

T.C.

GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ

MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Mn KATKILANMIŞ InN İNCE FİLMİNİN
MANYETİK ÖZELİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

Merve ERTAŞ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

GEBZE

2012

T.C.

GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ

MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Mn KATKILANMIŞ InN İNCE FİLMİNİN
MANYETİK ÖZELİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

Merve ERTAŞ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI

YRD. DOÇ. DR. LEYLA ÇOLAKEROL ARSLAN

GEBZE

2012



YÜKSEK LİSANS TEZİ JÜRİ ONAY SAYFASI

G.Y.T.E. Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 05.01.2012 tarih ve 2012./01.... sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 13/01/2012 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Merve ERTAŞ'ın tez çalışması Fizik Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Yrd.Doç.Dr. Leyla ÇOLAKEROL ARSLAN

ÜYE

: Prof.Dr. Faik MİKAİLZADE

ÜYE

: Yrd.Doç.Dr. Semran İPEK KÜSKÜ

ONAY

G.Y.T.E. Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun/...../20... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

TEZİN BAŞLIĞI : Mn KATKILANMIŞ InN FİLMİNİN MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

TEZİN YAZARI : MERVE ERTAŞ

Bu tez çalışmasında moleküler ışın epitaksi (MBE) tekniğiyle Al_2O_3 ve GaN alttaş üzerine InN ince filmi büyütülmüştür. Daha sonra iyon aşılama tekniği kullanılarak InN ince filmi üzerine oda sıcaklığında 40 KeV enerjili 4×10^{16} iyon/cm² dozunda Mn iyonları aşılانmıştır ve oluşan seyreltik manyetik yarıiletkenin (DMS) manyetik ve yapısal özellikleri incelenmiştir. Tüm bu ölçümler Mn iyonu katkılanmamış InN filmi için de gerçekleştirilmiş ve Mn katkılanmış InN filmi ile karşılaştırılmıştır.

XRD (x-ışını kırınımı) tekniği ile ince filmlerin kristal yapısı incelenmiştir. Ayrıca üretilen filmlerin yüzey pürüzlülüğü ve elemental konsantrasyonu hakkında bilgi edinmek için atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ve taramalı elektron mikroskobu-enerji dağılımlı spektrometre (SEM-EDS) teknikleri kullanılmıştır. İnce filmlerin manyetik özelliklerinin incelenmesi için titreşimli örnek magnetometre (VSM) tekniği kullanılmış ve belirli sıcaklık değerlerinde alana bağlı mıknatıslanma (M-H) ölçümleri yapılmıştır. Elektron spin rezonans (ESR) tekniği kullanılarak filme katkılanan Mn iyonlarının InN yarıiletkenine nasıl bir manyetik özellik kazandırdığı ve manyetik momentlerinin yönelimi incelenmiştir. Bu tekniklerden elde edilen sonuçların literatürle uyumlu olduğu görülmüştür. Düşük dozda ($\sim 10^{16}$ iyon/cm²) Mn iyonu katkılanmasıyla oluşan InN ince filmde zayıf ferromanyetizma gözlemlenmiştir. Mıknatıslanmanın zayıf olması düşük manyetik doz ile açıklanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Mn katkılanmış InN seyreltik manyetik yarıiletken, XRD (x-ışını kırınımı), SEM-EDS (taramalı elektron mikroskobu-enerji dağılımlı spektrometre), AFM (atomik kuvvet mikroskobu), VSM (titreşimli örnek magnetometre), ESR (elektron spin rezonans).

SUMMARY

**THESIS TITLE : INVESTIGATION OF MAGNETIC PROPERTIES
OF Mn DOPED InN THIN FILM**

AUTHOR : MERVE ERTAŞ

In this thesis, InN film was grown by molecular beam epitaxy (MBE) technique on Al₂O₃ substrate. Then, using the ion implantation technique at room temperature 40 KeV energy Mn ions with a concentration of 4×10^{16} ion/cm² were implanted on InN film and the structural and magnetic properties of Mn implanted InN film were investigated. All these measurements were also performed on undoped InN film and compared with the Mn doped InN films.

X-ray diffraction technique was used to investigate crystal structure of the sample. In addition, the atomic force microscopy and scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy technique was used to obtain surface roughness and element concentration of produced films. Magnetic properties of sample were measured and M-H measurements were done at certain temperatures. Using electron spin resonance (ESR) technique, it was investigated that what kind of magnetic properties and magnetic ordering were introduced to the film by Mn ions. It was observed that the results obtained from these techniques were relevant to the literature. Weak ferromagnetic properties was observed in Mn implanted InN film in low dose ($\sim 10^{16}$ ion/cm²). Low magnetization is explained by ion dopant concentration.

Key words: Mn implanted InN dilute magnetic semiconductor, x-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy- energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS), atomic force microscopy (AFM), vibrating sample magnetometer (VSM), electron spin resonance (ESR).

TEŞEKKÜR

Yaptığım bu tez çalışmasının tüm aşamalarında destek ve yardımını benden esirgemeyen, verileri yorumlamada büyük katkıları olan tez danışmanım Yrd. Doç. Dr. Leyla Çolakerol Arslan’a çok teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışmalarından elde ettiğim verileri yorumlamamda yardımlarını esirgemeyen ve data modellemesinde büyük katkılar sağlayan Doç. Dr. Bulat RAMEEV’e teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım sırasında, numunelerin incelenmesi için ölçüm cihazlarının kullanılmasındaki yardımlarından ötürü Fatih Üniversitesi Biyoteknoloji Merkezi’ne, Uzman Fizikçi Yakup BAKIŞ’a, Uzman Fizikçi Mehmet KARAKIZ’a, Ar. Gör. Ramazan TOPKAYA’ya, Ar. Gör. Mustafa ÖZTÜRK’e ve Ar. Gör. Nurcan DOĞAN’a ve ismini saymadığım diğer arkadaşlarıma teşekkürlerimi sunarım.

Tezimi okuyarak değerli fikirlerini benimle paylaşan çok kıymetli hocam Prof.Dr.Faik MİKAILZADE ve Yrd.Doç.Dr.Semran İpek KÜSKÜ’ye teşekkürlerimi sunarım.

GYTE’de öğrenciliğim süresince desteklerini hissettiğim, benden maddi ve manevi yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen başta Tülay BÜYÜKAKSOY olmak üzere tüm GYTE Öğrenci İşleri Dairesi çalışanlarına ve Ali Hükümrhan ERDEM’e teşekkürlerimi ifade etmeyi bir borç bilirim

Tüm hayatım boyunca desteklerini hiçbir zaman benden esirgemeyen çok kıymetli anneme, babama, kardeşlerime, enişteme ve minik yeğenim Burak Kayra’ya en içten duygularıyla teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xiii
TABLolar DİZİNİ	xvii
1. GİRİŞ	1
1.1. III-V GRUBU YARIİLETKENLER	1
1.2. SEYRELTİK MANYETİK YARIİLETKENLER (DMS'ler)	5
1.2.1. Mn Katkılanmış III-V DMS'ler	8
1.3. MANYETİZMA	10
1.3.1. MANYETİZMANIN TEMELLERİ	10
1.3.1.1. Ferromanyetizma'nın Teorisi	13
1.3.1.1.1. Histeresis Eğrisi	18
1.3.1.2. Süperparamanyetizma	19
1.3.2. DMS'lerdeki Ferromanyetizmayı Açıklamak İçin Teorik Yaklaşımlar	21
2. DENEYSEL TEKNİKLER	24
2.1. FİLM BÜYÜTME YÖNTEMLERİ	24
2.1.1. Moleküler Işın Epitaksi (MBE)	24
2.1.1.1. Epitaksiyel Film Büyütme	24
2.1.1.2. MBE Sistemini Meydana Getiren Temel Bileşenler ve Çalışma Prensipleri	25
2.1.2. İyon Aşılama (İmplantasyon)	27
2.2. YAPISAL KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ	29
2.2.1. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)	29

2.2.1.1.	Enerji Dağılımlı Spektrometre (EDS) Yöntemi	32
2.2.2.	Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)	32
2.2.3.	X-Işını Kırınımı (XRD)	35
2.2.3.1.	Sürekli (Frenleme) X-Işınları	37
2.2.3.2.	Karakteristik X-Işınları	38
2.2.3.3.	Bragg Kanunu	39
2.3.	MANYETİK KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ	40
2.3.1.	Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM)	40
2.3.1.1.	VSM Sisteminin Çalışma Prensipleri	40
2.3.1.2.	VSM Sistemi	42
2.3.2.	Elektron Spin Rezonans Tekniği	44
2.3.2.1.	ESR Sisteminin Temel Bileşenleri	47
3.	DENEYSEL SONUÇLAR	49
3.1.	ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI	49
3.1.1.	Giriş	49
3.1.2.	Moleküler Işın Epitaksi (MBE) Yöntemiyle Al_2O_3 ve GaN alttaşı Üzerine InN Filminin Büyütülmesi	50
3.1.3.	İyon Aşılama Yöntemiyle InN Filmlerine Mn^+ İyonu Aşılması	52
3.2.	YAPISAL KARAKTERİZASYON SONUÇLARI	53
3.2.1.	XRD Analiz Sonuçları	53
3.2.2.	SEM-EDS ve AFM Görüntüleme Sonuçları	56
3.3.	MANYETİK KARAKTERİZASYON SONUÇLARI	62
3.3.1.	VSM Ölçüm Sonuçları	62
3.3.2.	ESR Ölçüm Sonuçları	66
4.	SONUÇ VE DEĞERLENDİRME	71
	KAYNAKLAR	72
	ÖZGEÇMİŞ	76

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Kısaltma

MBE	: Moleküler Işın Epitaksi
MOCVD	: Metal Organik Kimyasal Buhar Biriktirme
PVD	: Fiziksel Buhar Biriktirme
DMS	: Seyreltik Manyetik Yarıiletken
GMR	: Dev Manyetik Direnç
E_g	: Bant Aralığı Enerjisi
E_{ex}	: Değiş-Tokuş Enerjisi
E_a	: Anizotropi Enerjisi
ΔE	: Elektromanyetik dalganın enerjisi
RKKY	: Ruderman Kittel Kasuya Yosida
C	: Curie Sabiti
T_C	: Curie Sıcaklığı
$\hbar$	: Planck Sabiti
M	: Birim hacim başına düşen mıknatıslanma
μ_B	: Bohr Magneton
H	: Dışarıdan uygulanan harici alan
K_B	: Boltzmann Sabiti
μ_0	: Boşluğun geçirgenliği
e	: Elektronun yükü
UHV	: Ultra yüksek vakum

J_{ex}	: Değiş-tokuş integrali
S_n, S_{n+1}	: En yakın komşu atomların spinleri
χ	: Manyetik duygunluk
M_S	: Doyum mıknatıslanması
T_N	: Néel Sıcaklığı
M_R	: Kalıcı Mıknatıslanma
H_C	: Sıfırlayıcı alan
ZFC-FC	: Sıfır alan altında soğutma-Alanlı soğutma
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
TEM	: Geçişli elektron mikroskobu
EDS	: Enerji Dispersif Spektrometre
AFM	: Atomik kuvvet mikroskobu
XRD	: X-ışını Kırınımı
VSM	: Titreşimli Örnek Magnetometer
ESR	: Elektron Spin Rezonans
FMR	: Ferromanyetik Rezonans
g	: Lande-g Faktörü
L, S, J	: Sırasıyla yörüngesel açısal momentum, spin açısal momentum ve toplam açısal momentum
FWHM	: Tepe yüksekliğinin yarı genişliği
LED	: Işık yayan diyet
LD	: Lazer Diyet
FET	: Alan etkili transistör

- UV : Ultraviyole, morötesi
- IR : İnfrared,kızılötesi
- HD-DVD : Yüksek yoğunluklu DVD

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>		<u>Sayfa</u>
1.1	Wurtzite kristal yapısı. a ve c örgü parametrelerinin gösterimi.	3
1.2	Geniş bant aralıklı nitrür yarıiletken bileşiklerin bant aralığı enerjisinin örgü sabitlerine göre gösterimi.	4
1.3	Elektronik, manyetik ve spintronik uygulamaları ve örneklerinin şematik gösterimi.	6
1.4	Çeşitli yarıiletken malzemelerin atomik gösterimi.	6
1.5	%5 Mn katkılanmış çeşitli yarıiletkenlerin T_c Crie sıcaklıklarını gösteren grafik.	9
1.6	Paramanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin düzeni.	13
1.7	Paramanyetik malzemelerin mıknatıslanma eğrisi.	13
1.8	Ferromanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin düzeni.	14
1.9	Bethe-Slater eğrisi.	15
1.10	Ferromanyetik malzemelerin duygunluğunun sıcaklığa bağlı değişim grafiği.	15
1.11	Ferromanyetik malzemenin, dışarıdan uygulanan manyetik alan doğrultusunda domenlerindeki değişiklik.	16
1.12	Antiferromanyetik malzemelerin manyetik domenlerinin düzeni.	17
1.13	Antiferromanyetik malzeme için sıcaklığa bağlı duygunluk grafiği.	17
1.14	Histeresis eğrisi.	18
1.15	Süperparamanyetik malzemeler için sıcaklığa bağlı mıknatıslanma eğrisinde engelleme sıcaklığının gösterim grafiği	20

1.16	Yarıiletken malzemelerdeki direkt deęiş-tokuş etkileşmesi.	22
1.17	Yarıiletken içindeki indirekt deęiş-tokuş etkileşmesi.	23
2.1	a)örgü uyumlu, b)uyarlanmış, c)dislokasyonlu heteroepitaksiyel büyüme.	25
2.2	Knudsen (Efüzyon) Hücresi.	26
2.3	İyon aşılama düzeneğinin şematik gösterimi.	28
2.4	Taramalı elektron mikroskobu (SEM) gösterimi.	30
2.5	İkincil elektronların oluşumu.	31
2.6	Geri saçılan elektronların oluşumu.	31
2.7	Atomik kuvvet mikroskobu (AFM) gösterimi.	33
2.8	Lennard-Jones potansiyeli.	34
2.9	Elektromanyetik spektrum.	36
2.10	X-ışını oluşum mekanizması.	36
2.11	X-ışını Kırınımı (XRD) cihazı.	37
2.12	Karakteristik x-ışınının enerjisini belirleyen alt kabuklar arası geçişler.	38
2.13	Kristal düzleminde x-ışını kırınımının meydana gelişi.	39
2.14	Galvanometreye bağlanmış bir telde akım oluşturmak için kullanılan mıknatısın hareketi.	41
2.15	VSM sisteminin şematik gösterimi.	43
2.16	Elektromanyetik dalganın soğurulması.	45
2.17	Spin durumu enerjilerinin uygulanan manyetik alana bağı olarak deęişimi.	45
2.18	ESR sisteminin şematik gösterimi.	47

3.1	GaN alttař üzerine yapılan büyütme işleminden sonra InN tepesini incelemek için XRD analizi.	51
3.2	Mn Katkılanmış InN filmi için alınan “in plane” XRD analizlerinden elde edilen büyüme zamanına baēlı tepe genişliēi (FWHM) ve tepeciklerin altında kalan alan grafikleri.	52
3.3	XRD “out of plane” analiz geometrisi.	53
3.4	Al ₂ O ₃ ve GaN üzerine büyütölen InN filminin “out of plane” geometrisindeki $\theta-2\theta$ taraması.	54
3.5	Mn katkılanmış InN filminin “out of plane” geometrisindeki $\theta-2\theta$ taraması.	55
3.6	A) ve C) Katkılanmamıř InN, B) ve D) 4×10^{16} iyon/cm ² mertebesinde Mn iyonu katkılanmış InN filmi içim $\times 10 \mu$ boyutlarında AFM görüntöleri.	56
3.7	A) Katkılanmamıř InN, B) Mn katkılanmış InN filmi için 5 KeV enerjili SEM görüntöleri	57
3.8	Mn Katkılanmış InN filminin SEM görüntüsündeki kümeciklerin birisine odaklanılmıř SEM görüntüsü ve Mn iyonlarının yüzeye homojen daēıldığını gösteren resim.	58
3.9	Katkılanmamıř InN filminin elemental konsantrasyonunu gösteren SEM-EDS grafiēi.	58
3.10	Mn Katkılanmış InN filminin elemental konsantrasyonunu gösteren SEM-EDS grafiēi.	59
3.11	Mn Katkılanmış InN filminin kesitsel (cross-section) olarak SEM’e koyulma görüntüsü	60
3.12	Mn Katkılanmış InN filminin kesitsel (cross-section) analiz görüntüsü ve tabakaların belirlenmesi.	61

3.13	Mn katkılanmamış GaN ince filminin oda sıcaklığında M-H eğrisi.	62
3.14	Mn katkılanmamış InN numunesinin oda sıcaklığında M-H ölçüm grafiği. A) Diamanyetik katkı çıkarılmamış M-H eğrisi. B) Diamanyetik katkı çıkarılmış M-H eğrisi.	63
3.15	Mn Katkılanmış InN numunesinin 10K-400K arasındaki değişik sıcaklıklardaki M-H grafikleri.	64
3.16	Mn Katkılanmış InN filmi için sıfırlayıcı alan (coercive field) grafiği.	65
3.17	Mn Katkılanmış numunelerin 50 Oe alan altında soğutulması ve alan uygulanmadan soğutularak elde edilen sıcaklığa bağlı mıknatıslanma eğrisi.	66
3.18	ESR , A-) Düzlem içi "in plane" ve B-)Düzlem dışı "out of plane" ölçüm geometrisi.	67
3.19	Mn katkılanmış InN filminin ESR ölçüm cihazındaki örnek tutucuya "out of plane" geometrisinde yerleştirilmesi.	67
3.20	Katkılanmamış InN filmi için "out of plane" ESR ölçümleri.	68
3.21	%1.09 Mn katkılanmış InN filmi için "out of plane" ESR ölçümleri.	68
3.22	%1.09 Mn katkılanmış InN filmi için "out of plane" ESR ölçümüne ait sinyallerin açıya bağlı rezonans alanı sonuçları.	69
3.23	Mn katkılanmış InN örneğinin ESR rezonans alanının açısal bağımlılığının deneysel ve teorik dataları. Renkli çizgiler Fe için yapılan simülasyondur.	69

TABLOLAR DİZİNİ

<u>Tablo</u>		<u>Sayfa</u>
1.1	AlN, GaN, InN’ın bazı temel özellikleri.	2
3.1	İn plane InN [1010] $\bar{}$ tepeciğinin pozisyonu, tepe yüksekliğinin yarı genişliği (FWHM), altındaki alan.	51
3.2	InN, GaN, Al ₂ O ₃ tabakaları için (hkl) durumlarına karşılık gelen 2θ açıları.	55
3.3	Mn Katkılanmış InN filmi için elemental konsantrasyon değerlerini veren tablo.	60
3.4	Mn Katkılanmış InN numunesinin değişik sıcaklıklardaki sıfırlayıcı alan ve doyum mıknatıslanması (M _S) değerlerini gösteren tablo.	65

BÖLÜM 1

1. GİRİŞ

Hızlı gelişen mikroelektronik teknolojisi kompakt, daha hızlı çalışan, daha az güç harcayan cihazlara ihtiyacın artmasına sebep olmuştur. Termal iletkenliği, mekanik dayanıklılığı, maliyeti gibi avantajlarından dolayı silisyum, en yaygın kullanılan malzemedir [1]. Çağımızda, düşük maliyetli teknik süreç ve bir çok alanda kullanılabilir olması silisyum entegre devreleri teknolojik uygulamalar için cazip hale getirmiştir. Silisyum teknolojisi, pek çok avantajları ve faydaları olmasına rağmen bir takım eksikliklere sahiptir. Bilindiği gibi silisyum indirekt bant (oda sıcaklığında $E_g = 1.11$ eV) aralığına sahip bir yarıiletken [2]. Bundan dolayı bir elektronun iletkenlik bandından değerlik bandına geçişi elektronun momentumunun değişmesine sebep olur. Momentumdaki bu değişim foton emisyonundan ziyade sıcaklık olarak ortaya çıkar. Bu yüzden silisyum, ışık yayan diyotlar (LED) gibi optoelektronik uygulamalar için elverişli değildir.

