

# PRZEMIANY STRUKTURALNE W OBSZARZE UTRATY STABILNOŚCI TERMICZNEJ AZOTKU GALU OTRZYMANEGO METODĄ HVPE

MARIUSZ DRYGAŚ<sup>1\*</sup>, JERZY F. JANIK<sup>1</sup>, ZBIGNIEW OLEJNICZAK<sup>2</sup>, IZABELLA GRZEGORY<sup>3</sup>, STANISŁAW GIERLOTKA<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Energetyki i Paliw; Al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków

<sup>2</sup>Instytut Fizyki Jądrowej PAN; ul. Radzikowskiego 152, 31-342 Kraków

<sup>3</sup>Instytut Wysokich Ciśnień PAN; ul. Sokołowska 29/37, 01-142 Warszawa

\*Tel.: (012) 617 2578, E-mail: madrygas@agh.edu.pl

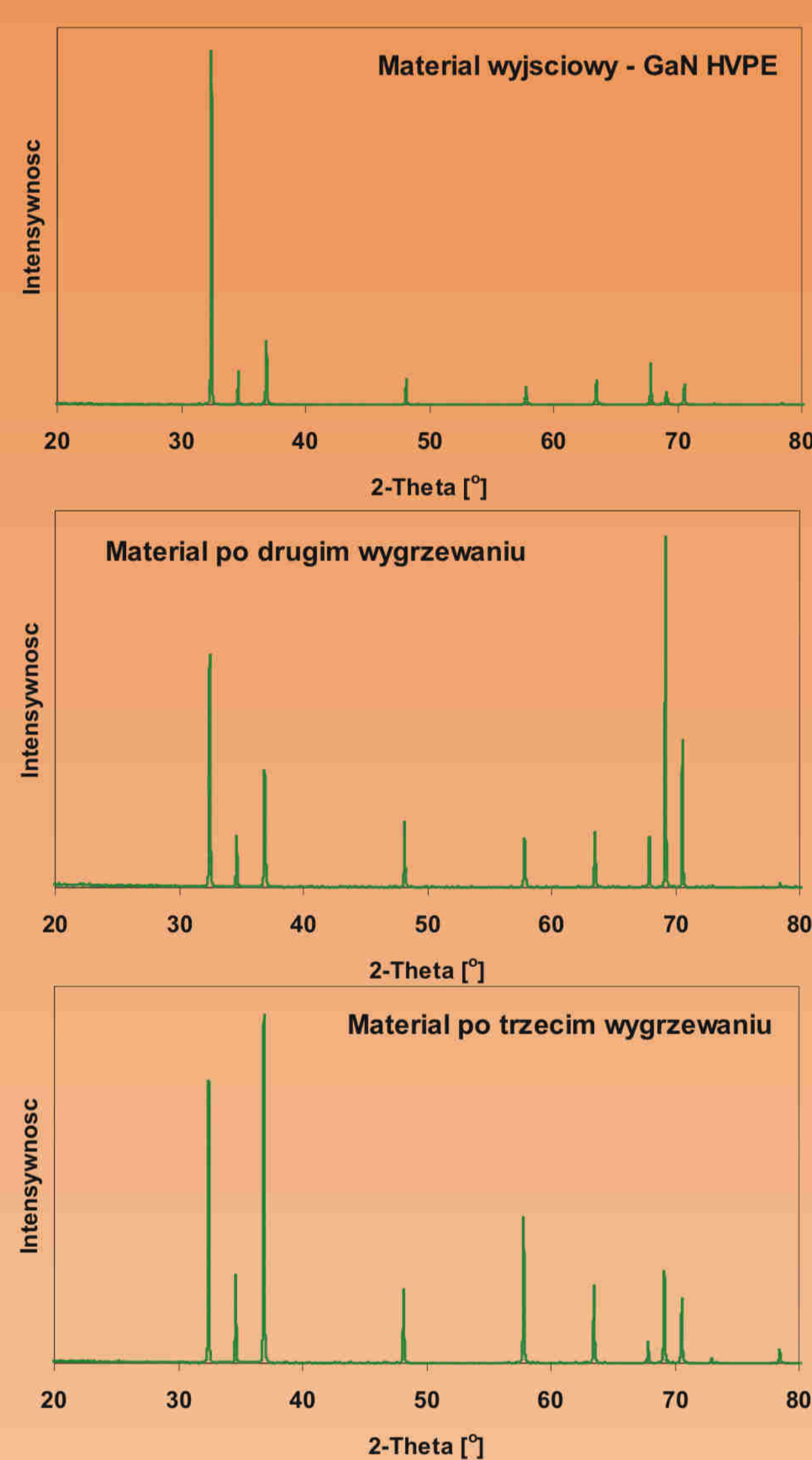
W niniejszej pracy przeprowadzono badania dotyczące przemian strukturalnych zachodzących w monokrystalicznym azotku galu GaN otrzymanym metodą HVPE. Przemiany te badano w zakresie stabilności termicznej tego materiału.

