINATION OF SURFACES AND INTERFACES OF THIN FILMS. *The Rigaku Journal*, 25-1.
- Itoh, K.** (1991). “Metalorganic vapor phase epitaxial growth and properties of GaN/Al_{0.1}Ga_{0.9}N layered structures. *Japanese Journal of Applied Physics*, 30, 1924–1927.
- J. Buckeridge.** (2015). Determination of the Nitrogen Vacancy as a Shallow Compensating Center in GaN Doped with Divalent Metals. *PHYSICAL REVIEW LETTERS*, 114, 016405.
- Jasinski, J.** (2003). Inversion domains in AlN grown on (0001) sapphire. *Applied Physics Letters*, 83, 2811–2813.
- Jayasakthi, M.** (2016). Influence of AlN thickness on AlGaIn epilayer grown by MOCVD. *Superlattices and Microstructures*, 98, 515–521.
- Jayasakthi, M.** (2017). Optical investigations and strain effect in AlGaIn/GaN epitaxial layers. *Journal of Physics: Conference Series*, 864, 012021.
- Kawashima, T.** (2004). High-quality Al_{0.12}Ga_{0.88}N film with low dislocation density grown on facet-controlled Al_{0.12}Ga_{0.88}N by MOVPE. *Journal of Crystal Growth*, 272, 377–380.
- Khan, M. A.** (1999). Energy Band/Lattice Mismatch Engineering in Quaternary AlInGaIn/GaN Heterostructure. *physica status solidi (a)*, Volume 176, Issue 1 p. 227–230.
- Kida, Y.** (2003). MOVPE growth and n-type conductivity control of high quality Si-doped Al_{0.5}Ga_{0.5}N using epitaxial AlN. *phys. stat. sol. (c)*, No. 7, 2128–2131.
- Kim, K. S.** (1999). The effects of nitridation on properties of GaN grown on sapphire substrate by metal-organic chemical vapour deposition. *Semicond. Sci. Technol.*, 14, 557–560.
- Kirste, L.** (2005). Analysis of the mosaic structure of an ordered (Al,Ga)N layer. *J. Appl. Crystallogr.*, 38 183.

- Kobayashi, K.** (1999). X-ray rocking curve determination of twist and tilt angles in GaN films grown by an epitaxial-lateral-overgrowth technique. *Japan. J. Appl. Phys.*, 38, L611.
- Koide, Y.** (1988). Effect of AlN buffer layer on AlGaIn/alpha-Al₂O₃ heteroepitaxial growth by metal organic vapor phase epitaxy. *Japanese Journal of Applied Physics*, 27, 1156-1161.
- Kueller, V.** (2012). Investigation of inversion domain formation in AlN grown on sapphire by MOVPE. *Phys. Status Solidi C*, 9, 496-498.
- Kumaga, Y.** (2007). Polarity dependence of AlN {0 0 0 1} decomposition in flowing H₂. *Journal of Crystal Growth*, 305, 366–371.
- L. L. Smith, S. W.** (1996). Cleaning of GaN surface. *J. Electron. Mater.*, 25,805.
- Lazarev, S.** (2012). High resolution synchrotron X-ray studies of phase separation phenomena and the scaling law for the threading dislocation densities reduction in high quality AlGaIn heterostructure. *Journal of Crystal Growth*, 370, 51-56.
- Li, B.** (2012). Growth and Measurement of Mg Doped AlGaIn/GaN Superlattice with Low Resistivity. *Advanced Materials Research*, Volume 549, 274-277.
- Li, J.** (2019). Stability Analysis of Multi Process Parameters for Metal-Organic Chemical Vapor Deposition Reaction Cavity. *Molecules* , 24(5), 876.
- Liu, C.** (2020). AlGaIn-Delta-GaN Quantum Well for DUV LEDs. *Photonics*, 7, 87.
- Luo, W.** (2017). Influence of the nucleation layer morphology on the structural property of AlN films grown on c-plane sapphire by MOCVD. *Journal of Alloys and Compounds*, 697, 262-267.