Son zamanlarda, silisyum teknolojisine alternatif oluşturması için geniş bant aralığına sahip yarıiletkenler üzerinde çeşitli araştırmalar yapılmıştır. GaN, InN, AlN ve bunların alaşımları geniş bant aralığına sahip yarıiletkenlerdir [3]. Değerlik bandındaki elektronun daha üst enerji seviyesine sıçraması azaltılacağı için bu malzemeler yüksek sıcaklık uygulamaları için uygundur.

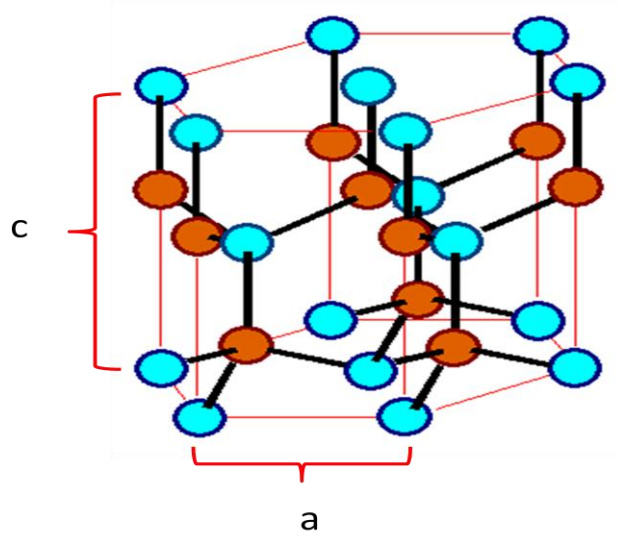
1.1 III-V GRUBU YARIİLETKENLER

Yüksek sıcaklıklarda az güçle çalışabilen verimli optoelektronik cihazlar geliştirmek için Silisyum'a alternatif olarak malzeme geliştirmek gerekliydi. Optik disk okuyucular için kısa dalga boyuna sahip lazer diyotlar (LD'ler) ve tüm renkleri göstermek için yüksek verimli ışık yayan diyotlar (LED'ler) teknolojik iki önemli uygulama alanıdır. %10'dan daha fazla verime sahip kırmızı LED'ler ticari olarak kullanılmıştır [4]. Fakat özellikle yeşil ve mavi diyotların verimliliğinde ciddi bir kısıtlama vardır. II-IV bileşikleri kullanılarak mavi ışık yayan cihazların verimliliğini

artırmak için girişimler [5] kısmen başarılı olsa da uzun ömürlü kullanımı mümkün cihazları geliştirmek için III-V bileşikleri alternatif çalışma sahası oluşturmuştur. III-V grubu elementlerden meydana gelen bileşikler (GaAs, InSb, GaP, InAs, GaSb vs.) yarıiletkenlerin önemli bir kısmını oluşturur. Bunlar çinko sülfür (ZnS) yapısında kristalleşirler. Son yıllarda III-Nitrit yarıiletkenler arasında AlN, GaN, InN ve bunların alaşımları çok ilgi çekmiştir. III-Nitrit yarıiletkenler çinko-sülfür (ZnS), sodyum klorür (NaCl) ve wurtzite yapılarında kristalleşebilir. Fakat en çok, kararlı faz wurtzite şeklindeki yapılarda görülmektedir. Wurtzite yapı Şekil 1.1’de görüldüğü gibi, altıgenin taban kenar uzunluğu a , altıgen prizmanın yüksekliği c ve (0001) eksenini boyunca anyon-kasyon bağ uzunluğu olarak tanımlanan u parametresi ile belirtilir. Bu yapıda kristalleşen nitrit bileşikli yarıiletkenler (0001) yöneliminde ABAB... şeklinde birbirini izleyen sıkı paketli grup-III (In, Ga, Al) ve grup-V (N) düzlemler çiftinden oluşur.

Tablo 1.1 AlN, GaN ve InN’in Bazı Temel Özellikleri

	Kristal Yapısı	Örgü Sabitleri a, c (nm)	Bant Aralığı Enerjisi (eV)
AlN	Wurtzite Zinc-Blende	$a = 0.311 \text{ nm}$ $c = 0.498 \text{ nm}$	$E_g = 6.2 \text{ eV}$
GaN	Wurtzite Zinc-Blende	$a = 0.319 \text{ nm}$ $c = 0.518 \text{ nm}$	$E_g = 3.39 \text{ eV}$
InN	Wurtzite	$a = 0.353 \text{ nm}$ $c = 0.569 \text{ nm}$	$E_g = 0.7 \text{ eV}$



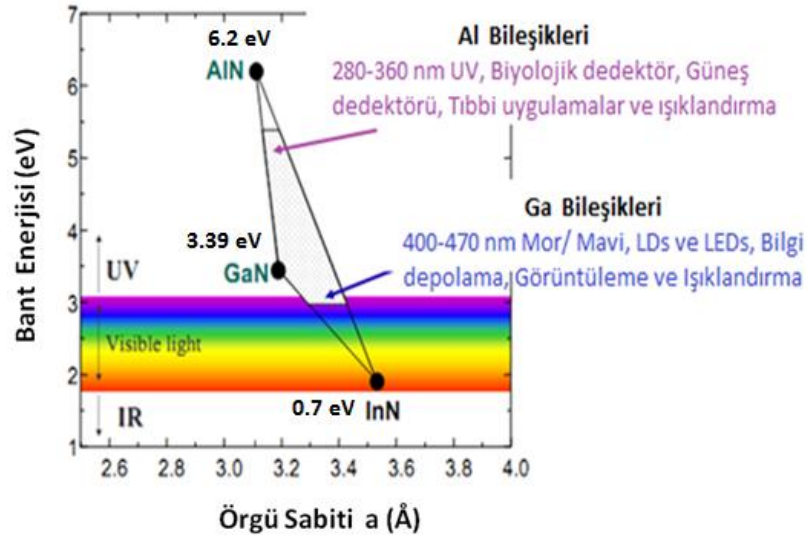
Şekil 1.1 Wurtzite kristal yapısı. a ve c örgü parametrelerinin gösterimi [6].

İlk yüksek parlaklıkta ticari olarak üretilen mavi LED'ler yapıldığından beri GaN, Si'den sonra en önemli ikinci yarıiletken olmuştur [7]. Yüksek sıcaklıklarda Si ve GaAs yarıiletken malzemelerinin kimyasal kararlılıklarında bozulmalar meydana gelirken, GaN yüksek sıcaklıklarda kimyasal kararlılığını muhafaza etmektedir. GaN genellikle wurtzite ve çinko sülfür yapısının her ikisinde de kristalize olabilir. Fakat wurtzite yapısı daha karardır, bu yüzden daha yaygındır [8]. GaN, $E_g = 3.39$ eV enerjili direkt bant yapısına sahip bir yarıiletkendir. Bu enerji aralığı görünür spektrumun mor ışık bölgesine gelmektedir. Bu özellik GaN ve alaşımları için mavi-ışın diskleri (Blu-Ray Disc), yüksek yoğunluklu DVD'ler (HD-DVD), UV dedektörler gibi geniş teknolojik uygulamalar sağlamıştır. III-Nitrit yarıiletkenlerinden en yaygın kullanılan GaN'dır. Fakat son zamanlarda InN büyük ilgi görmektedir. GaN için yapılan çalışmalar InN ve alaşımlarıyla yakından ilişkilidir.

İlk kez InN sentezi, 1938 [9] yılında toz örneklerin x-ışını kırınımı çalışmaları için üretilmiştir. InN wurtzite (hexagonal) formunda kristalize olabilir. InN için uygun büyütme parametreleri elde edildikten sonra numune özelliklerinde büyük farklılıklar gözlemlenmiştir. İlk olarak 1972 yılında Hovel ve Cuomo tarafından yüksek mobiliteye $250 \pm 50 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ sahip malzeme üretilmiştir [10]. Daha sonra 1984 yılında Tansley ve Foley tarafından benzer şekilde üretilen taşıyıcı konsantrasyonu $5.3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ InN filmi için maksimum oda sıcaklığında elektron

mobilitesi $2700 \text{ cm}^2 / \text{Vs}$ olarak belirlenmiştir [11]. Bu veriler yüksek mobiliteli alan etkili transistör (FET) cihazları üretmek için InN'in potansiyelini ortaya koymuştur. Bundan sonraki çalışmalarda da bant aralığı, örgü sabiti ve etkin elektron kütlesi gibi temel parametrelerde büyük farklılıklar gözlenmiştir.

InN için yapılan önceki çalışmalarda bant aralığına ait çok çeşitli bilgiler edinilmiştir. 1986 yılında Tansley ve Folley [11] tarafından RF püskürtme tekniğiyle elde edilmiş polikristal yapıli yüksek mobiliteli ve düşük taşıyıcı konsantrasyonuna sahip InN'in bant aralığı 1.89 eV olarak belirlenmiştir. Fakat daha sonraki yıllarda MBE (Molecular Beam Epitaxy) film büyütme tekniğinin geliştirilmesiyle daha düşük bant aralığı değerleri tespit edilmiştir. Bant aralığını belirleme çalışmaları arttıkça bu değer ilk olarak 1.1 eV [12], daha sonra 0.9 eV [13] ve en son haliyle 0.8-0.7 eV [14-15] olarak belirlenmiştir. Bant aralığı değerlerindeki bu farklılığa bilim adamları şöyle bir açıklama getirmişlerdir. Film büyütme sırasında oksit katkısı azaltıldığı için bant aralığı için optimum değerler elde edilmiştir. InN'in bant aralığının yaklaşık 0.7 eV olması elektromanyetik spektrumun morötesi bölgesinden (UV) kızılötesi bölgesini (IR) kapsamasını sağlar. Bu bant aralığı InN'in, optoelektronik cihazların geliştirilmesinde kullanılmasını sağlamaktadır.



Şekil 1.2 Geniş bant aralıklı nitrür yarıiletken bileşiklerin bant aralığı enerjisinin örgü sabitlerine göre gösterimi.

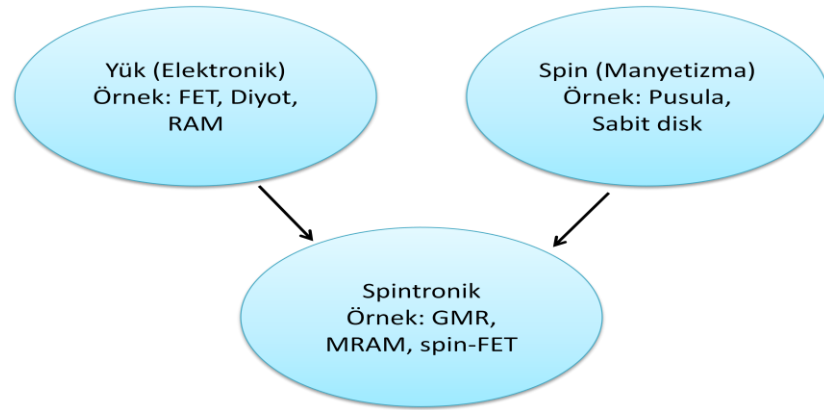
Şekil 1.2'de de görüldüğü gibi nitrür bazlı alaşımlar kırmızıdan, UV'ye kadar geniş bir renk aralığını kapsamaktadır.

Yukarıda anlatılan yarıiletken teknolojisinde yük taşıyıcılarından faydalanılmaktadır. Yeni nesil polarize ışık yayan diyot (spin-LED), bilgisayarların manyetik hafıza kafaları vb. cihazlarda yük taşıyıcılarının yanı sıra spinden de yararlanılmıştır. Bu sayede hem yarıiletken hem de manyetik özellikleri bir arada içeren malzemeler geliştirilmiştir. Bu özellikleri bir araya getirerek elde edilen seyreltik manyetik yarıiletkenler (DMS'ler) son yıllarda bilim adamlarının ilgi odağı haline gelmiştir. Bu malzemelerin geliştirilmek istenmesindeki amaç; oda sıcaklığında ferromanyetik özellik gösteren manyetik yarı iletkenler oluşturmaktır.

Bu tez çalışmasında InN yarıiletken ince filmine Mn^{+} iyonu, iyon aşılama tekniğiyle katkılandırılarak elde edilen seyreltik manyetik yarıiletken filminin manyetik özellikleri incelenmiştir.

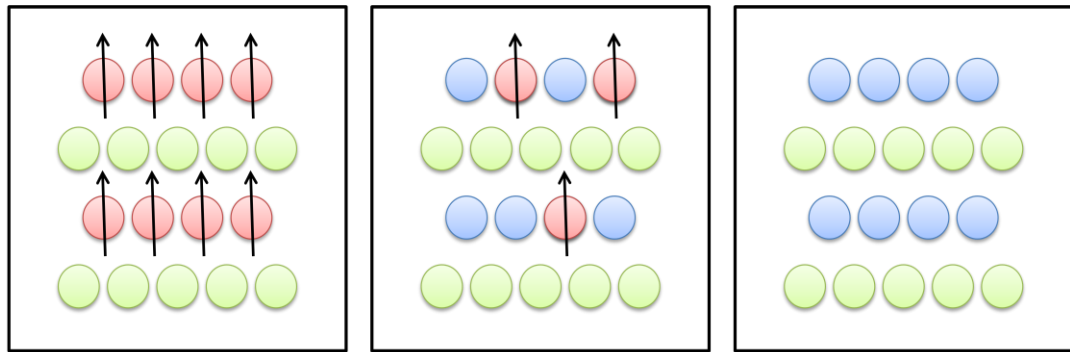
1.2. SEYRELTİK MANYETİK YARIİLETKENLER (DMSler)

Manyetik malzemelerin geliştirilmesine doğan ihtiyaç, esas olarak Fe, Co, Ni, Mn gibi 3d geçiş metallerine olan ilgiyi artırmıştır. Bu elementler kullanılarak elde edilen ferromanyetik alaşımlar uygulama açısından oldukça önemlidir. Cihaz uygulamaları açısından en önemli özellik koersivite yani kalıcı mıknatıslık özelliğinin kaybolması ve doyum mıknatıslanmasıdır. Bu özellikler göz önünde bulundurularak, elektronların spin bilgisi kullanılarak veri depolama için sabit diskler, okuma kafaları, dev manyetik direnç (GMR) gibi çeşitli ferromanyetik cihazlar geliştirilmiştir. Bu cihazlar genel olarak spintronik teknolojisinin uygulamalarıdır. Yarıiletken cihaz teknolojisinde genellikle elektronun yükünden yararlanılır. Fakat manyetik malzemeler, elektron spinini içeren bilgileri kaydetmek için kullanılır [16]. Kısacası spintronik, elektronun hem yük hem de spininden yararlanılarak oluşturulan yeni nesil bir yarıiletken teknolojisidir. Bilindiği gibi, bilgi işlem ve iletişim için kullanılan yüksek frekanslı cihazlar ve entegre devrelerde, yarıiletkenlerin elektron yükü kontrol edilerek büyük başarı elde edilmiştir. Bilgi depolama, ferromanyetik malzemelerde elektronik spin kullanılarak manyetik kayıt (hard disk, manyetik disk) gerçekleştirilir. Pratik uygulamalar için ferromanyetik yarıiletkenler, seyreltik manyetik yarıiletkenlere olan ihtiyacı pekiştirmiştir.



Şekil 1.3 Elektronik, Manyetizma ve Spintronik uygulamaları ve örneklerinin şematik gösterimi

1960'lerin sonunda, manyetik olmayan atomlarının bir kısmı manyetik iyonlarla yer değiştirilmesiyle yeni cins yarıiletkenler keşfedildi. Bu yarıiletkenler **seyretilik manyetik yarıiletken** olarak adlandırılır. Seyretilik manyetik yarıiletken elde etmenin en yaygın yolu yarıiletkenlere manyetik geçiş metalleri katkılamaaktır [16]. Geçiş metallerinin 4s kabuklarında değerlik elektronu vardır ve 3d yörüngeleri yarı doludur. 3d yörüngelerindeki çiftleşmemiş spinler manyetik davranışın sergilenmesine sebep olurlar.



A) Manyetik Yarıiletken

B) Seyretilik manyetik yarıiletken

C) Yarıiletken

Şekil 1.4 Çeşitli Yarıiletken Malzemelerin Atomik Gösterimi.