## Część eksperymentalna

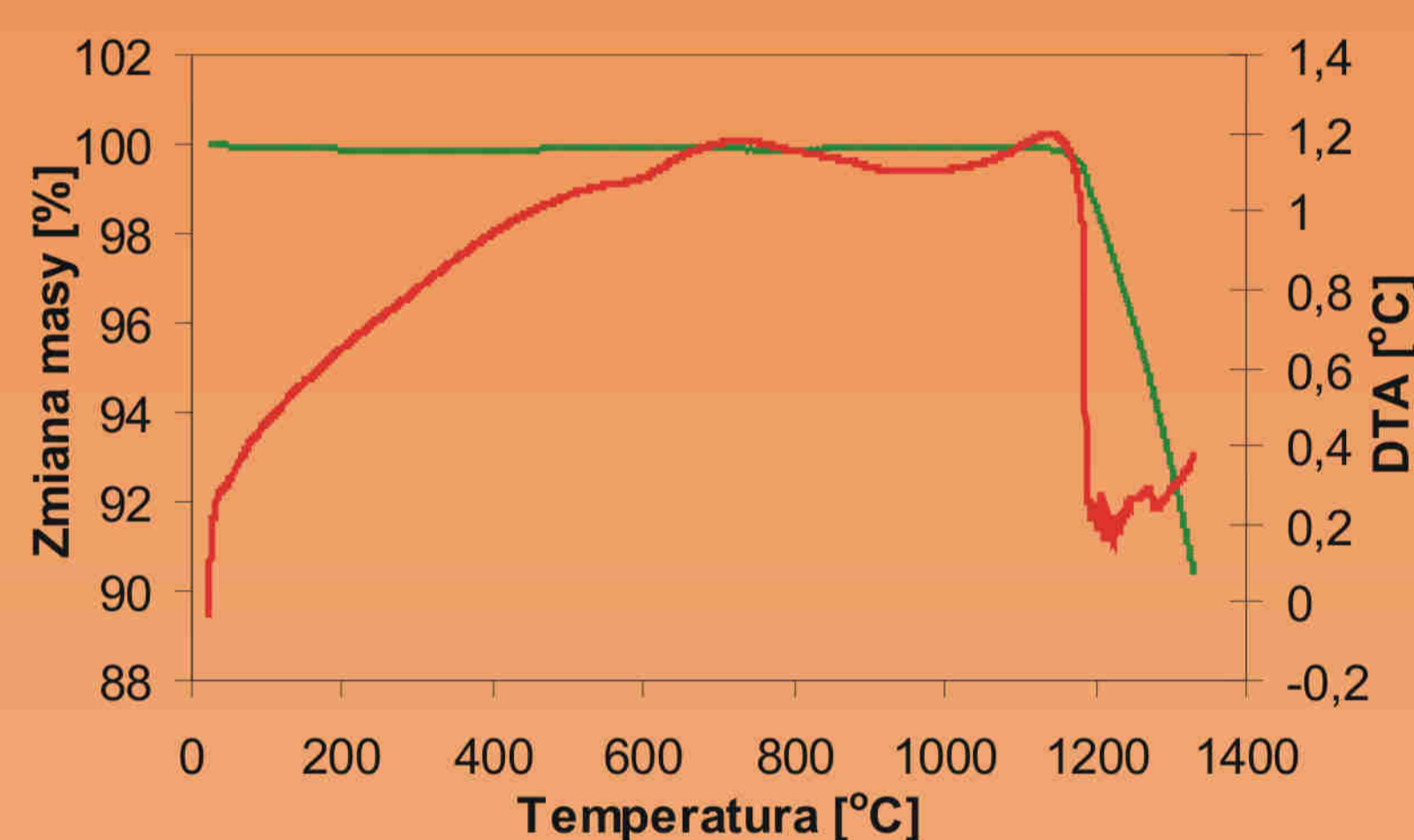
Do badań wykorzystany został monokrystaliczny azotek galu otrzymany metodą HVPE. Materiał wyjściowy posiadał formę mikrokrystalicznego proszku oraz formę płytek o grubości 1 mm. Materiały umieszczono w reaktorze ceramicznym i w przepływie amoniaku ogrzewano je w czasie kilku godzin w temperaturach z zakresu 1250-1300 °C. Tak przygotowane próbki poddano badaniom struktury krystalograficznej metodą XRD dla proszków. Dokonano też pomiarów uporządkowania bliskiego zasięgu z wykorzystaniem jądrowego rezonansu magnetycznego <sup>69</sup>Ga (<sup>71</sup>Ga) MAS NMR dla ciał stałych. Dodatkowo wykonano badania TGA/DTA w atmosferze helu dla określenia stabilności termicznej wyjściowych proszków. Morfologię materiałów badano przy użyciu mikroskopii skaningowej SEM.