- Luo, Y.-R.** (2002). Handbook of Bond Dissociation Energies in Organic Compounds . doi:10.1201/9781420039863.
- Lyons, J. L.** (2012). Shallow versus Deep Nature of Mg Acceptors in Nitride Semiconductors. *PHYSICAL REVIEW LETTERS*, PRL 108, 156403 .
- Manasevit, H.** (1968). Gas Phase Etching of Sapphire: II . Fluorinated Hydrocarbons. *J. Electrochem. Soc.* , 114,434.
- Meriaudeau, F.** (2003). Real time multispectral high temperature measurement: Application to control in the industry. *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*.
- Metzger, T.** (1998). Defect structure of epitaxial GaN films determined by transmission electron microscopy and triple-axis X-ray diffractometry. *PHILOSOPHICAL MAGAZINE A*, 77, 1013-1025.
- Miller, D. A.** (1984). Band-edge electroabsorption in quantum well structures: The quantum-confined Stark effect. *Physical Review Letters*, vol. 53, no. 22, p. 2173.
- Miyagawa, R.** (2012). Microstructure of AlN Grown on a Nucleation Layer on a Sapphire Substrate. *Applied Physics Express* , 5, 025501.

- Mogami, Y.** (2020). Enhanced Strain Relaxation in AlGaN Layers Grown on Sputter-Based AlN Templates . *Phys. Status Solidi B* , 257, 1900590.
- Moram, M. A.** (2008). The effect of wafer curvature on x-ray rocking curves from gallium nitride films. *Journal of Applied Physics*, 103, 093528.
- Moram, M. A.** (2009). X-ray diffraction of III-nitrides. *Rep. Prog. Phys.*, 72, 036502.
- Moret, M.** (2015). X-ray diffraction study of A- plane non-polar InN epilayer grown by MOCVD. *SPIE; Gallium Nitride Materials and Devices X*, 936328.
- Okada, N.** (2007). Growth of high-quality and crack free AlN layers on sapphire substrate by multi-growth mode modification. *Journal of Crystal Growth*, 298, 349–353.
- Paiella, T. D.** (2017). Optoelectronic Device Physics and Technology of Nitride Semiconductors from the UV to the Terahertz: a review. *Reports on Progress in Physics*.
- Polyanskiy, M.** (2008). *Refractive index database*. 2020 tarihinde <https://refractiveindex.info/> adresinden alındı
- Priante, D.** (2019). Study of ultraviolet AlGaN nanowires light-emitting diodes. *King Abdullah University of Science and Technology*.
- R.Heffelfinger, J.** (1997). Mechanisms of surface faceting and coarsening. *Surface Science*, 389, 188-200.
- Razeghi, M.** (1995). *Volume2: A survey of GaInAsP-GaAs for photonic and electronic device applications*. Bristol: IOP.
- Reentila, O.** (2008). Effect of the AlN nucleation layer growth on AlN material quality. *Journal of Crystal Growth*, 310, 4932-4934.
- Reisman, A.** (1971). The Chemical Polishing of Sapphire and MgAl Spinel. *J. Electrochem. Soc.*, 118, 1653.
- Sheldon, B. W.** (2005). Competition between tensile and compressive stress mechanisms during Volmer-Weber growth of aluminum nitride films. *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS*, 98, 043509.
- Shetty, S.** (2014). Surface nitridation induced AlN nano-columnar growth on c-sapphire. *Solid State Communications*, 180, 7-10.
- Shih, C. F.** (2005). AlGaN films grown on (0001) sapphire by a two-step method. *APPLIED PHYSICS LETTERS*, 86, 211103.
- Smith, R.** (2013). Introduction to Supercritical Fluids. *Supercritical Fluid Science and Technology*.
- Sohel, S. H.** (APRIL 2019). Polarization Engineering of AlGaN/GaN HEMT With Graded InGaN Sub-Channel for High-Linearity X-Band Applications. *IEEE ELECTRON DEVICE LETTERS*, Volume: 40 Issue: 4, 522-525.