Şekil 1.4'de gösterildiği gibi; A) manyetik yarıiletkenler hem manyetik özellik hem de yarıiletken özellik içerirler. B) seyretilik manyetik yarıiletkenlerde,

yarıiletken malzemenin bazı atomları manyetik iyonlarla yer değiştirmiş malzemelerdir. Bu malzemeleri elde etmek manyetik yarıiletken malzeme elde etmekten daha kolaydır. Şekil 1.4 C'de günümüz teknolojisinin temelini oluşturan geleneksel yarıiletken malzemelerin atom dizilimini görmekteyiz. Bunlar herhangi bir manyetik iyon içermezler. Cihaz uygulamalarında elektriksel özelliklerini değiştirmek için farklı elementler katkılanabilir.

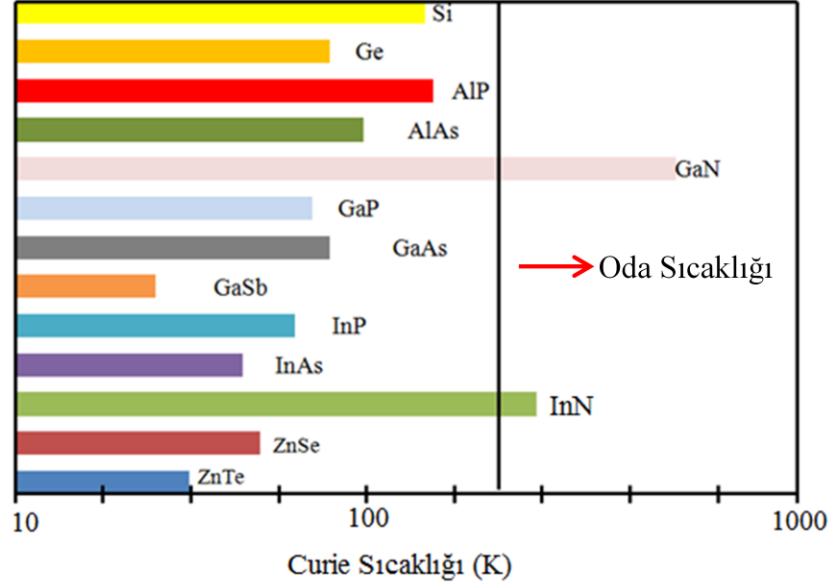
Seyreltik manyetik yarıiletkenlerin geliştirilmesinde en önemli kriter, optimum sıcaklıklarda çalışan ferromanyetik yarıiletken elde etmektir. Yani ferromanyetik malzemelerin paramanyetik faza geçiş sıcaklığı olan Curie sıcaklığı oda sıcaklığında ya da oda sıcaklığından daha yüksek sıcaklıklarda olmalıdır.

DMS'ler ilk olarak yarıiletkenlere Eu^{+2} katkılanarak elde edilmişlerdir. Fakat bu bileşiklerin yapısı Si ve GaAs'dan farklıdır. Bu yüzden kristal düzeni deneysel olarak elde etmek oldukça zor olmuştur ve elde edilen malzemelerin Curie sıcaklığı (50K ve daha az) düşüktü. Daha sonraki çalışmalar geçiş metalleri katkılanmış II-VI, IV-VI DMS bileşikleri üzerine yapıldı. $\text{A}_{1-x}^{\text{II}}\text{Mn}_x\text{B}^{\text{VI}}$ ($\text{Cd}_{1-x}\text{Mn}_x\text{Te}$, $\text{Cd}_{1-x}\text{Mn}_x\text{Se}$, $\text{Hg}_{1-x}\text{Mn}_x\text{Te}$) gibi bileşikler birçok farklı nedenlerden dolayı çok ilgi çekmiştir. Bu DMS'lerin antiferromanyetizma, paramanyetizma ve spin-glass gibi manyetik davranışlar sergilediği gözlenmiştir. II-VI DMS'lerde 1997 yılında A. Haury'nin yaptığı çalışmaya kadar ferromanyetizma gözlemlenmemiştir. A. Haury, Mn katkılı olarak elde ettiği $\text{Cd}_{1-x}\text{Mn}_x\text{Te}$ DMS'sinde $T_c = 2\text{K}$ 'de ferromanyetizma gözlemlediğini kaydetmiştir [17]. Fakat II-VI DMS'leri, p ve n tipi yapmak zordur. Bu özelliğinden dolayı II-VI grubu DMS'ler uygulama için daha az çalışılır hale gelmiştir. Bunlara alternatif olarak IV-VI grubu DMS'ler ön plana çıkmıştır. Bunlara PbMnTe , GeMnTe gibi bileşikler örnek verebiliriz. Bu bileşikler elde edilirken II-VI DMS'lerden farklı olarak taşıyıcı konsantrasyonları daha fazla tutulmuştur. Taşıyıcı konsantrasyonuna bağlı ferromanyetizmayı T. Story rapor etmiştir. T. Story yaptığı çalışmada PbSnMnTe DMS'sinde $T_c = 4\text{K}$ 'e kadar ferromanyetik özellik gözlemlemiştir [18]. 2003 yılında Y. Fukuma, Fe katkılanmış GeTe filminde $T_c = 100\text{K}$ 'e kadar yüksek sıcaklıklarda ferromanyetizma gözlemlemiştir [19]. Uzun araştırma sürecinden sonra MBE büyütme tekniğinin geliştirilmesiyle III-V grubu (GaAs ve InAs) bileşiklerinin önemi ortaya çıkmış ve InMnAs ve GaMnAs DMS'lere yoğun bir ilgi olmuştur. MBE tekniğini kullanarak Munkata InMnAs 'ı başarılı bir şekilde elde etmiş ve p tipi InMnAs için ferromanyetik özellik

gözlemlenmiştir [20-21]. Bu çalışmalardan sonra 1996 yılında Ohno ilk Mn katkılı DMS olan (Ga,Mn)As [22]'yi elde etmiştir.

1.2.1. Mn Katkılanmış III-V DMS'ler

2000 yılında Dietl çeşitli p tipi yarıiletkenlere %5 Mn katkılarak bunların manyetik özelliklerini ve T_c Curie sıcaklıklarını (Şekil 1.5) incelemiştir. Geçiş metali katkılanmış GaN ve ZnO gibi geniş bant aralığına sahip yarıiletkenlerin örgü sabiti küçük olduğu için p-d etkileşmesi daha fazladır. Bu da malzemenin mıknatıslanmasını etkileyeceği için, oda sıcaklığından daha yüksek T_c sıcaklıklara ulaşmayı sağlamıştır. ZnO spintronik cihaz uygulamaları için umut vaat edici olmasına rağmen, iyi kalitede ZnO filmi elde etmek oldukça zordur [23]. Bu sebepten ve daha önceki bölümde bahsettiğimiz gibi III-V grubu yarıiletkenlerin optoelektronik cihaz teknolojisindeki geçerliliğinden dolayı GaN yarıiletkenleri üzerindeki araştırmalar artmıştır. İyon aşılama, moleküler ışın epitaksi (MBE), metal organik kimyasal buhar biriktirme gibi çeşitli tekniklerle GaN malzemesine geçiş metalleri (Fe, Co, Cr, Mn) katkılarak manyetik özellikler kazandırılmıştır. 2002 yılında Masahiko Hashimoto moleküler ışın epitaksi yöntemiyle elde ettiği GaCrN'un 400K'in üzerinde bir sıcaklık değerinde ferromanyetizma gözlemlediğini rapor etmiştir [24]. Aynı şekilde Mn katkılanarak elde edilen GaN DMS'leri için de oda sıcaklığının üstünde ferromanyetizma gözlemlenmiş birçok çalışma [23-25-26-27-28-29] vardır. 2001 yılında Reed'in yaptığı çalışmaya göre, metal organik buhar biriktirme (MOCVD) yöntemiyle safir alttaş üzerine tek kristal GaN büyütmeyi başarmış ve daha sonra lazer biriktirme (deposition) yöntemiyle nitrit bazlı örneğin üzerine Mn (%1) katkılamıştır. Daha sonra farklı sıcaklıklarda ($250^\circ\text{C} - 800^\circ\text{C}$) ısıtma (annealing) işlemi uygulamıştır [30]. Curie sıcaklığının, teorik olarak tahmin edilen değerden daha düşük olduğu gözlemlenmiş ve yazar bunun düşük taşıyıcı (hole) konsantrasyonuna bağlı olduğunu söylemiştir.



Şekil 1.5 %5 Mn katkılanmış çeşitli yarıiletkenlerin T_c Curie sıcaklıklarını gösteren grafik.

InN, cazip elektriksel özellikleri olan, yüksek taşıyıcı sürüklenme hızına ve küçük bant aralığına sahip olmasından dolayı, yüksek hız ve yüksek frekanslı elektronik cihazlar geliştirmek için en umut verici malzemelerden biridir [31-32]. Ayrıca InN manyetik iyonlarla katkılандırıldığında, dikkat çeken manyetik özellikler gösterebilir ve bu özellikler spintronik malzemelere entegre edilebilir. 2005 yılında yapılan bir çalışmada $In_{1-x}Mn_xN$ ($x=0.0005-0.04$) filmi MBE tekniği ile büyütülerek mıknatıslanması incelenmiş ve ferromanyetik özellik gösterdiği gözlenmiştir. Bunun gibi birkaç çalışma daha çeşitli geçiş metalleriyle katkılanmış InN filmlerinin de ferromanyetik özellik gösterdiği ortaya konmuştur [33-34-35]. Fakat bütün bu özelliklere rağmen şaşırtıcı bir şekilde InN filminde görülen ferromanyetizma çalışmaları oldukça azdır. Bu çalışmaların azlığı InN tabakalarının epitaksiyel olarak büyütmenin zorluğundan kaynaklanıyor olabilir. Aynı zamanda InN düşük sıcaklıklarda büyütülmek zorundadır. InN, $500^{\circ}C - 550^{\circ}C$ gibi kritik bir sıcaklıktan sonra yapısal bozulmalara uğramasından dolayı yüksek sıcaklıklarda büyütme zordur. Buna rağmen uygun büyütme sıcaklıklarında elde edilen Mn katkılanmış InN ince filmlerinin cihaz uygulamaları için cazip mıknatıslanma özellikleri sergileyeceği düşünülerek bu tez çalışması gerçekleştirilmiştir. Ayrıca Mn elementi antiferromanyetik özellikte olduğu için Mn katkılama doz miktarı düşük tutularak,

Mn kümeciklerinden değilde sistemin içerisindeki serbest yüklerin sisteme kazandırdığı manyetik özellikleri incelenmek istenmiştir. Bu tez çalışmasında oda sıcaklığında ve daha yüksek sıcaklıklarda ferromanyetik özellik gösteren seyreltik manyetik yarıiletken malzemeler elde edilmek istenmiştir.

1.3. MANYETİZMA

1.3.1. MANYETİZMANIN TEMELLERİ

Manyetizma, insanlığın bildiği en eski bilgilerden biridir. Demir, nikel, kobalt gibi maddeleri çekme özelliği olan maddelere “mıknatıs” denir. Doğal ve yapay olmak üzere iki çeşit mıknatıs vardır. Mıknatıslardan etkilenen ve mıknatıs durumuna getirilebilen maddelere “manyetik malzeme” denir. Yüklü parçacıklar arasındaki elektromanyetik kuvvet, doğadaki temel kuvvetlerden biridir. Manyetizma bu kuvvetlerin başlıca özelliklerini, yüklü parçacıkların manyetik alanda hareketini, manyetik alanın özelliklerini ve kaynağını inceleyen bir fizik dalıdır.

İçinden akım geçen bir iletken telin çevresinde, iletkeni halkalar şeklinde saran manyetik alan kuvvet çizgileri oluşur. Oluşan bu manyetik alan kuvvet çizgilerinin yönü, akımın yönüne bağlıdır. Elektrik akımı ve manyetizma arasındaki ilişkiyi 1819’da Danimarkalı bilim adamı Hans Orsted bir deney ile ortaya koymuştur. Orsted, üzerinden akım geçen bir telin, yakınında duran bir pusula iğnesini saptırdığını göstermiştir. 1820’li yıllarda Faraday ve ondan bağımsız olarak Joseph Henry elektrik akımı ile manyetizma arasındaki başka ilişkileri de gösterdi [39]. Bilim adamları; bir devrenin yakınında bulunan bir mıknatısı hareket ettirerek ya da başka bir devrede akımı değiştirerek, elektrik akımı oluşturulabileceğini gösterdiler. Bu gözlemler değişen bir manyetik alanın bir elektrik alanı oluşturduğunu göstermiştir. Yıllar sonra Maxwell’in çalışmaları değişen elektrik alanın da bir manyetik alan oluşturduğunu ortaya koymuştur.

Manyetizma, Pauli Prensibi’ne göre elektronun yükü ve spinine bağlı kuantum mekaniksel bir olgudur. Manyetizmanın temelini manyetik moment kavramı oluşturmaktadır. Atomik boyutta, çiftlenmemiş elektronları olan her bir atom

manyetik momente sahiptir. Manyetik moment tipik olarak üç kaynaktan meydana gelmektedir. Bunlar; elektronların kendi etrafında dönmeleri sonucu oluşan spin manyetik momenti, elektronların çekirdek etrafında dönmeleri sonucu oluşan yörünge manyetik momenti ve son olarak dışarıda bir manyetik alan uygulandığında oluşan manyetik moment olarak söylenebilir [38-39].

Kendi içsel spini nedeniyle bir elektronun manyetik momenti “Bohr Magneton (μ_B)” olarak tanımlanır [40-41] ve denklemi 1.1’deki gibidir.

$$\begin{aligned}\mu_B &= \frac{eh}{4\pi mc} = \frac{(4.80 \times 10^{-10})(6.62 \times 10^{-27})}{4\pi(9.11 \times 10^{-28})(3 \times 10^{10})} \\ &= 9.27 \times 10^{-21} \text{ erg / Oe} \quad (CGS) \\ &= 9.27 \times 10^{-24} \text{ Joule / Tesla} \quad (SI)\end{aligned}\tag{1.1}$$

denklem 1.1’deki e elektronun yükü, h Planck sabitini, m elektronun kütlesini ifade etmektedir.

Mıknatıslanma M , bir manyetik malzemenin birim hacim başına düşen manyetik moment olarak tanımlanır ve denklemi

$$M = \frac{\mu}{V}\tag{1.2}$$

şeklinde ifade edilir. Bu denklemde μ manyetik moment ve V hacimdir. Bir manyetik malzemeye dışarıdan bir alan uygulandığında malzemenin manyetik alana karşı verdiği tepkiye manyetik duyarlılık (χ) denir ve denklemi 1.3’deki gibi ifade edilir.

$$\chi = \frac{M}{H}\tag{1.3}$$

Denklem 1.3’deki H uygulanan dış manyetik alandır.

Katıların manyetik davranışları; her bir atomun manyetik momentinin komşu atomların manyetik momentleriyle nasıl etkileştiğine ve bu manyetik momentlerin bir dış manyetik alana karşı nasıl tepki verdiğine bağlıdır. Bu tepkiye bağlı olarak

manyetik malzemeler diamanyetik, paramanyetik, ferromanyetik, antiferromanyetik olarak sınıflandırılırlar.

Oda sıcaklığında manyetizmanın en yaygın tipi diamanyetizma ve paramanyetizmadır. Diamanyetik malzemeler, negatif mıknatıslanma sergileyen bir maddedir. Bu etkinin klasik teorisi ilk olarak 1905 yılında Fransız fizikçi *Paul Langevin* tarafından belirlenmiştir [38].

Atomdaki her bir elektron eşleşmiş durumdadır ve bu malzemelerde yörünge kabukları doludur. Bir atoma dışarıdan manyetik alan uygulanarak diamanyetik katkı elde edilir. Diamanyetik malzemelerde atomlar net bir manyetik momente sahip değildir. Tek bir elektronun yörüngesi üzerine uygulanan alanın etkisi yörüngenin etkin akımını azaltır ve bu yüzden uygulanan alana ters yönde bir manyetik moment oluşur ve bunun sonucu olarak manyetik duygunluk negatiftir. Diamanyetik malzemeler için zıt yönde oluşan manyetik momenti 1.4'deki denklemlerle yazabiliriz.

$$\mu = -\frac{\mu_0^2 e^2}{6m} a^2 H \quad (1.4)$$

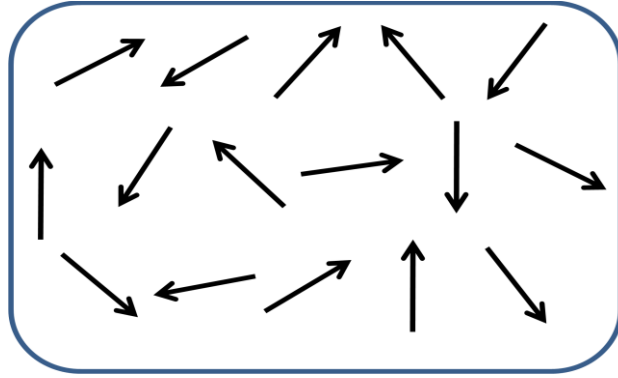
Denklem 1.4'de μ_0 boşluğun geçirgenliği ve a küre kabuğunun yarıçapıdır.

Paramanyetizma genellikle tek sayıda elektrona sahip atom veya moleküllerde görülür. Dışarıdan bir alan uygulanmadığında manyetik momentler rastgele şekilde (Şekil 1.6) ve birbirlerini yok edecek şekilde yönelmişlerdir. Bundan dolayı net mıknatıslanması sıfırdır. Fakat dışarıdan bir manyetik alan uyguladığımızda, eğer bu alana zıt başka etkiler yoksa manyetik momentler uygulanan alan doğrultusunda yönelmek isteyecek ve net bir manyetik momente sebep olacaktır [41-42]. Paramanyetik malzemelerin manyetik duygunluğu Curie-Weiss yasasına göre denklem 1.5'deki gibi verilir.