## Wyniki badań

### WIDMA XRD

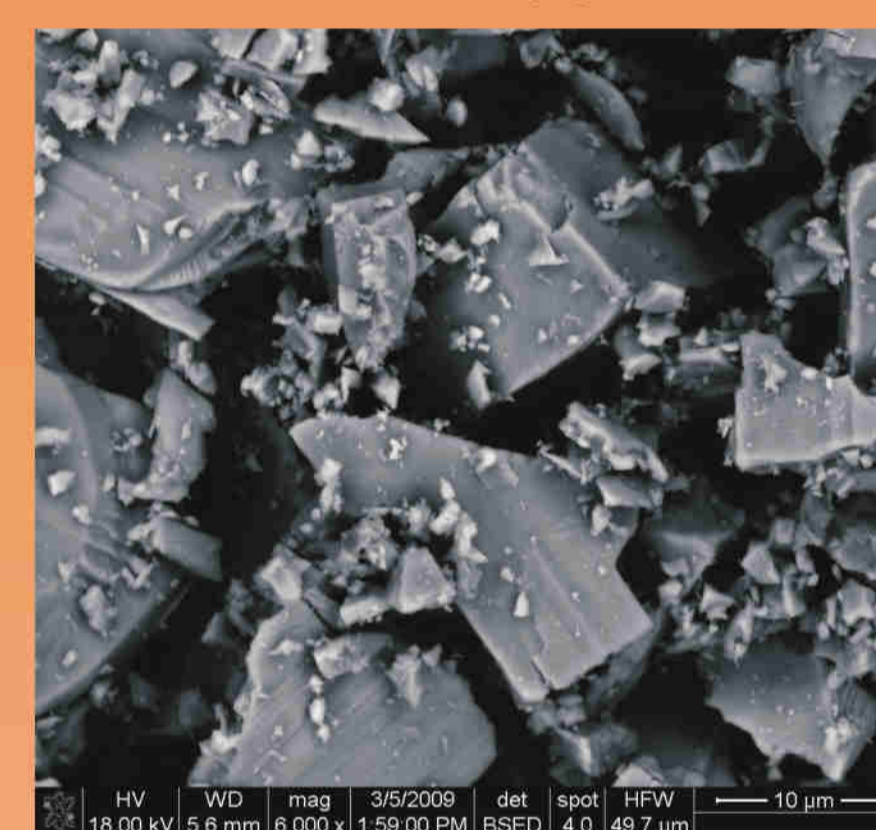


### BADANIA TGA/DTA

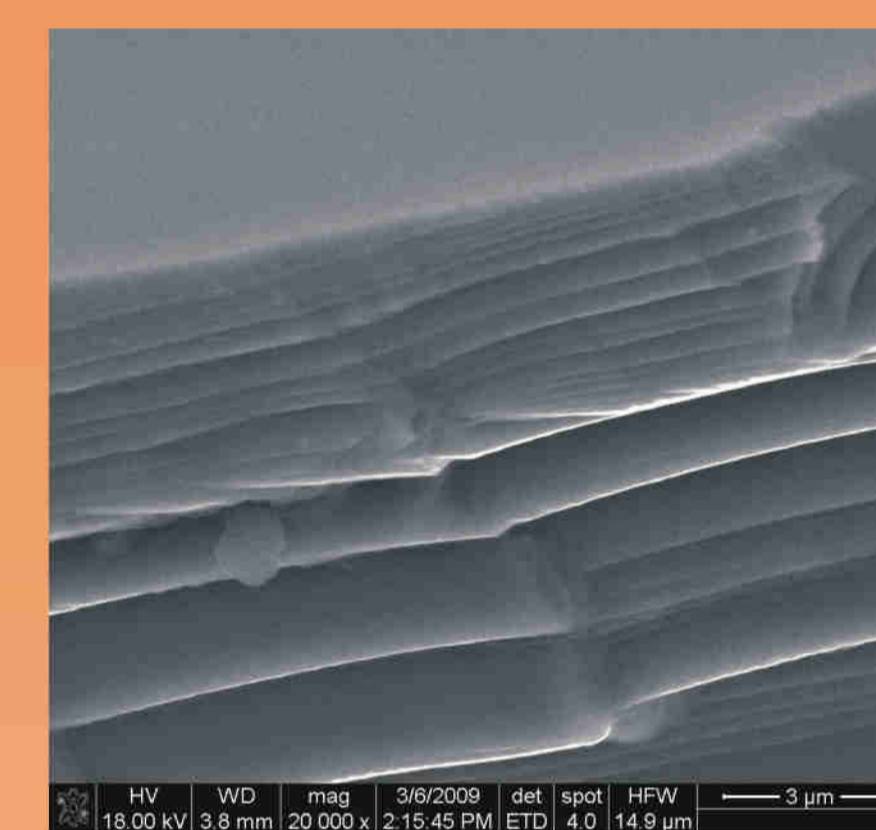


### MORFOLOGIA SEM

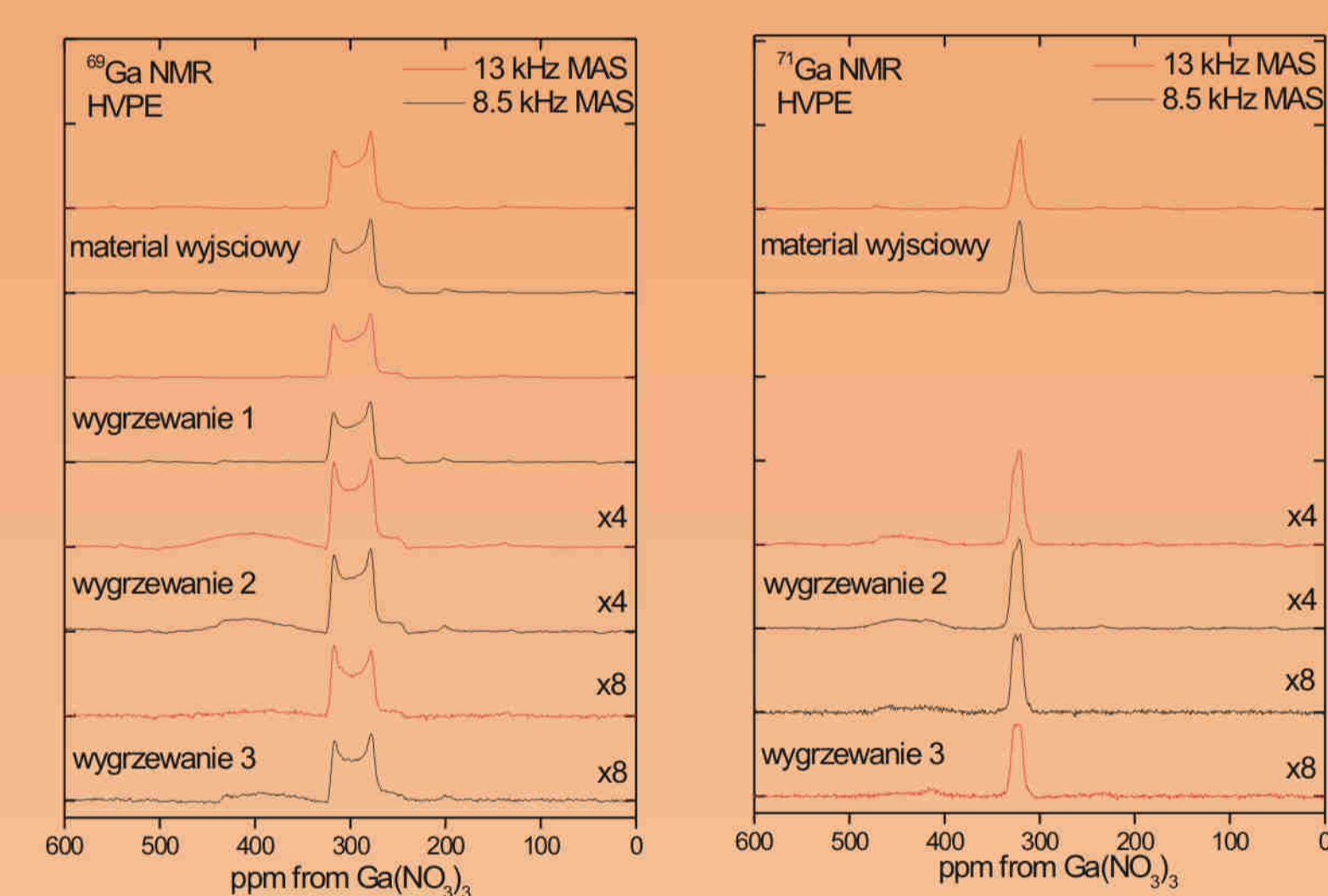
Proszek przed wygrzewaniem



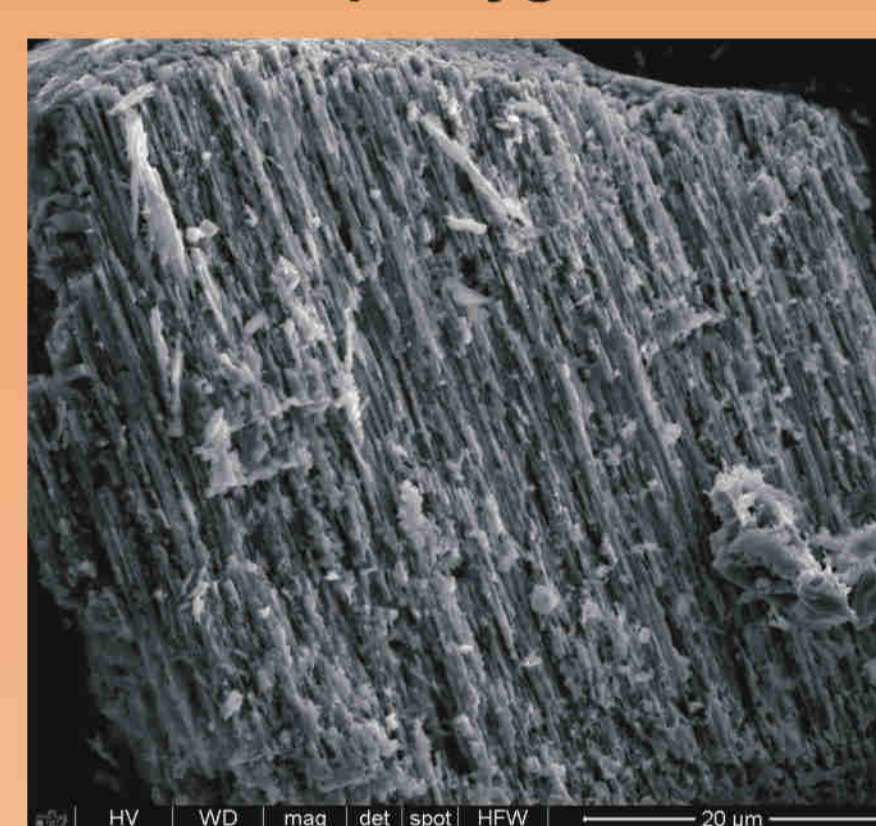
Płytkę przed wygrzewaniem



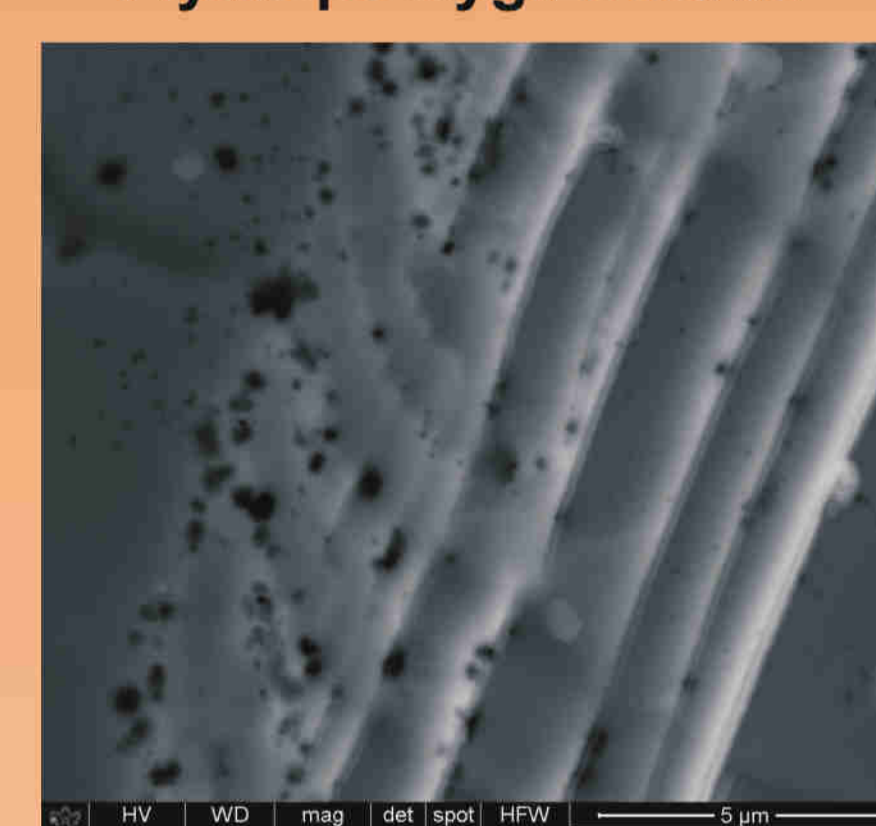
### BADANIA NMR



Proszek po wygrzewaniu



Płytkę po wygrzewaniu



Zarówno proszki jak i płytki po wygrzewaniu złożone są głównie z heksagonalnej odmiany GaN. Są to materiały mikrokrystaliczne o dobrze wykształconej strukturze krystalograficznej. Rozmiary stałych sieciowych dla