

Prezentowane są badania nad metodami modyfikacji powierzchni nanokrystalicznych spieków GaN. Do badań wykorzystano różne sposoby modyfikacji: wysokotemperaturową obróbkę w gazowym amoniaku, metodę chemicznego trawienia roztworami kwasów oraz reaktywne trawienie jonowe. Badania pozwoliły na ustalenie optymalnych parametrów procesowych, prowadzących do wyraźnego rozwinięcia (zwiększenia) powierzchni spieków. Analizę przebiegu procesu prowadzono z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej SEM/EDX.

## Część eksperymentalna

### Synteza proszków metodą aerozolową

Proszkowy azotek galu GaN w metodzie aerozolowej wytworzono w dwóch etapach:

- z roztworu prekursora galu (azotan (V) galu (III) w rozpuszczalniku, np. H<sub>2</sub>O, CH<sub>3</sub>OH), otrzymano mgłę aerozolową, którą poddano wstępnemu azotkowaniu w gazowym amoniaku w temperaturze 1050 °C, otrzymując surowy produkt o stosunkowo dużej zawartości tlenu resztkowego;
- surowe proszki azotkowano następnie w atmosferze przepływającego amoniaku w temperaturze 950 °C przez kilka godzin, otrzymując finalne produkty azotkowe.

### Synteza proszków metodą anaerobową

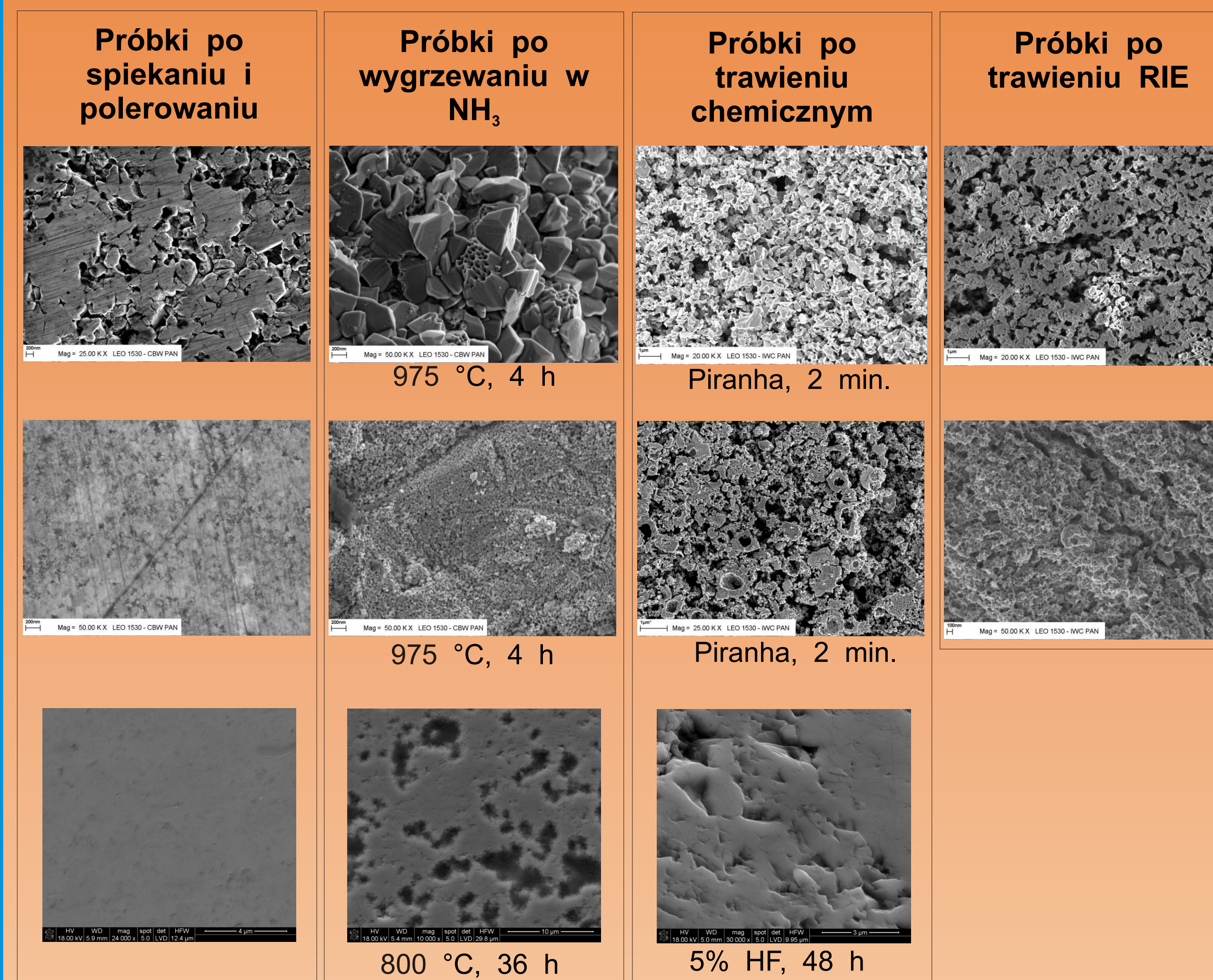
Do syntezy proszków metodą anaerobową użyto świeżo przygotowanego prekursora w postaci imidku galu [Ga(NH)<sub>3/2</sub>]<sub>n</sub>. Prekursor pirolizowano w czasie 4 h, w temperaturach z zakresu 800-975 °C, w przepływie amoniaku. W wyniku termicznego rozkładu prekursora otrzymano proszki azotku galu o kontrolowanej wielkości ziaren w zakresie nanometrowym.