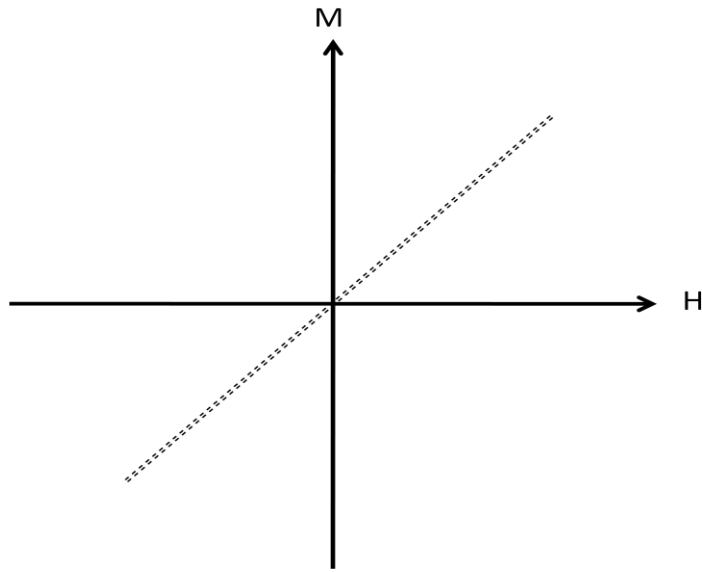
$$\chi = \frac{N \mu_0 m^2}{3K_B T} \quad (1.5)$$

Burada N birim hacimdeki manyetik dipol sayısı, K_B "Boltzmann sabiti" ve T sıcaklığı ifade etmektedir. Paramanyetik malzemeler yaklaşık olarak 10^{-5} - 10^{-4} mertebesinde küçük pozitif manyetik duygunluğa sahiptir. Termal kışkırtmaların artması manyetik domenlerin yönelimini engelleyeceği için mıknatıslanma sıcaklık arttıkça azalır. En yaygın var olan paramanyetizma çeşitlerinin Pauli ve Van-Vleck

paramanyetizması olduğunu söyleyebiliriz. Pauli paramanyetizması çoğunlukla yüksek elektron konsantrasyonlu metallerde görülür. Van-Vleck paramanyetizması eşleşmemiş elektronlara sahip malzemelerde gözlenir. Paramanyetizmanın diğer türlerinin aksine, Van-Vleck paramanyetizmasına uyan malzemelerin duyarlılığı sıcaklıktan bağımsızdır.



Şekil 1.6 Paramanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin düzeni.



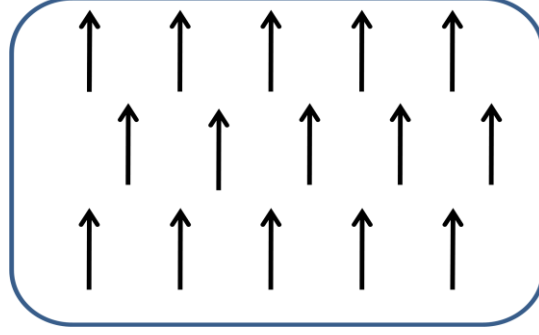
Şekil 1.7 Paramanyetik malzemenin mıknatıslanma eğrisi.

Şekil 1.7’de görüldüğü gibi paramanyetik malzemelerde uygulanan alan doğrultusunda bir mıknatıslanma oluşur.

1.3.1.1. Ferromanyetizma’nın Teorisi

Ferromanyetik malzemeler eşleşmemiş elektrona sahiptirler ve böylelikle net manyetik momentleri vardır [41-42]. Ferromanyetik malzemelere dışarıdan bir

manyetik alan uygulandığında, elektron spinleri uygulanan alanla aynı yönde yönelirler. Uygulanan alan kaldırılrsa bile bu spinler yönelimlerini korumaya devam ederler. Yani dışarıdan bir alan uygulanmadığında bile kendiliğinden bir mıknatıslanması vardır. Kalıcı manyetik momentin varlığı elektron spinleri ve manyetik momentlerinin bir düzene sahip olduklarını akla getirmektedir [2].

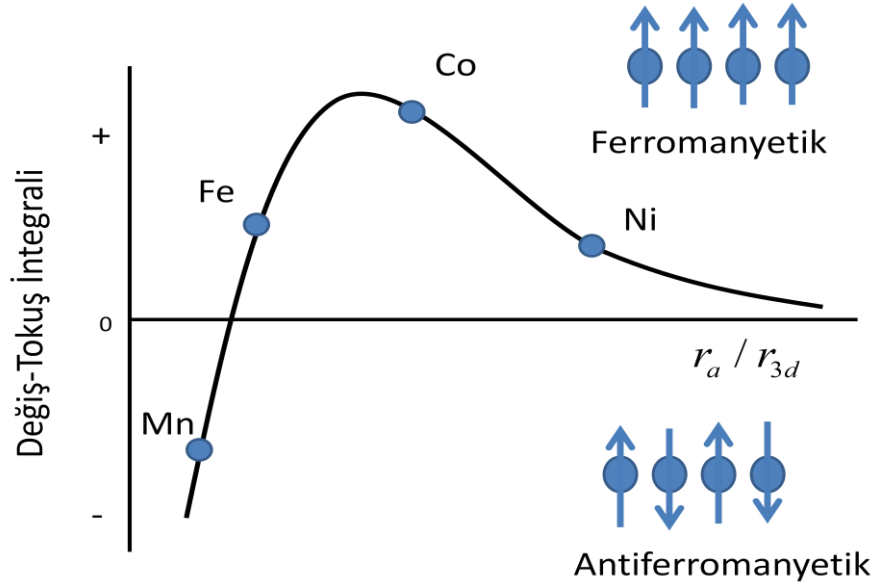


Şekil 1.8 Ferromanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin düzeni.

Spinlerin paralel veya antiparalel yönelimlerinin temelinde Coulomb etkileşmesi vardır. N tane spinden oluşan bir sistem için değiş-tokuş enerjisi denklem 1.6’da verilmiştir.

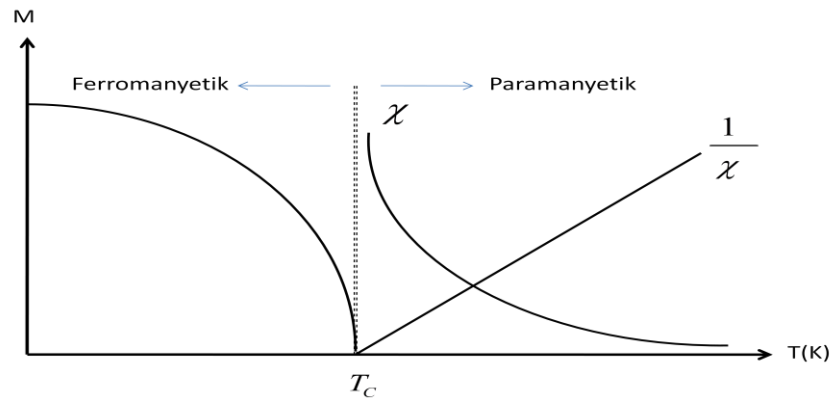
$$E_{ex} = -2J_{ex} \sum_{n=1}^N S_n \cdot S_{n+1} = -2J_{ex} S_n S_{n+1} \cos \theta \quad (1.6)$$

Denklem 1.6’daki J_{ex} değiş-tokuş integralini, S_n ve S_{n+1} en yakın komşu atomların spinlerini, θ gerçek durumda spinler arasındaki açıyı temsil etmektedir. Eğer spinler arasındaki $\theta = 0^\circ$ ise $\cos \theta = 1$ olur. Enerji değeri daima minimum olmak isteyeceğinden J_{ex} pozitif değer alır ve spinler paralel yönelmiş olur. Eğer $\theta = 180^\circ$ ise $\cos \theta = -1$ olur. Yine enerji minimum olmak isteyeceğinden J_{ex} negatif değeri alır ve spinler antiparalel yönelmiş olurlar (Şekil 1.9).



Şekil 1.9 Bethe-Slater Eğrisi.

Ferromanyetik malzemeler Curie sıcaklığı (T_c) denilen belli bir kritik sıcaklığın altında ferromanyetik özellik gösterirler. Bu sıcaklığın üstünde manyetik momentlerin düzenleri bozulur ve net mıknatıslanma sıfır olur. Yani bu sıcaklığın üstünde paramanyetik faza geçerler. Paramanyetik fazda manyetik duygunluk denklem 1.7'deki gibi verilir.

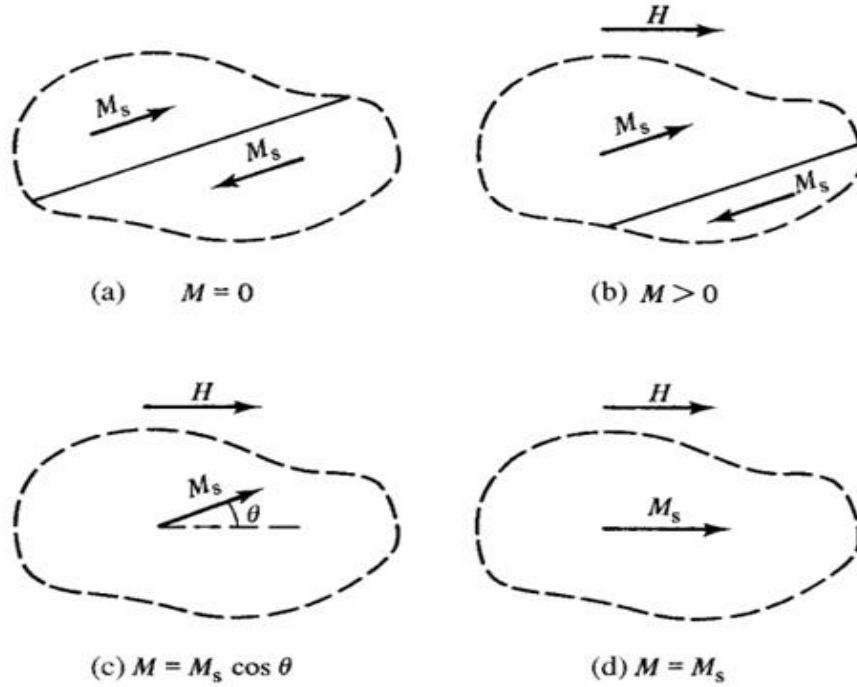


Şekil 1.10 Ferromanyetik malzemelerin duygunluğunun sıcaklığa bağlı değişim grafiği

$$\chi = \frac{M}{H} = \frac{C}{T - T_C} \quad (1.7)$$

Bir ferromanyetik malzeme demanyetize durumda domen olarak isimlendirilen birçok küçük bölgeye bölünmüştür. Her bir domen doyum değerinde kendi kendine

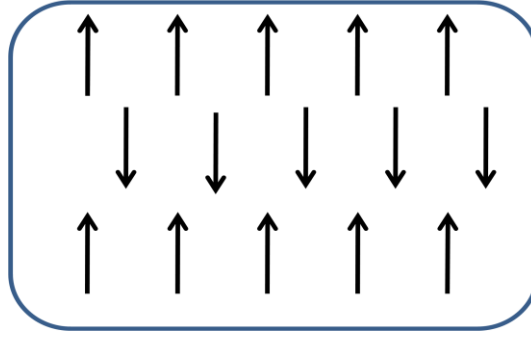
mıknatıslanmış durumda, fakat domenlerin mıknatıslanma yönü net mıknatıslanmayı sıfırlayacak şekilde yönelmiştir. Dolayısıyla ferromanyetik malzemeyi mıknatıslamak demek, çoklu domen durumundan tekli domen durumuna dönüştürmek demektir.



Şekil 1.11 Ferromanyetik bir malzemenin, dışarıdan uygulanan manyetik alan doğrultusunda domenlerindeki değişiklik [38].

Şekil 1.11 (a)'da domen duvarıyla ayrılmış iki domen parçası vardır ve zıt yönde ayrı ayrı mıknatıslanması vardır. Bu yüzden net mıknatıslanması sıfırdır. Şekil 1.11 (b)'de dışarıdan bir dış manyetik alan uygulandığında, alana yakın yerlerdeki domenlerin hacmi büyür [2]. Şekil 1.11 (c)'de alan uygulanmaya devam ettikçe aradaki domen duvarı yavaş yavaş kalkmaya başlayacak ve mıknatıslanma doyuma ulaşmaya çalışacaktır. Şekil 1.11 (d)'de alan uygulanmaya devam ederse belli bir doyum mıknatıslanmasından sonra tüm spinler alan doğrultusunda yönelir ve tek bir domen yapısı elde edilmiş olur.

Antiferromanyetik malzemelerde paralel ve antiparalel manyetik momentler birbirlerini yok edecek şekilde dizilmişlerdir (Şekil 1.12). Bu yüzden dışarıdan alan uygulanmadığında net manyetik momentleri sıfırdır. Dolayısıyla antiferromanyetik malzemeler kendiliğinden mıknatıslanmaya sahip değildir.

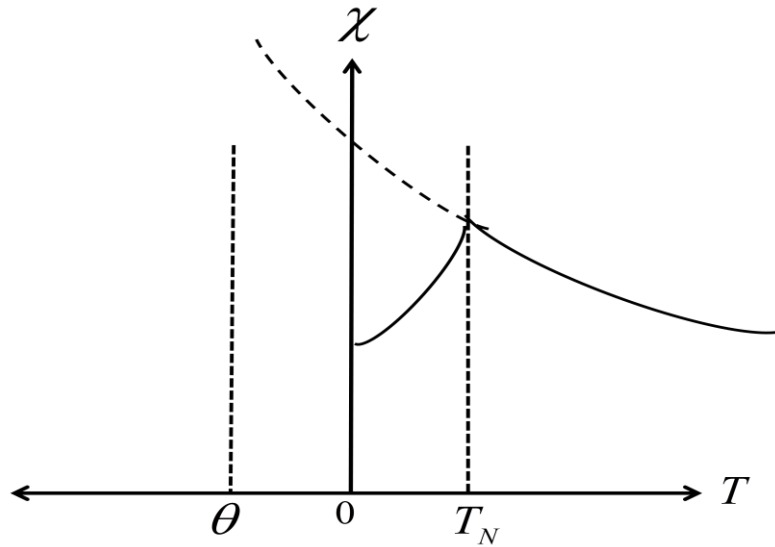


Şekil 1.12 Antiferromanyetik malzemelerin manyetik momentlerinin düzeni.

Aniferromanyetik yapıdaki spinler, bir geçiş sıcaklığı altında antiparalel şekilde dizilirler. Bu sıcaklığa Néel sıcaklığı (T_N) denir. $T = T_N$ olduğunda antiferromanyetik duygunluk sonsuz olmayıp, şekilde görüldüğü gibi küçük bir çıkıntı oluşturur. $T > T_N$ olan paramanyetik bölgede manyetik duygunluk denklem 1.8'deki gibi yazabiliriz.

$$\chi = \frac{C}{T + \theta} \quad (1.8)$$

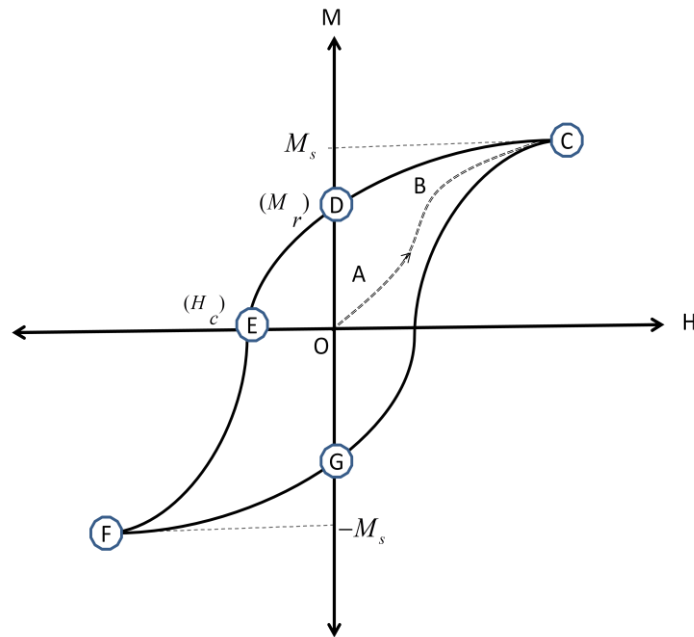
Sıcaklık T_N değerine kadar artırıldığında duygunluk düzgün bir şekilde artar (Şekil 1.13). Manyetik alana paralel sıralanmış olan spinler çok yüksek manyetik alanda süreksiz bir şekilde, enerjinin daha düşük olduğu dik duruma geçerler [2].



Şekil 1.13 Antiferromanyetik malzeme için sıcaklığa bağlı duygunluk grafiği.

1.3.1.1.1. Histeresis Eğrisi

Ferromanyetik malzemeleri karakterize ederken, uygulanan alana (H) karşı mıknatıslanma (M) ve sıcaklığa karşı (T) mıknatıslanma (M) grafikleri çizdirilir. Mıknatıslanma eğrisi, doyum mıknatıslanmasının büyüklüğü ve demanyetize durumdan doyum değerine hangi yolla ulaştığı hakkında bilgiler içerir.



Şekil 1.14 Histeresis Eğrisi

Şekil 1.14’de demanyetize durumdan ($M=H=0$) başlayarak, uygulanan alanın artmasıyla mıknatıslanma değeri de artmaya başlar ve OABC eğrisi elde edilir. OA eğrisi hemen hemen geri çevrilebilirdir ve uygulanan alan kaldırıldığında mıknatıslanma tekrar sıfır olur. Fakat A noktasından sonra artık geri dönülemez. Alanı daha da arttırmaya başladığımızda manyetik momentler alan doğrultusunda yönelmeye başlayacak ve kritik bir C değerinden sonra bütün manyetik momentler alan doğrultusunda yönelmiş olduğundan, alanı daha fazla artırsak da mıknatıslanma da bir artış meydana gelmeyecektir. Bu C noktasına doyum (saturation) mıknatıslanması denir. Eğer alan, C doyum durumundan azaltılırsa mıknatıslanma değeri giderek CBAO eğrisi boyunca değil de, CD eğrisi boyunca azalır. D noktasında alan ($H=0$) sıfır olduğu halde bir miktar mıknatıslanma vardır. Bu yüzden D noktasına kalıcı (remanence) mıknatıslanma denir. Manyetik alan sıfır

değerindeyken yönü ters çevrilerek artırıldığında malzemenin mıknatıslanması giderek azalır ve E noktasında mıknatıslanma sıfır olur. Bu E noktasına zorlayıcı (coercive) alan senir. Ters yönde uygulanan alan artırılmaya devam ettikçe EF eğrisini izleyerek artmaya devam eder ve ters yönde doyuma ulaşır (F). Tekrar alan pozitif yönde artırılmaya başladığında FGC eğrisini izleyerek tekrar C noktasında doyuma ulaşır. Böylelikle Histeresis Eğrisi tamamlanmış olur.