proszków wynoszą:  $a = 3,190 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,186 \text{ \AA}$ . Dyfraktogramy dla proszków potwierdzają występowanie znacznego utekstuwienia ziaren, oryginalnie otrzymanych przez zmielenie epitaksjalnego HVPE GaN.

Badania TGA/DTA wskazują, że proces utraty stabilności termicznej azotku galu rozpoczyna się w temp. ok. 1180 °C. Widma NMR sugerują, że w materiałach zachodzi stopniowa destrukcja uporządkowania bliskiego zasięgu i pojawianie się zdefektowanej fazy zubożonej w azot GaN<sub>1-x</sub>. Wskazuje na to pojawiający się szeroki pik w okolicach 420 ppm. Oprócz niego występuje typowy pik stechiometrycznego GaN przy 325 ppm (<sup>71</sup>Ga NMR). Dokładna analiza potwierdza też obecność pewnej ilości metalicznego Ga pochodzącego z rozkładu azotku.

Morfologia proszków znacząco zmienia się po wygrzewaniu. Pojawia się charakterystyczna „włóknista” struktura, co sugeruje, że proces utraty stabilności termicznej (rozkładu/sublimacji) zachodzi wzdłuż preferowanych kierunków płaszczyzn krystalograficznych. Powierzchnia płytek zmienia się stosunkowo niewiele, lecz pod warstwą powierzchniową widać porowatą strukturę, powstałą w wyniku rozkładu/sublimacji GaN.

## Wnioski

- W wyniku wygrzewania proszków i płytek azotku galu otrzymanego metodą HVPE następuje zmiana intensywności niektórych refleksów dyfrakcyjnych (zmiana utekstuwienia ziaren), jednak ich szerokość i położenie są charakterystyczne dla mikrokrystalicznej formy heksagonalnego GaN.
- Rozkład termiczny proszków może się rozpocząć już w temperaturze ok. 1180 °C; badania NMR potwierdzają zajście rozkładu termicznego po wygrzewaniu w temp. 1300 C i powstawanie materiału zubożonego w azot.
- Morfologia wygrzewanych proszków i płytek ulega widocznej zmianie: w proszkach tworzy się struktura „włóknista”, a płytki tracą swoją wewnętrzną spoistość i stają się porowate.