### Spiekanie proszków i obróbka otrzymanych kształtek

Otrzymane proszki poddano spiekaniu w temperaturach z zakresu 900-1200 °C pod statycznym ciśnieniem 6 GPa, otrzymując kształtki o średnicy ok. 4 mm i grubości ok. 1 mm (po pocięciu). Kształtki poddano mechanicznemu polerowaniu, a następnie modyfikowano ich powierzchnię z wykorzystaniem metod chemicznych (trawienie w roztworach Piranha i HF), trawienia jonowego (reactive ion etching RIE) lub poprzez wygrzewanie w przepływie amoniaku. Spiekanie oraz część obróbki powierzchni wykonano we współpracy z Instytutem Wysokich Ciśnień PAN.



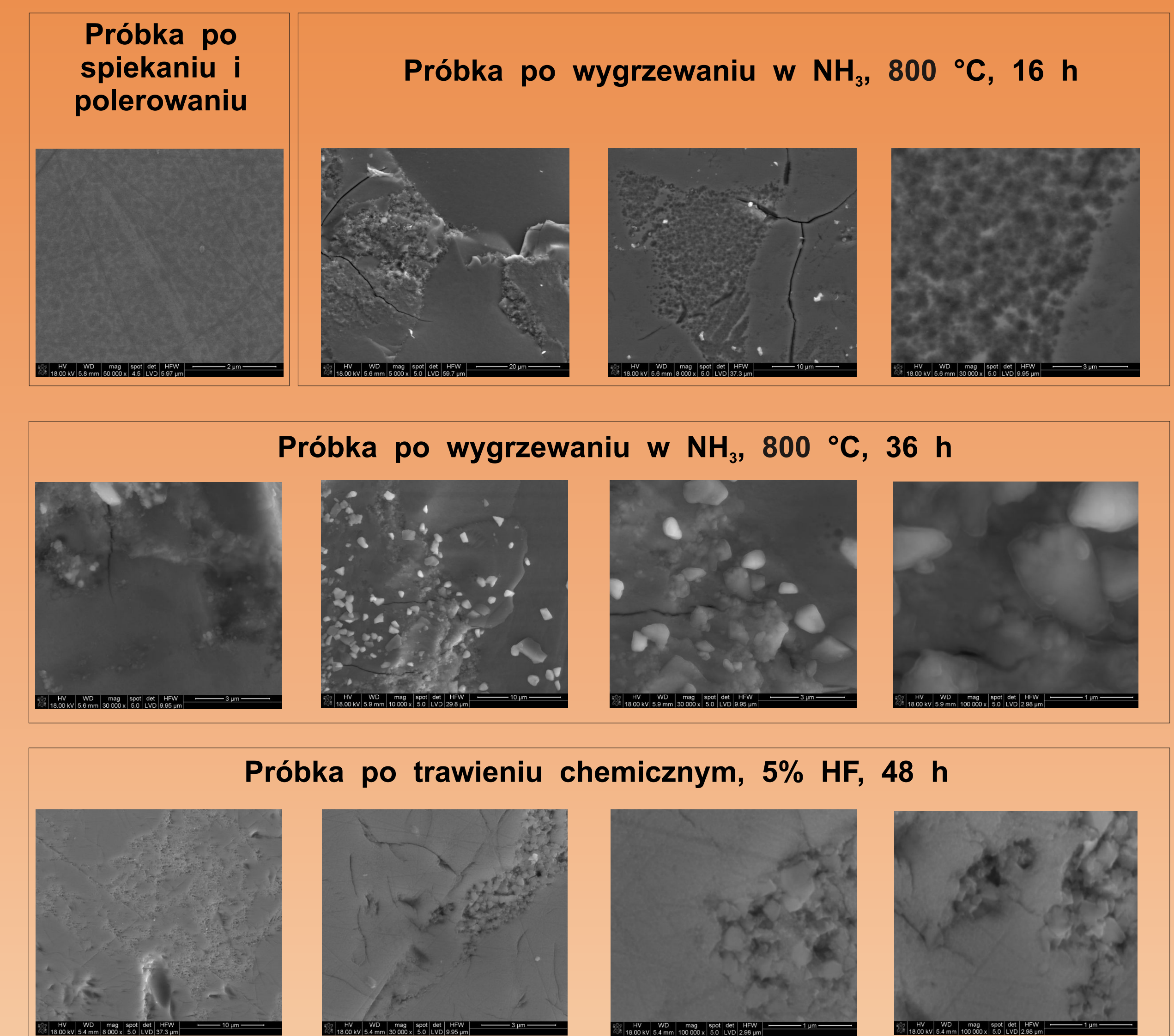
### Powierzchnie obserwowane na spiekach GaN z proszków syntezowanych metodą aerozolową