1.3.1.2. Süperparamanyetizma

Manyetik malzemelerin ölçüleri her üç boyutta da küçültüldüğünde nanoparçacık yapılar elde edilir. Bu yapıların manyetik özelliklerindeki değişim çok farklı hale gelebilir. Örneğin makroskopik boyutlarda ferromanyetik özellik gösteren bir malzeme belli bir kritik değer altına kadar küçültüldüğünde paramanyetik özellik gösterebilir. Atomların spinleri birbirlerine paralel olmasına rağmen bu parçacıklardan oluşan daha küçük yapıların mıknatıslanması paramanyetik bir malzemenin mıknatıslanması gibi olabilir.

Süperparamanyetizma küçük boyutlarda kristaliteye (boyutu yaklaşık 1-10 nm) yapısına sahip malzemelerde görülür. Dışarıdan bir manyetik alan uygulanmadığında kristaldeki bütün manyetik momentler alan yönünde yönelme eğilimi gösterir.

Bir kristalin mıknatıslanmasını değiştirmek için gerekli olan enerjiye kristal anizotropi enerjisi (E_a) denir. Bu enerji kristalin boyutlarına ve malzemenin özelliğine bağlıdır.

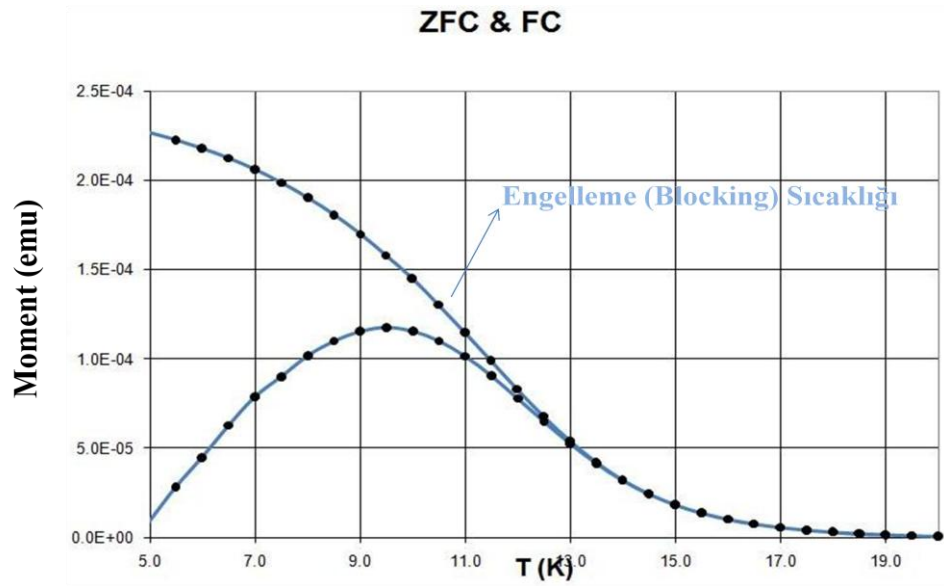
$$E_a = KV \quad (1.9)$$

Denklem 1.9'daki K anizotropi sabiti, V malzemenin hacmidir. Bu denklemde de görüldüğü gibi malzemenin boyutları küçüldüğünde enerjisi azalıyor ve sıcaklığı azalıyor. Bunun sonucu olarak da malzeme süperparamanyetik oluyor.

Normalde, manyetik malzemedeki bağlanma kuvveti, manyetik alan uygulandığında komşu atomların manyetik momentlerinin yönelimini sağlar ve Curie sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda termal enerji bağlanma kuvvetinin üstesinden gelir ve manyetik momentler rastgele şekilde yönelirler. Böylelikle manyetik düzen

bozulmuş olur ve malzeme paramanyetik gibi davranır. Bu süperparamanyetizma olarak adlandırılır.

Termal enerjisinin, küçük parçacıklardaki anizotropi enerjisinin üstesinden geldiği sıcaklığa engelleme (blocking) sıcaklığı denir. Süperparamanyetik malzemeler ferromanyetik ve paramanyetik fazı aynı sıcaklıkta gösterirler. Bunun için ayırt etmenin en etkili yolu sıcaklığa bağlı mıknatıslanma grafiğidir (Şekil 1.15). Yani alansız soğutma (ZFC) ve alanlı soğutma (FC) yapılarak elde edilen mıknatıslanma grafiğidir.



Şekil 1.15 Süperparamanyetik malzemeler için sıcaklığa bağlı mıknatıslanma eğrisinde engellenme sıcaklığının gösterim grafiği [43].

Süperparamanyetik limit, manyetik kayıt endüstrisinde önemli bir faktördür. Kayıt yoğunluğu direkt belirlenebilir küresel parçacıklarda bilginin bir kısmı 10 yıldan daha fazla bir süre saklanabilir [44].

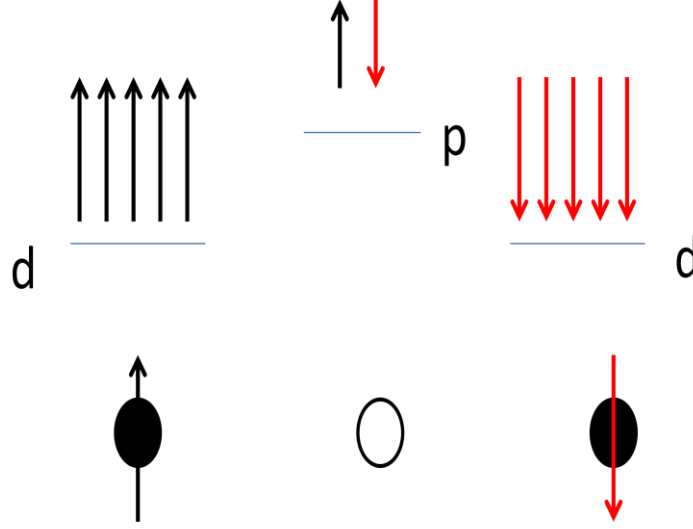
Tüm bu temel manyetizma bilgisinin yanı sıra elde edilen InN ve GaN malzemelerinin manyetik karakterizasyonları incelendiğinde çeşitlilikler gözlemlenmiştir. Bu manyetik karakterizasyonları daha anlaşılır hale getirmek için teorik çalışmalar yapılmıştır.

1.3.2. DMS'lerdeki Ferromanyetizmayı Açıklamak için Teorik Yaklaşımlar

Yarıiletken malzemelere manyetik iyonlar katkılanırıldığında yarıiletken malzemenin atomlarıyla manyetik iyonlar arasında bir etkileşme mekanizması söz konusudur. Bu etkileşmeler malzemenin toplam mıknatıslanmasına etki eder. Bu etkileşmeler temel olarak direkt ve indirekt değiş-tokuş etkileşmesi olmak üzere iki başlık altında incelenir. Bu bölümde bunları kısaca açıklayacağız.

Direkt değiş-tokuş etkileşmesi en yakın komşu manyetik atomlar arasında gerçekleşir. Bu atomlar arasındaki değiş-tokuş etkileşmesi elektronlar arasındaki Coulomb etkileşmesinden kaynaklanır. Pauli dışarlama ilkesi gereğince paralel spinli elektronlar aynı enerji durumunda bulunamazlar ve birbirlerini iterler. Bu da Coulomb etkileşmesinin azalmasına sebep olur. Dolayısıyla spinlerin paralel yönelimi ile antiparalel yönelimindeki değiş-tokuş enerjisinde farklılıklar meydana gelir. Genellikle atomların yörüngeleri yeterince etkileşemediğinden çoğunlukla görülen bir etkileşme değildir. Daha çok yarıiletken malzemeleri manyetik yapmak için görülen etkileşme türü indirekt değiş-tokuş etkileşmesidir.

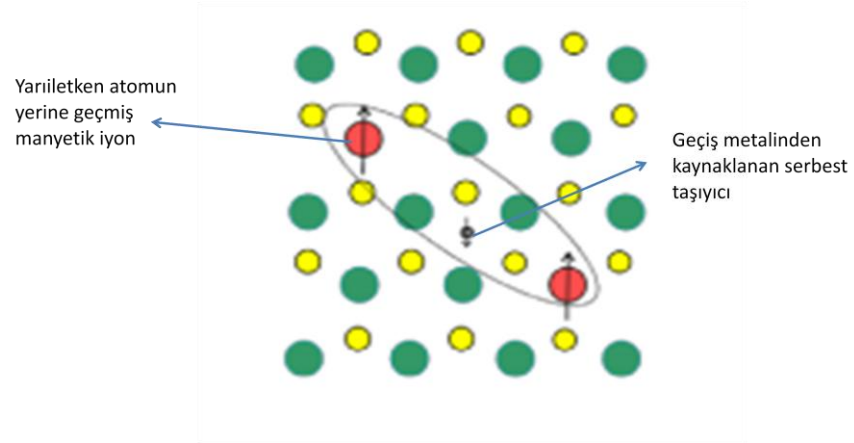
Şekil 1.16'da görüldüğü gibi geçiş metalinin d kabuğundaki yarı dolu elektronlar yarı iletkenin p kabuğundaki elektronların spinlerinin yönelmesine sebep olacaktır. Bu direkt değiş-tokuş etkileşmesinin bir sonucudur. Diğer yandan yarı dolu d kabuğunun elektronları ile taşıyıcıların etkileşmesi indirekt değiş-tokuş etkileşmesi olarak açıklanmaktadır. Zener tarafından ortaya atılan Zener modeline göre ferromanyetizma, indirekt değiş-tokuş etkileşmesinin direkt etkileşmeye baskın olduğu durumlarda gözlemlenir [36].



Şekil 1.16 Yarıiletken malzemedeki direkt değiş-tokuş etkileşmesi

Adını kurucuları olan Ruderman, Kittel, Kasuya ve Yosida bilim adamlarının baş harflerinden alan RKKY modelini açıklamak istersek, bu mekanizma temel olarak, nispeten daha uzak mesafelerdeki bant elektronlarının coulomb etkileşmesine girerek manyetik momentlerin eşleşmesi esasına dayanır. Bu model serbest taşıyıcı konsantrasyonu ile açıklandığı için taşıyıcı konsantrasyonunun fazla olduğu sistemlerde görülür.

Yarıiletken bir malzemeden, DMS elde etmek için manyetik iyon katkılındığında atomların büyüklüğüne göre ya manyetik iyon yarıiletken kristalindeki bir yerel (localize) atomun yerine geçer ya da aradaki boşluklara yerleşir. Manyetik iyonların varlığı yerel manyetik momentler ve gezici serbest taşıyıcıların spinleri arasında p-d değiş-tokuş etkileşimi yoluyla serbest taşıyıcıların davranışını etkiler [37]. Geçiş metalleri 4s yörüngelerinde değerlik elektronlarına sahip ve 3d kabukları yarı dolu elementlerdir (örneğin: Mn elementinin elektriksel düzeni $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^5$). Dolayısıyla bir yarıiletken malzemeye Mn katkılındığında, sisteme serbest taşıyıcı katkılanmış olacağız. Bu durumda serbest taşıyıcılar ile lokalize manyetik momentler arasında bir etkileşme olur. $Ga_xMn_{1-x}N$ malzemesinde ferromanyetizma gözlemlenmiş ve RKKY modeli ile açıklanmıştır. Mn elementinin spinleri genellikle antiferromanyetik dizilimdedirler. Ama bir sisteme katkılındığında serbest taşıyıcı (hole) gibi davranacağından, sistemin manyetik momentleriyle etkileşime girip spinlerin ferromanyetik dizilimine sebep olacaktır. Bu durum Şekil 1.17’de de gösterilmiştir.



Şekil 1.17 Yarıiletken içinde indirekt değiş-tokuş etkileşmesi.

BÖLÜM 2

2. DENEYSEL TEKNİKLER

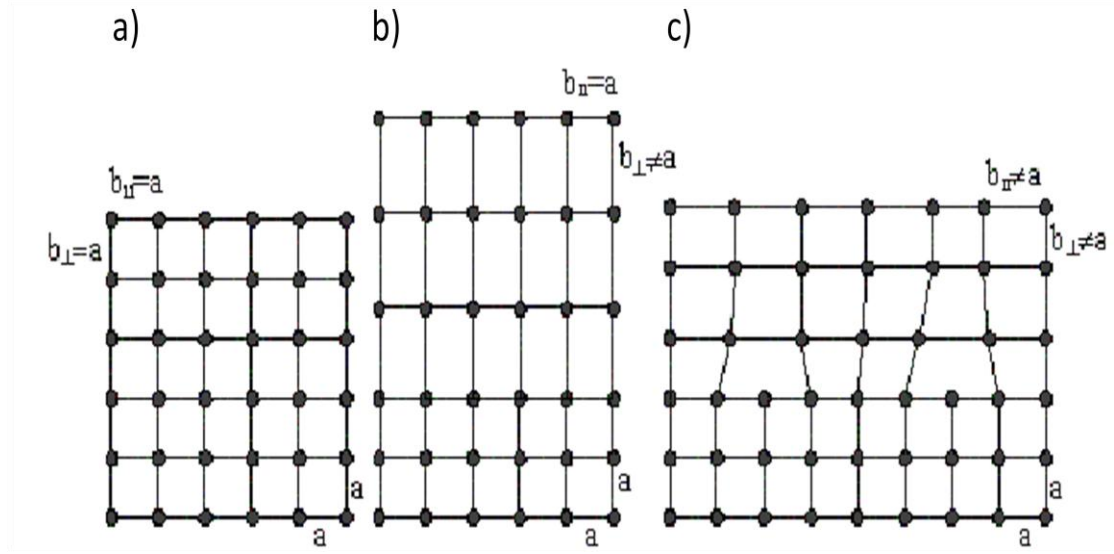
2.1. FİLM BÜYÜTME YÖNTEMLERİ

2.1.1. Moleküler Işın Epitaksi (MBE)

Transistörlerin icadı ve bilgisayar çağının başlamasıyla, bilim adamları daha kusursuz ve saf yüzeylere sahip yarıiletken film üretme arayışına girmişlerdir. Çünkü yeni nesil yarıiletkenler, mükemmel ve aşırı saflıkta yarıiletken kristal yapısına bağlıdır. Bunun sonucu olarak yeni film büyütme teknikleri geliştirilmiştir. Alttaş üzerine tabaka büyütme için yaygın olarak kullanılan 3 teknik vardır. Bunlar; kimyasal buhar biriktirme (CVD), fiziksel buhar biriktirme (PVD), ve moleküler ışın epitaksidir. Bunlardan en önemlisi moleküler ışın epitaksi (MBE) yöntemidir. MBE sistemi, moleküler tabaka kontrolü ile yüksek kalitede epitaksiyel olarak alttaş üzerine büyütülen filmin kaliteli kristal düzen oluşturduğu yapı üretimi için kullanılan ultra yüksek vakum gerektiren bir sistemdir. MBE tekniği ultra yüksek vakum gerektirdiği için karmaşık bir sistemdir. MBE tekniği, Knudsen hücrelerden (efüzyon hücresi) ultra yüksek vakum (UHV) altında elde edilen atomik veya moleküler ışınların tek kristal alttaş üzerine yönlendirilmesine dayanan bir film büyütme tekniğidir [45-46].

2.1.1.1. Epitaksiyel Film Büyütme

Epitaksi, tek kristal alttaş üzerine yönelimli kristal büyütme işlemine denir. Epitaksiyel büyütmede, büyütülen malzeme ile alttaşın aynı olduğu “homoepitaksi” yöntemi ve farklı olduğu “heteroepitaksi” yöntemi uygulanmaktadır. Heteroepitaksiste, film ve alttaş farklı malzeme olduğu için örgü sabitleri de farklıdır. Bundan dolayı da film ve alttaşın ara yüzeyinde uyumsuzluk (misfit) oluşabilir. Uyumsuzluklar filmin kristal yapı diziliminde elastik gerinmeye sebep olacaktır. Bu durumda film ara yüzeyde alttaşın periyodik yapısına uyar. Sonra birim hücre hacmini korumak için dik yönde bozulabilir [47]. Buna uyarlanmış büyüme denir ve bu büyüme şekilleri Şekil 2.1’de görülmektedir.



Şekil 2.1 a) örgü uyumlu, b) uyarlanmış, c) dislokasyonlu heteroepitaksiyel büyüme [47].

MBE büyütmeye kristalleşme, alttaş yüzeyine çarpan atomların veya moleküllerin yüzeye tutunmaları; tutunan moleküllerin ayrışması ve yüzeyde yayılmaları; atomların, alttaşın veya büyüyen tabakanın kristal örgüsü ile birleşmesi; kristal örgüye tutunmayan atom veya moleküllerin termal olarak ayrışması şeklinde 4 temel adımda özetlenebilir.

2.1.1.2. MBE Sistemini Meydana Getiren Temel Bileşenler ve Çalışma Prensi

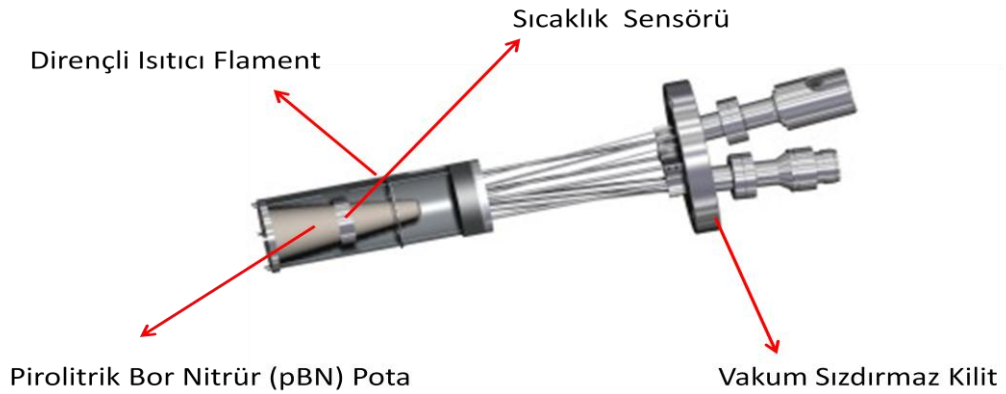
MBE sistemini meydana getiren temel bileşenler; UHV elde etmek için vakum odası (chamber) ve pompalar, büyütölmek istenen malzemenin buharlaşıp atomik veya moleküler ışın hale gelmesini sağlayan Knudsen (Efüzyon) hücreleri, alttaşın ısıtılmasını sağlamak için alttaş ısıtma sistemi ve büyütme kontrolü bir şekilde sürdürebilmek için kullanılan kapakçıklar (shutter)dır.