- Srikant, V.** (1997). Mosaic structure in epitaxial thin films having large lattice mismatch. *Journal of Applied Physics*, 82, 4286.
- Stevens, K. S.** (1994). Microstructure of AlN on Si (111) grown by plasma-assisted molecular beam epitaxy. *Appl. Phys. Lett.*, 65, 321.
- Sun, H.** (2017). Influence of TMAI preflow on AlN epitaxy on sapphire. *Applied Physics Letter*, 110, 192106.
- Sun, X.** (2013). In situ observation of two-step growth of AlN on sapphire using high-temperature metal-organic chemical vapour deposition. *CrystEngComm*, 15, 6066-6073.
- Tahtamouni, T. M.** (2008). Si-doped high Al-content AlGaIn epilayers with improved quality and conductivity using indium as a surfactant. *Applied Physics Letters*, 92, 092105.
- Tassev, V. L.** (2017). Heteroepitaxy, an Amazing Contribution of Crystal Growth to the World of Optics and Electronics. *Crystals*, 7(6), 178.
- Thonke, M. F.** (2007). Polarization fields of III-nitrides grown in different crystal orientations. *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 19, no. 40, p. 403201.
- Vail, J.** (2006). The nitrogen vacancy in aluminium nitride. *Journal of Physics Condensed Matter*, 18(7), 2125.
- Vurgaftman, I.** (2003). Band parameters for nitrogen-containing semiconductors. *J. Appl. Phys.*, 94, 3675.
- Wang, C.** (1969). Growth and Characterization of Spinel Single Crystals for Substrate Use in Integrated Electronics. *J. Appl. Phys.*, 40, 3433.
- Wang, J.** (2017). High quality AlN epilayers grown on nitrided sapphire by metal organic chemical vapor deposition. *Nature Scientific Report*, 7, 42747.
- Won, Y.** (2014). Effect of nitridation on the orientation of GaN layer grown on m-sapphire substrates using hydride vapor phase epitaxy. *Journal of Ceramic Processing Research*, 15, 61-65.
- Wosko, M.** (2019). Optimisation of LT-GaN nucleation layer growth conditions for the improvement of electrical and optical parameters of GaN layers. *Optica Applicata*, 167-176.
- Wu, Y.** (2004). Effect of nitridation on polarity, microstructure, and morphology of AlN films. *Applied Physics Letters*, 84, 912.
- X. Hu, J. D.** (2003). AlGaIn/GaN heterostructure field-effect transistors on single-crystal bulk AlN. *Appl. Phys. Lett.*, 82, 1299.
- Xi, Y.** (2007). Comparative study of n-type AlGaIn grown on sapphire by using a superlattice layer and a low-temperature AlN interlayer. *Journal of Crystal Growth*, 299, 59-62.

- Yamaguchi, S.** (2000). Strain relief by In-doping and its effect on the surface and on the interface structures in Al/GaN on sapphire grown by metalorganic vapor-phase epitaxy. *Applied Surface Science*, 159–160, 414–420.
- Yan, J.** (2009). High quality AlGaIn grown on a high temperature AlN template by MOCVD. *Journal of Semiconductors*, 30(10):103001.
- Yun, F.** (2002). Energy band bowing parameter in $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ alloys. *Journal of Applied Physics*, 92, 4837–4839.
- Zembutsu, N. S.** (1987). A Boundary Layer Model for the MOCVD Process in a Vertical Cylinder Reactor. *Japanese Journal of Applied Physics*, 26 1416.
- Zhang, J. P.** (2002). Milliwatt power deep ultraviolet light-emitting diodes over sapphire with emission at 278 nm. *Applied Physics Letters*, 81, 4910–4911.
- Zuo, R.** (2012). Influence of Gas Mixing and Heating on Gas-Phase Reactions in GaN MOCVD Growth. *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, 46-53.