W wyniku zastosowanej obróbki spieków GaN otrzymano materiały o wyraźnie rozwiniętej powierzchni. W zależności od wyjściowej morfologii materiału proces wytrawiania miał różny przebieg. Wyższa pierwotna porowatość sprzyjała szybszemu rozwijaniu powierzchni. Najlepsze efekty uzyskano przy trawieniu chemicznym i trawieniu jonowym RIE. Wygrzewanie w amoniaku w temperaturze 975 °C powodowało wyraźne procesy rekryystalizacyjne; zastosowanie temperatury 800 °C nie powodowało rekryystalizacji, ale rozwinięcie powierzchni było mniejsze.

## Wyniki badań

### Powierzchnie obserwowane na spiekach GaN z proszków syntezowanych metodą anaerobową



Spieki GaN otrzymane tą metodą charakteryzowały się z reguły niższą porowatością, a efekty rozwinięcia powierzchni były dla nich mniejsze niż dla spieków z metody aerozolowej. Wygrzewanie w amoniaku w temperaturze 800 °C przez 16 h powodowało powstanie lokalnych obszarów względnie słabo rozwiniętej powierzchni, a wydłużenie czasu skutkowało powstawaniem luźnych krystalitów GaN (EDX). Obróbka w roztworze HF również powodowała powolne trawienie powierzchni spieku przy wymaganym czasie kontaktu rzędu kilkudziesięciu godzin.

## Wnioski

W wyniku wysokotemperaturowego i wysokociśnieniowego spiekania proszkowego azotku galu GaN otrzymano zwarte i wytrzymałe mechanicznie kształtki, których wypolerowaną powierzchnię poddano obróbce, mającej na celu zwiększenie porowatości. Stopień rozwinięcia powierzchni zależał od pierwotnej porowatości próbki - bardziej porowate spieki szybciej zwiększały powierzchnię zarówno podczas obróbki chemicznej, jonowej czy termicznej. Szczególnie dobre wyniki dała obróbka w roztworze Piranha i reaktywne trawienie jonowe RIE. Wygrzewanie w amoniaku powodowało zwiększenie rozwinięcia powierzchni, lecz wymagane do tego stosunkowo wysokie temperatury sprzyjały niekorzystnym procesom rekryystalizacji GaN. Z kolei przy niższej temperaturze obróbki czas potrzebny na wyraźne rozwinięcie powierzchni znacząco się wydłużał.