Film yüzeyini mümkün olan tüm kirliliklerden arındırmak için büyüme yüksek vakum (10^{-8} - 10^{-11} Torr) koşulunda gerçekleştirilir. Vakum odası önce sisteme bağlı mekanik pompalar yardımıyla 10^{-3} mertebesine kadar pompalanır. Sistem kirliliklerden arındırıldıktan sonra büyüme için uygun vakum değerine ulaşana kadar turbo pompa ile pompalanır. n birim zamanda birim yüzey alanına çarpan gaz atomlarının sayısı olmak üzere;

$$\frac{dn}{dt} = \frac{P}{\sqrt{2\pi mkT}} cm^{-2}s^{-1} \quad (2.1)$$

burada P basınç, m atomik kütleyi, k Boltzmann sabitini ve T sıcaklığı ifade etmektedir.

Knudsen (Efüzyon) hücreleri atomik veya moleküler ışın oluşturmak için kullanılan sistemdir. MBE sistemi içinde birden fazla efüzyon hücresi bulunabilir ve her biri ayrı malzemeyi buhurlaştırmak için kullanılabilir. Efüzyon hücrelerinin potası, içerideki basıncın kullanılan malzemenin denge buhar basıncına eşit olması ve çemberin içindeki ultra yüksek vakum şartlarının korunması için kullanılan malzemeye göre farklı hücre şekline sahiptir. Efüzyon hücrelerinde kullanılan malzeme, kullanılan kaynak malzemenin buharlaşma sıcaklığına göre, Molibden(Mo), Tantal(Ta), seramik, Al_2O_3 ve pirolitrik Bor Nitrür (pBn) yapıda olabilir. Şekil 2.2’de basit bir efüzyon hücresinin şematik görüntüsü görülmektedir.



Şekil 2.2 Knudsen (Efüzyon) Hücresi [48].

Kullanılmak istenen malzeme pota içine yerleştirilir. Kullanılan kaynak maddeye göre, flamente akım verilerek kaynak malzeme buharlaştırılır. Sıcaklık, pota altına ve yan yüzeylere yerleştirilen sensör yardımıyla kontrol edilebilir. Kapakcıklar (shutter) açılarak buhar haline gelen malzeme altaşa yönlendirilir. Ultra yüksek vakum olması buhar fazındaki atom veya moleküllerin etrafa saçılmasını önler. p denge buhar

basıncı, A hücre ağzının kesit alanı, N avagadro sayısı, M kaynak maddenin atomik kütlesi ve T_h hücre sıcaklığı olmak üzere hücreden çıkan atom sayısını;

$$\Gamma = \frac{p.A.N}{\sqrt{\pi M R T_h}} \quad (2.2)$$

denklemleriyle yazabiliriz. Buna bağlı olarak depolama oranı

$$J = \frac{\Gamma}{\pi.L^2} (atom / cm^2.s) \quad (2.3)$$

denklemleriyle yazılır. Burada L efüzyon hücresi ile örnek arasındaki mesafeyi ifade etmektedir.

2.1.2. İyon Aşılama (İmplantasyon)

İyon aşılama yöntemi, büyütmeden sonra yarıiletken ince filmleri katkılama metodlarından en basitidir. Pratikte çeşitli iyon aşılama yöntemleri mevcuttur. Bunların hepsinin temel çalışma prensibi, atomlara dışarıdan enerji verilip onları iyonize etmek suretiyle oluşturulan iyonlar elektrik ve manyetik alan kuvvetleriyle yönlendirilip, hızlandırılarak katı numuneler üzerine bombardıman etmektir. Genellikle iyon enerjileri 10 ile 500 KeV arasındadır. Bu yöntemde katkılama numunenin yüzeyinden yapılmaktadır. Aşılama sonucu iyonların numuneye nüfus ettiği derinlik, iyonların hızlanarak kazandığı kinetik enerjisi değerine bağlıdır. Birim alan başına aşılama iyonlarının sayısı iyonların akımı ile ilişkilidir. I iyonların elektrik akımı, q elektronun yükü, A aşılama yapılan alan ve T aşılama süresi olmak üzere birim alan başına doz miktarını

$$Q = \frac{1}{qA} \int_0^T I.dt \quad (2.4)$$

şeklinde yazabiliriz.

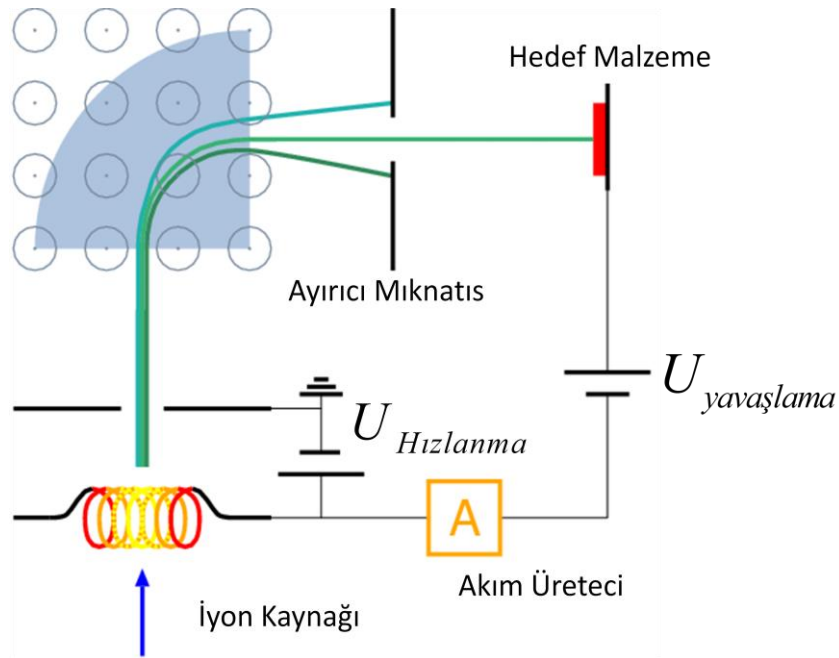
Numune yüzeyine hızlandırılan iyonların numunenin atomlarıyla çarpışması sonucu iki tür etkileşme vardır.

1-Nükleer durma; iyonların atomlarla çarpışması sonucunda, iyonlardan atomun çekirdeğine enerji aktarımı olur. İyonun enerjisi yeterince kuvvetliyse atomun yerinden kopmasına neden olur. Bu kristal yapısının bozulmasına sebep olur.

2-Elektronik durma; burada ise çarpışma sonucu iyonlar atomların elektronlarına enerjilerini aktarırlar. Böylece iyonlar enerjilerini kaybederler. Elektronik çarpışma kristal yapıda bozulma meydana getirmez.

Bu nükleer ve elektronik durma etkilerinin sonucu olarak iyonların bir kısmı atomları koparıp altına gömülebilir ve bir kısmı da rastgele açılarda saçılabilir. Aşılama sonucu kristalde meydana gelen hasarlar ısıtma (annealing) yapılarak giderilir.

İyon aşılama tekniğinin; iyon doz değerinin ve iyon hızının kontrol edilmesi gibi avantajları vardır. Bunun yanında; aşılama cihazının çok pahalı olması, çok derin ve çok geniş aşılama yapılması, altına zarar görmesi ve buna bağlı olarak malzeme yüzeyinde çatlakların oluşması gibi dezavantajları da vardır.



Şekil 2.3 İyon aşılama düzeneğinin şematik gösterimi [49].

Şekil 2.3’de iyon aşılama düzeneği gösterilmektedir. Sistem temel olarak; istenen iyonun üretildiği iyon kaynağı, üretilen iyonların altına yönlendirmek için hızlandırıcı, hızlanan iyonların hedef malzemenin istenen yerine aşılama yapabilmek

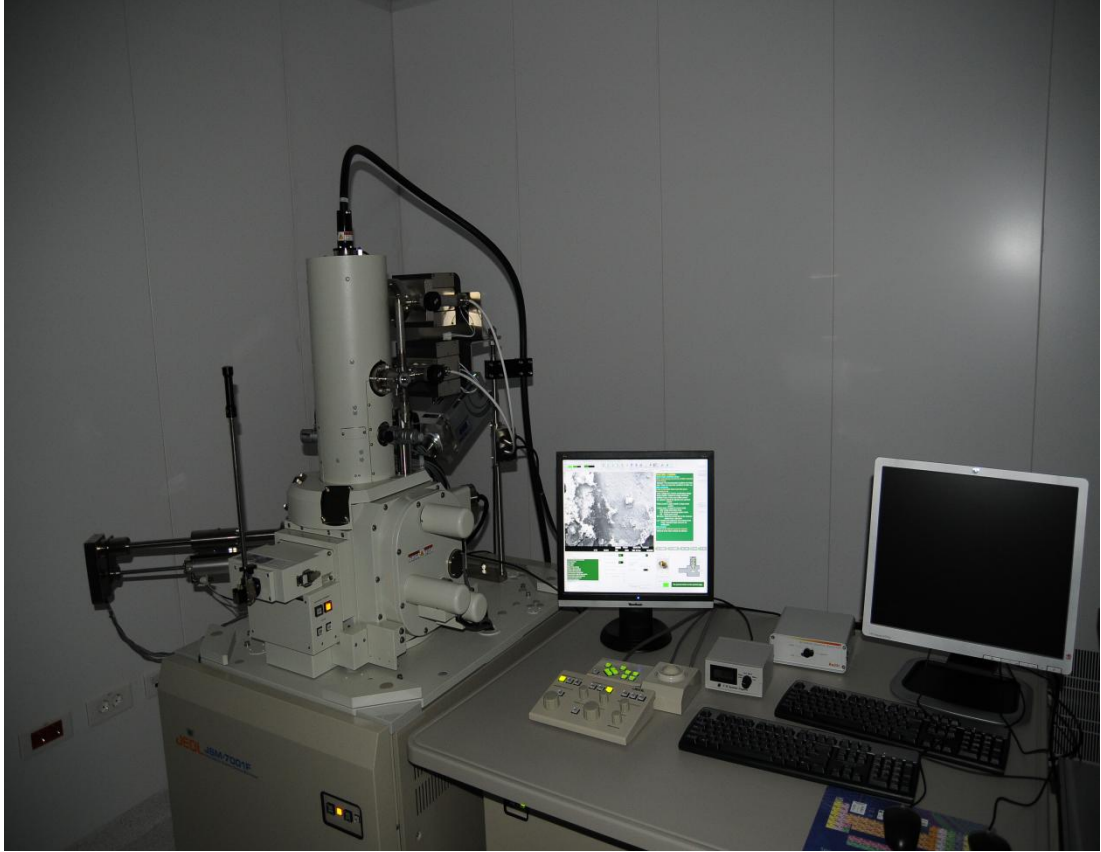
için iyon demetini ayıran ayırıcı mıknatıs ve numunenin yerleştirildiği hedef haznesinden oluşmaktadır.

2.2. YAPISAL KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ

2.2.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

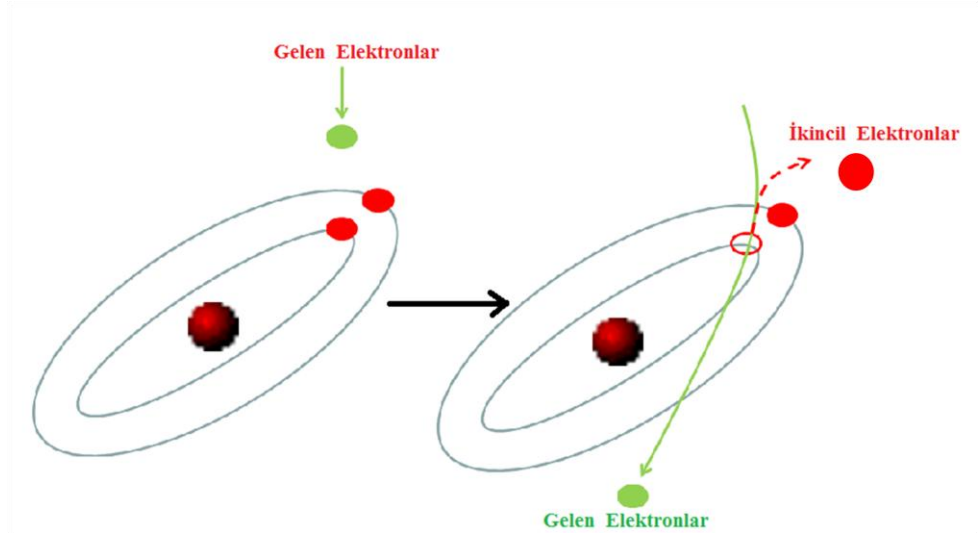
İnsan gözünün çok ince ayrıntıları görebilme olanağı sınırlıdır. Bu nedenle görüntü iletimini sağlayan ışık yollarının merceklerle değiştirilerek daha küçük ayrıntıların gözlemlenmesine olanak sağlayan optik cihazlar geliştirilmiştir. Ancak bu cihazlar, gerek büyütme miktarlarının sınırlı oluşu gerekse elde edilen görüntü üzerinde işlem yapma imkanının olmayışı nedeniyle araştırmacıları yeni sistemler geliştirmeye yönlendirmiştir. Elektronik ve optik sistemlerin birlikte kullanımı ile tasarlanmış taramalı elektron mikroskobu bu amaca hizmet eden cihazlardan biridir.

Taramalı elektron mikroskobu, katı örneklerin karakteristik mikro yapılarının incelenmesi ve analiz edilmesi için kullanılan çok yönlü bir cihazdır. SEM’de görüntü elde edilecek numunenin yüzeyi yüksek enerjili elektron demetiyle taranır. Bu teknikte yüzeyden çeşitli türde sinyaller oluşturulur. Bunlar geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlar, Auger elektronları, x-ışını floresans fotonları ve değişik enerjili diğer fotonlar. Yüzeyden gelen bu sinyaller farklı dedektörler kullanılarak elektrik sinyallerine dönüştürülür ve yüzeyin görüntü bilgisi elde edilir. Şekil 2.4’de de görüldüğü gibi bu sistem optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır.

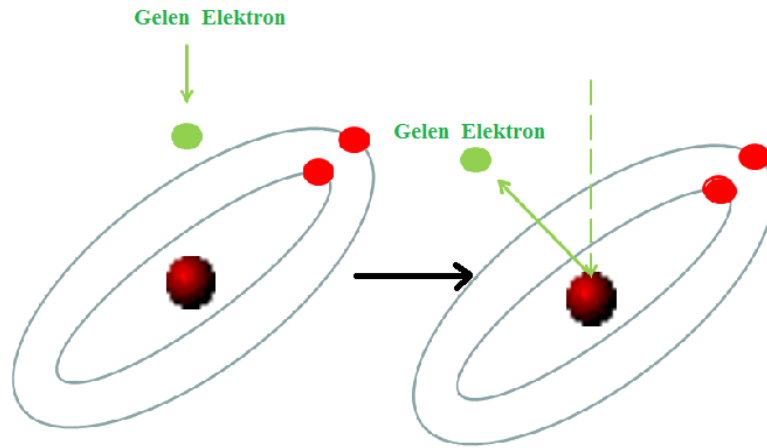


Şekil 2.4 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) şematik gösterimi.

Optik kolon kısmında; elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronu numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için yoğunlaştırıcı mercekler, demeti numune üzerine odaklayabilmek için objektif merceği ve elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10^{-4} Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır.



Şekil 2.5 İkincil elektronların oluşumu.



Şekil 2.6 Geri saçılan elektronların oluşumu.

Yüksek voltaj altında ivmelendirilen elektronlar ile numune arasında etkileşme sonucu bir girişim oluşur. Yüksek enerjili demet elektronları numune atomlarının dış yörünge elektronları ile elastik olmayan girişim yaparlar ve bunun sonucunda düşük enerjili Auger elektronları oluşur. Bu elektronlar numune yüzeyi hakkında bilgi taşırlar. Yine yörünge elektronları ile olan girişimler sonucunda yörüngelerinden atılan veya enerjisi azalan demet elektronları numune yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanırlar. Bu elektronlar ikincil (seconder) elektron olarak tanımlanır (Şekil 2.5). İkincil elektronlar numune odasında bulunan sintilatörde toplanarak ikincil elektron görüntüsü sinyaline çevrilir. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10

nm veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır.

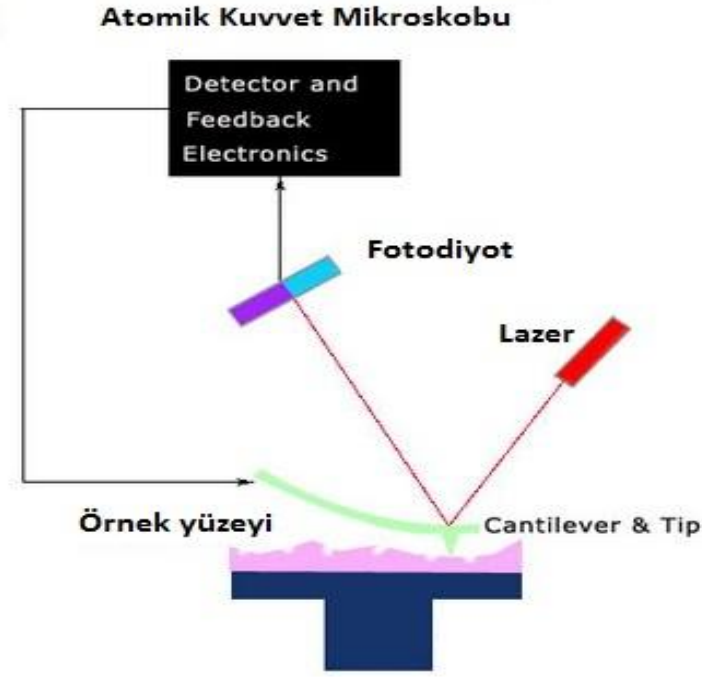
2.2.1.1. Enerji Dağılımlı Spektrometre (EDS) Yöntemi

Numunenin yüzeyine yüksek enerjili elektronlar çarptığında bu çarpışmalardan dolayı, numune yüzeyinden bazı elektronlar kopar. Eğer bu elektronlar çekirdeğe yakın yörüngelerden koparılmışlarsa atomlar kararlılıklarını kaybeder. Tekrar kararlı hale gelebilmek için dış yörüngelerdeki elektronlar iç yörüngelerdeki boşlukları doldurur. Dış yörüngedeki elektronların enerjileri iç yörüngelerdeki elektronların enerjilerinden daha yüksek olduğu için, dış yörünge elektronları iç yörüngeleri doldururken enerji seviyeleri arasındaki fark kadar enerji kaybeder. Bu kaybedilen enerji x-ışını şeklinde ortaya çıkar. Ortaya çıkan x-ışınlarının enerjisi ve dalga boyu atoma ait karakteristik bir bilgidir. Dolayısıyla numunenin elemental analizini yapmak mümkün olmaktadır.

EDS, numunelerin kimyasal karakterizasyonunu veya elemental analizini yapmak için kullanılan bir tekniktir. EDS’de ilgilenilen sinyaller, SEM’de elektron bombardımanı sonucu numuneden elde edilen ve her elemente özgü olan x ışınları sinyalleridir. Karakteristik x ışınlarının analizi ile çap olarak birkaç mikrometreye kadar küçük hacimlerde bilgi sağlanabilir.

2.2.2. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

AFM, nano boyutta bir ucun (tip) herhangi bir yüzeyle etkileşmesi sonucu ortaya çıkan kuvvet ilişkilerinin izlendiği bir sistemdir. Üç boyutlu yüzey görüntüsü elde etmek, yüzey pürüzlülüğünün tespiti ve nano boyutta kalınlık ölçümü amacıyla kullanılır.



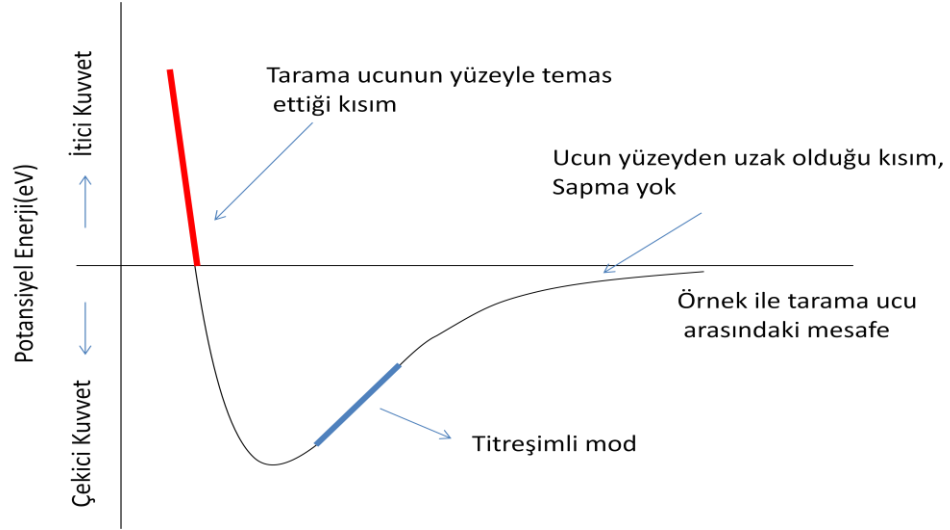
Şekil 2.7 Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) gösterimi.

Şekil 2.7’de görüldüğü gibi 1 mm boyutundaki desteğin (cantilever) ucuna yerleştirilmiş birkaç mikron uzunluğunda ve atomik sivrilikte bir uç ile numune yüzeyi taranır. Tarama esnasında uç-örnek yüzeyi arasında oluşan kuvvetler cantilever’in sapmasına sebep olur. Cantilever’in arkasına odaklanan lazer ışığı ile bu saptmalar hassa bir dedektör yardımıyla okunur ve yüzey topografisi elde edilir.

AFM’nin temel çalışma prensibi atomların çekirdek ile elektronları arasındaki elektrostatik etkileşmelerin sonucu olarak ortaya çıkan kuvvete dayanır. Uzak mesafelerde, etkileşmeler ihmal edilebilir, fakat atomlar yaklaşmaya başladıkça birbirlerine kuvvet uygulamaya başlarlar. Bu kuvvetler çekici ve itici olmak üzere iki türdür ve her birinin büyüklüğü atomlar arası uzaklığa bağlı olarak değişir. Çekici kuvvet uzak mesafelerde atomlar arasında görülen bağdan kaynaklanır. Katılarda atomları bir arada tutan uzun mesafeli kuvvetler, değerlik (valans) elektronları ile iyonlar arasındaki coulomb etkileşmesiyle ilgilidir. İki atom, dış kabukları çakışmaya başlayacak kadar birbirlerine yaklaşırsa bu kez kısa mesafede itici kuvvet etkin olur.

Yukarıda anlatılan temel çalışma prensibi göz önüne alındığında AFM’de uç ve yüzey arası mesafeye bağlı olarak itici ve çekici kuvvetler oluşacak ve bunun sonucu

olarak cantilever’de oluşan sapmalar yüzey pürüzlülüğü (roughness) hakkında bilgi verecektir.



Şekil 2.8 Lennard-Jones Potansiyeli

AFM işlem modu uç mesafesine göre temaslı, temassız ve titreşimli olmak üzere üç modda incelenir. Uç yavaşça numune yüzeyine yaklaştırıldığında uç zayıf bir çekici kuvvet etkisi altına girer ve cantilever’de sapma ölçülemez. Uç ile numune yüzeyi arasındaki mesafe birkaç angstrom mertebesine geldiğinde artık uç ile numune yüzeyi arasında fiziksel bir temas başlar. Ve artık uç itici bir kuvvetin etkisi altına girer. Bu itici ve çekici kuvvetlerin Lennard-Jones potansiyeli grafiğiyle gösterimi Şekil 2.8’deki gibidir. Bu kuvvetlerin etkisiyle cantilever’de oluşan sapmalar algılanıp bir DC geri besleme amplifikatör sistemi aracılığıyla aşağı-yukarı hareket ettirilir. Topografik AFM görüntüleri, sabit kuvvet modu ve sabit yükseklik modu olmak üzere iki şekilde incelenir. Sabit kuvvet modunda cantilever sapması bir sistem tarafından tarayıcı yüksekliğinin sürekli ayarlanması ile sabitlenir. Görüntü tarayıcının hareketinden elde edilir. Sabit yükseklik modunda tarayıcı yüksekliği sabittir. Bu mod düz yüzeylere sahip numunelerin atomik ölçekli görüntülerinin elde edilmesi ve değişen yüzeylerin gerçek zamanlı görüntülerinin hızlı kaydedilmesi için kullanılır.

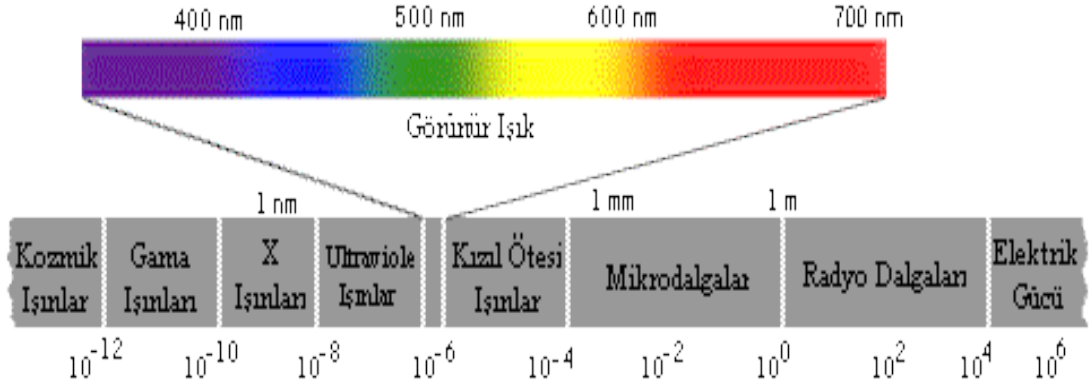
Titreşimli modda cantilever kendi rezonans frekansında titreştirilir. Uç, her bir salınımda numune yüzeyi ile anlık fiziksel temasta bulunur. Periyodik salınım genliğindeki ve fazındaki değişimler yüzey hakkında bilgi taşır.

Temassız modda ise uç ile numune yüzeyi arasındaki mesafe $50-100 \text{ \AA}$ 'dır. Bu yüzden uç zayıf çekici kuvvetlerin etkisi altındadır. Şekil 2.8'de de görüldüğü gibi bu modda yüzey yükseklik değişimine daha az duyarlıdır. Cantilever, rezonans frekansına yakın bir frekans değerinde titreştirilir. Rezonans frekansı ve titreşim genliği tarayıcı uç yüksekliğini kontrol eden geri besleme sistemi tarafından sabit tutulursa kuvvetin gradyanının ölçümünü verecektir. Yani uç ile örnek arasındaki mesafeyi verir. Temaslı moda göre daha avantajlıdır. Çünkü yüzeyle fiziksel teması olmadığı için yüzeyde oluşacak hasarlar engellenmiş olur.

SEM, TEM (geçişli elektron mikroskobu) görüntüleme teknikleri gibi vakum ortamı gerektirmez. Kaplama numune hazırlığı gerektirmediği için yüzeye zarar vermez. Ayrıca malzemenin analiz edilebilmesi için elektriksel iletken olması gerekmez. Bu gibi avantajlarından dolayı AFM pratik ve maliyeti düşük bir uygulamadır.

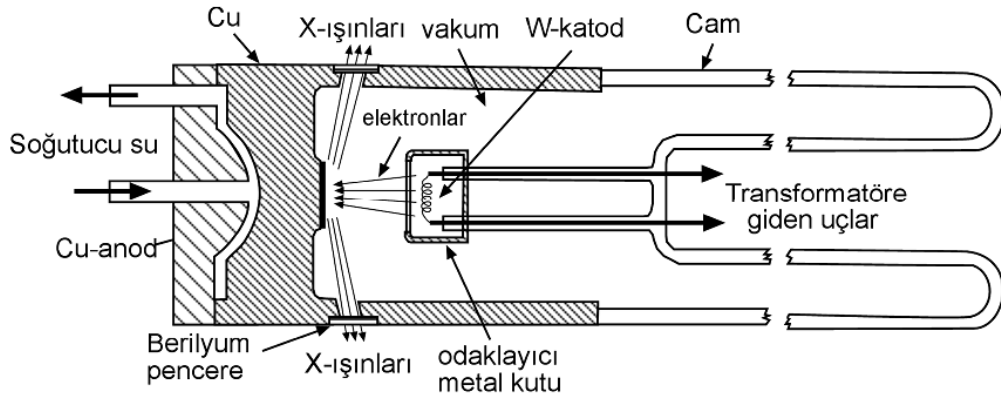
2.2.3. X-Işını Kırınım (XRD)

Kristalografi; kristal yapısını inceleyen bilim dalıdır. Herhangi bir kristalin hangi kristal yapıda olduğu kristalografik yöntemlerle belirlenir. Günümüzde görüntüleme yöntemlerinin temelini oluşturan x-ışınları Alman Fizikçi Wilhelm Conrad Röntgen tarafından keşfedilmiştir. x-ışınları yüksek enerjili ($E \approx 120 \text{ eV} - 120 \text{ keV}$) ve düşük dalga boyuna ($\lambda \approx 0.01 - 10 \text{ nm}$) sahip elektromanyetik dalgalardır. Dalga boyları küçük ($0.5 - 1 \text{ \AA}$) malzemeye giricilik dereceleri fazla olan x-ışınlarına **sert x-ışınları**, dalga boyları büyük ($0.5 - 2.5 \text{ \AA}$) malzemeye giricilik dereceleri az olan x-ışınlarına da **yumuşak x-ışınları** denir. X-ışınları Şekil 2.9'da gösterildiği gibi elektromanyetik spektrumun mor ötesi bölgesi ve gama ışınları bölgesi arasında yer alır,



Şekil 2.9 Elektromanyetik Spektrum

X-ışınları, elektron kaynağı, hızlandırıcı yüksek voltaj ve iki metal elektrot (anot ve katot) içeren bir x-ışını tüpünden oluşmaktadır [50]. Tipik bir x-ışını tüpü Şekil 2.10'de görülmektedir.



Şekil 2.10 X-ışını oluşum mekanizması [51].

Yüksek hızlara sahip serbest elektronlar metal bir hedef üzerine çarparlar ve sahip oldukları enerjilerinin tamamını veya bir kısmını çarptıkları metal atomlarına aktararak, çok küçük dalga boyuna sahip elektromanyetik dalgaların salınmasına neden olurlar. Havaşı boşaltılmış katot ışınları tüpünün, katodundan salınan elektronlar, anot ile katot arasına uygulanan yüksek gerilim etkisi altında ivmelenir ve böylece yüksek hızlara ulaşırlar. Bu hızlı elektronlar anota çarptıklarında, anot hedef x-ışını kaynağı haline gelir. Elektronların kinetik enerjilerinin büyük bir kısmı

hedefte ısıya dönüşeceğinden hedefin soğutulması gerekmektedir. Bu amaçla su soğutma sistemi kullanılır.

X-ışınları kullanılarak görüntü elde etme sistemlerinden biri de x-ışını kırınımı (XRD) yöntemidir. Kristal yapıda atomların dizilimini x-ışını kırınımı ile belirlenir. Görünür ışık ile kristaldeki atom dizilimini ayırt edemeyiz, bunun nedeni dalga boyunun kristalde atomlar arası uzaklıktan çok daha büyük olmasıdır. Kırınımın temelinde yatan fiziksel olay, kristaldeki farklı atomlardan elastik olarak saçılan ışınlar arasındaki faz farklarından ortaya çıkan girişimdir. XRD malzemenin yapısına herhangi bir zarar vermez. Şekil 2.11’de XRD cihaz bileşenleri gösterilmektedir.



Şekil 2.11 X-ışını kırınımı (XRD) cihazı.

2.2.3.1. Sürekli (Frenleme) X-İşınları

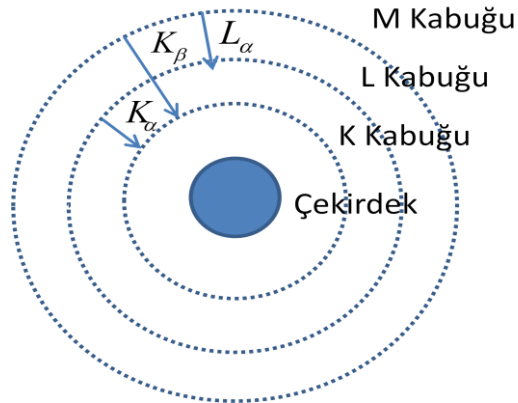
Elektromanyetik dalgalar, yüklü parçacıkların ivmeli hareketi sırasında yayınlanırlar. Bir elektromanyetik dalga olan x-ışınları da yeterince yüksek kinetik

enerjiye sahip bir elektron demetinin hızının azaltılması sonucu oluşur [51]. e elektronun yükü, v elektronun hızı ve V voltaj olmak üzere elektronun kinetik enerjisini $KE = \frac{1}{2}mv^2 (eV)$ eşitliği ile yazmak mümkündür.

X-ışını tüpünün katodundan çıkan elektronların hızları yaklaşık olarak aynıdır. Fakat yavaşlatılmaları hep aynı şekilde olmaz. Bazı elektronlar hedef yüzey üzerinden saparken, bazı elektronlar çarpışma sonucu kinetik enerjilerinin bir kısmını kaybedip yavaşlarlar. Ve sonuç olarak elektron kinetik enerjisini yitirir ve bu enerjisini foton halinde yayınlar. İşte bu ışımalara sürekli x-ışını veya frenleme ışıınımı denir [52].

2.2.3.2. Karakteristik X-Işınları

X-ışını tüpüne uygulanan voltaj belli bir kritik değere kadar artırıldığında, kullanılan hedef metale has olarak, belli bir dalga boyu değerinde keskin bir tepecik oluşacaktır. Tepecikler çok dar ve dalga boyları kullanılan metalin karakteristik özelliğinin bir sonucudur. Bu yüzden karakteristik çizgiler olarak adlandırılırlar. Bu çizgiler giderek artan bir dalga boyu sırasına göre K, L, M olarak ifade edilirler [51].



Şekil 2.12 Karakteristik x-ışınının enerjisini belirleyen alt kabuklar arası geçişler.

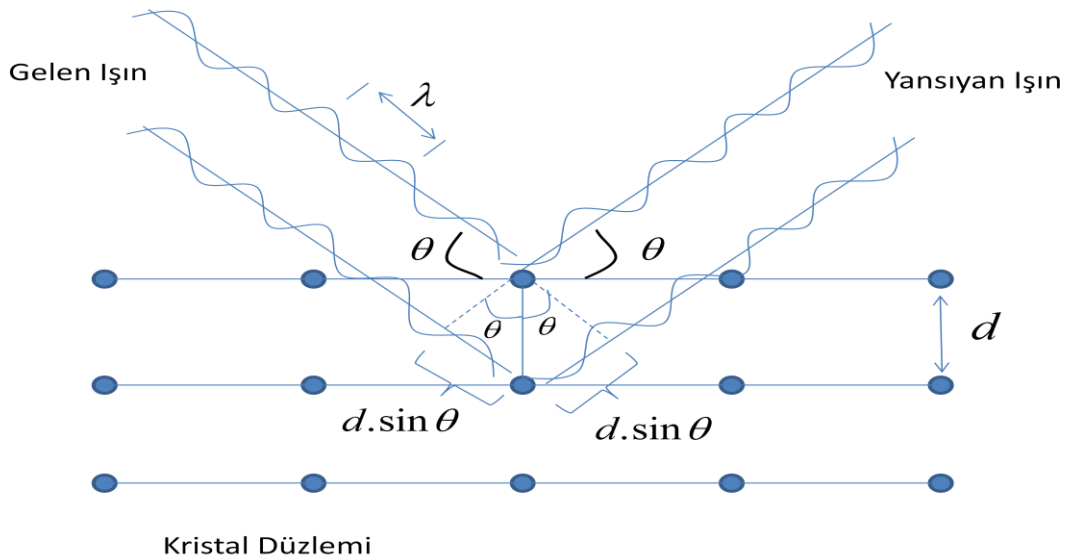
Şekil 2.12’de görüldüğü gibi hedefe yönlendirilen elektronlardan biri yeterli enerjiye sahip ise K kabuğundan bir elektronun dışarı çıkmasına sebep olur. Elektronlar daha kararlı enerji durumunda olmak isteyeceğinden uyarılan elektronun oluşturduğu boşluk L ya da M kabuğundan gelen başka bir elektronla doldurulurken,

enerji seviyeleri arası geçişten dolayı x-ışını yayınlanır. Ve bu x-ışını kullanılan hedef metale göre farklılık göstereceğinden **karakteristik x-ışını** olarak adlandırılır.

2.2.3.3. Bragg Kanunu

Geleneksel optik mikroskoplarla kristal içerisinde atomları görüntülemek mümkün değildir. Görünür ışığın en kısa dalga boyu 380 nm, halbuki kristal içerisinde iki atom arasındaki mesafe yaklaşık 0.2 nm dir [53]. Dolayısıyla en iyi optik mikroskopla herhangi bir atomu göremeyiz.

Kristal yapı içerisinde atomların periyodik dizilimi söz konusudur. X-ışınları, periyodik olarak dizilmiş atomlarla etkileştiğinde bir kısmı malzeme tarafından soğurulur, bir kısmı tamamen geçer, bir kısmı da saçılır ya da kırılır. Kristalden elde edilen kırınım deseninin maksimumları arasındaki mesafe ölçülerek birim hücrenin boyutu belirlenir ve kırınıma uğramış ışınların şiddetleri de birim hücredeki atomların düzeni hakkında bilgi verir. Birim hücreyi bilmek kristali bilmek demektir.



Şekil 2.13 Kristal düzleminde x-ışını kırınımının meydana gelişi.

$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda \quad (2.5)$$

Denklem 2.5’de θ gelen ışın ile yansıtıcı düzlem arasındaki açı, λ gelen ışının dalga boyu ve d paralel düzlemler arasındaki mesafedir. Şekil 2.13’de bir kristal düzleminde gerçekleşen x-ışını kırınımı gösterilmektedir. Burada $d.\sin\theta$ yol farkını verir. Bunun anlamı, komşu düzlemden yansıyan ışınlar bir faz farkına sahiptir. Yol farkı bir dalga boyuna ya da onun tam katlarına eşit ise yansıyan ışınlar aynı fazda olur ve birbirlerini kuvvetlendirirler. Yani yapıcı girişim olur [2-53-54]. Bu durum Bragg Yasası ile denklem 2.5’deki gibi ifade edilir. Örgü düzlem setinden kırınımına uğramış demetler yalnızca Bragg yasasının izin verdiği belli açılarda gerçekleşir.

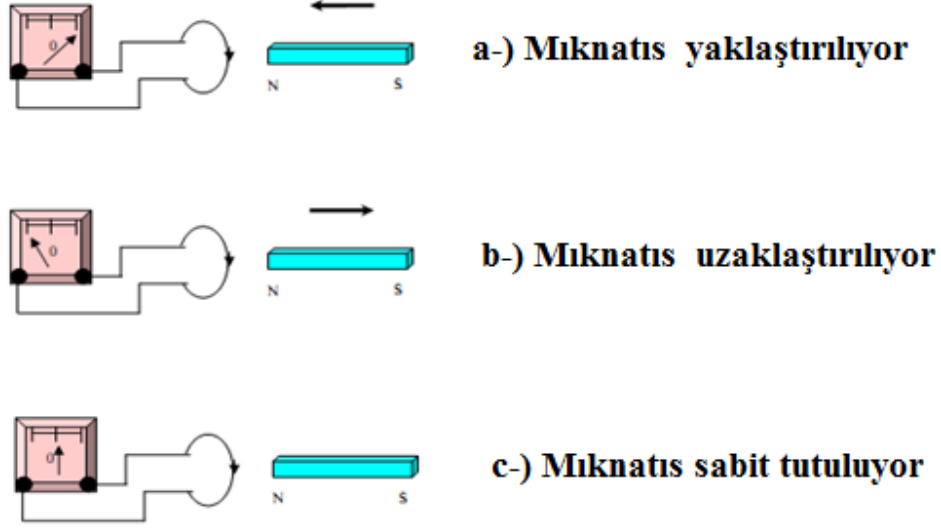
2.3. MANYETİK KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ

2.3.1. Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM)

Titreşimli örnek manyetometresi (VSM) ile numunelerin farklı sıcaklıklarda dış manyetik alan uygulandığı ve uygulanmadığı durumlarda numunelerin mıknatıslanmasının nasıl değiştiği hakkında bilgi edinebiliriz. VSM, Faraday yasasının ortaya koyduğu manyetik akı değişimi sonucu üretilen elektromotor kuvvetini (emk) esas almaktadır. Öncelikle Faraday yasasını kısaca anlatalım.

2.3.1.1. VSM Sisteminin Çalışma Prensibi

Faraday yasası, manyetik akı değişimi sonucu üretilen emk’yı temel almaktadır. Manyetik alanı değiştirerek bir emk nasıl oluşur bunu anlamaya çalışalım.



Şekil 2.14 Galvanometreye bağlanmış bir telde akım oluşturmak için kullanılan mıknatısın hareketi.

Şekil 2.14’de de görüldüğü gibi bir galvanometreye bağlanmış tel halkayı ele alalım. Bir mıknatıs halkaya doğru yaklaştırıldığında galvanometrenin ibresi sağa doğru sapar. Mıknatıs tel halkadan uzaklaştırılırsa ibre ters yönde sapar. Mıknatıs halkaya göre hareketsiz olduğu zaman galvanometrenin ibresinin hiçbir şekilde sapmadığı gözlemlenmiştir. Aynı şekilde durgun halde tutulan mıknatısa yaklaşan veya uzaklaşan yönde halka hareket ettirilirse ibre yine sapar. Buradan da anlaşıldığı gibi akım ile değişen manyetik alan arasında bir ilişki vardır. Devrede hiç batarya olmamasına rağmen devrede bir akım gözlenmiştir. İndüklenmiş emk tarafından meydana getirildiği için, böyle bir akıma indüklenmiş akım denir.

Genel olarak yapılan deneyler göstermiştir ki; devreden geçen manyetik akı zamanla değiştiğinde, devrede bir emk oluşmaktadır. Ve bu indüklenen emk, devreden geçen manyetik akının zamana göre türevi ile doğru orantılıdır [55].

$$\mathcal{E} = -\frac{d\Phi_B}{dt} \quad (2.6)$$

Burada $\Phi_B = \int B \cdot dA$ devreden geçen manyetik akıdır [55]. Yüzey alanı A ve sarım sayısı N olmak üzere devrede oluşan toplam emk’yı şu şekilde yazarız [55];

$$\mathcal{E} = -N \frac{d\Phi_B}{dt} \quad (2.7)$$

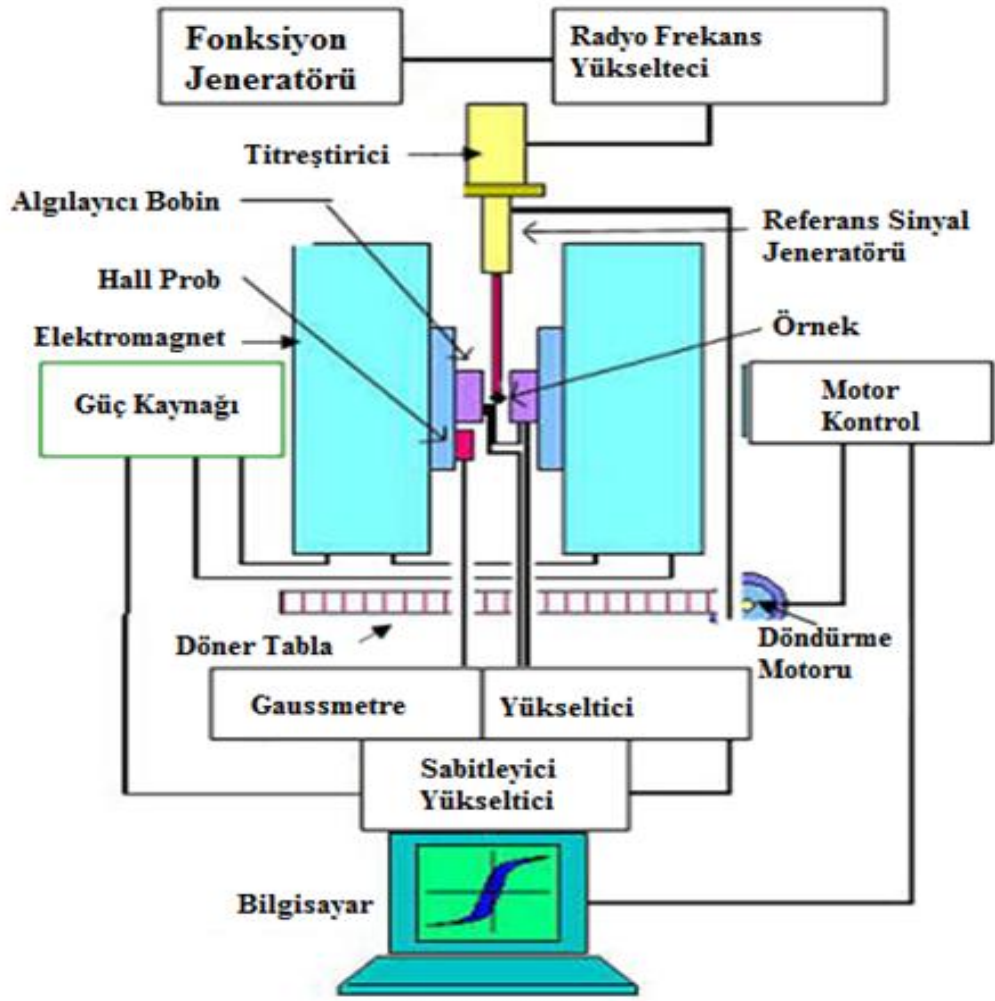
Üzerinden akım geçen bir bobinin içersine manyetik bir malzeme yerleştirildiğinde oluşan manyetik akı malzemenin mıknatıslanmasıyla ilişkilidir. Eğer $\Delta B = \mu_o M$ bağıntısını denklem (2.7)'de yerine yazarsak

$$\varepsilon .dt = -N.A.\mu_o M \quad (2.8)$$

oluşan emk ifadesini denklem (2.8)'deki gibi, ifade edebiliriz. Burada μ_o serbest uzayın geçirgenliğidir.

2.3.1.2. VSM Sistemi

VSM sistemi örneklerin değişen sıcaklığa bağlı olarak manyetik özellikleri hakkında bilgi veren bir ölçüm tekniğidir. VSM'de örneğe ν frekanslı sinüsoidal hareket yaptırılır ve bobinlerde aynı ν frekansına sahip indüklenen voltaj elde edilir. VSM'i oluşturan temel kısımlar Şekil 2.15'de görülmektedir;



Şekil 2.15 VSM sisteminin şematik gösterimi [56].

Bu sistemi oluşturan parçalar şu şekilde sıralanabilir:

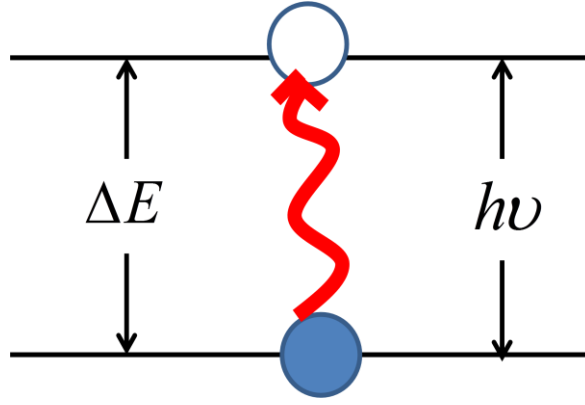
- Su soğutmalı elektromagnet ve güç kaynağı; örneği mıknatıslandırmak için sabit manyetik alan üretmekte kullanılır.
- Örnek titreştirici ve örnek tutucu; örnek tutucu, titreştirici aparatın ucuna yerleştirilerek iki süperiletken mıknatıs parçasının arasına sarkıtılır (böylelikle homojen manyetik alan elde edilir) ve burada belli bir frekans değerinde titreştirilir. Örnek istenilen x, y ve z pozisyonlarında sabit manyetik alan altında döndürülebilir. Temiz bir ortam elde edebilmek için örneğin bulunduğu ortam vakum altındadır.

- c) Sensör bobin (Sensor coils); örnek titreştirilirken bu bobinlerde, aynı frekans değerinde alternatif akım oluşur. Elde edilen sinyal malzemenin mıknatıslanması hakkında bilgi içerir.
- d) Amplifikatör; sensör bobinler tarafından edinilen sinyali kuvvetlendirir [57]. Çıkış sinyalinin şiddeti numunenin manyetik momenti, titreşim genliği ve ν frekansı ile doğru orantılıdır.
- e) Sıvı helyum tankı; düşük sıcaklıklarda ölçüm yapılmasını sağlar. Bobinleri soğutmak için sıvı helyum kullanılır. Sıvı helyum tankı bir vakum ceketiyle korunur. Çünkü sıvı helyum -273K sıcaklığında yani çok çabuk buharlaşabilir. Vakum ceketi ise helyum kaybını en aza indirir.

2.3.2. Elektron Spin Rezonans Tekniği (ESR)

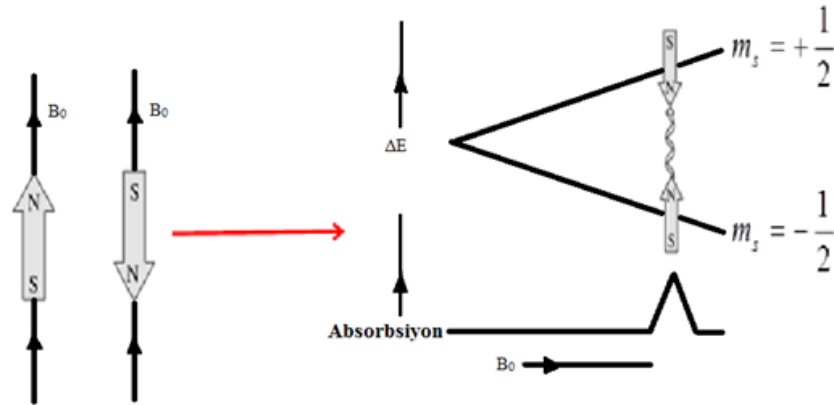
Temel olarak çekirdek ve elektronların spin açısal momentumundan kaynaklanan manyetik etkileri ele alan bir sistemdir. ESR, eşleşmemiş spinleri olan (net spin manyetik momentleri sıfırdan farklı) elektronların manyetik enerji seviyeleri arasındaki geçişlere yol açan elektromanyetik radyasyonla ilgili spektroskopik bilgiler içerir. Bu enerji farklılıklarının (ΔE) bilinmesiyle çalışılan numunenin dinamik yapısı hakkında bilgi elde edilebilir. Manyetik rezonans ölçüm yöntemi üç farklı teknikle sınıflandırılabilir. Nükleer Manyetik Rezonans (NMR), Manyetik Rezonans Görüntüleme (MRI) ve Elektron Spin Rezonans (ESR). ESR spektroskopisi elektromanyetik spektrumun milrodalga bölgesini içerir ve rezonans frekansı GHz mertebesinde. NMR spektroskopisi ise radyo frekansı bölgesini içerir ve MHz mertebesinde rezonans frekansına sahiptir.

Elektromanyetik ışımanın soğurulması ve ΔE enerjisi arasında bir ilişki vardır. Planck yasasına göre bu ilişkiyi $\Delta E = h\nu$ olarak yazabiliriz. Burada h Planck sabiti ve ν ışımanın frekansıdır. Enerji seviyeleri arasında düşük bir enerji seviyesinden daha yüksek bir enerji seviyesine geçişlerde enerji soğurulması meydana gelir (Şekil 2.16).



Şekil 2.16 Elektromanyetik dalganın soğurulması.

Serbest elektron μ manyetik momentine sahip olduğu için bir manyetik alana yerleştirildiğinde mıknatıs çubuğu gibi davranır. Mıknatıs alan ile aynı yönde yöneliyorsa bu minimum enerji durumu yani kararlı durumdur ve $m_s = -1/2$ kuantum durumuna karşılık gelir. $m_s = +1/2$ durumunda ise mıknatıs alan ile ters yönde yönelmiştir (Şekil 2.17). Bu maksimum enerji durumunu gösterir. Maksimum enerji durumunun olması için enerji soğurulması gerekmektedir.



Şekil 2.17 Spin durumu enerjilerinin uygulanan manyetik alana bağlı olarak değişimi [58].

Manyetik malzeme statik bir H alanına koyulduğunda malzemenin manyetik momentleri alan doğrultusunda yönelir ve enerji seviyelerinde ayrılmalar olur. Malzemeye uygulanan mikrodalga radyasyonunun manyetik kısmı ile numunenin

manyetik momentleri etkileştiğinde enerji seviyeleri arasında geçiş olur. Aynı zamanda gönderilen elektromanyetik dalganın enerjisi, enerji seviyeleri arasındaki farka eşit olmalıdır. Bu rezonans koşulu olarak bilinir. Elektronun spin hareketinden kaynaklanan manyetik momenti,

$$\mu_e = g_e \mu_B \frac{S}{\hbar} \quad (2.9)$$

denklem 2.9 ile ifade edilir. Burada S spin açısal momentumu, g_e serbest elektron için g-faktörü ve μ_B Bohr manyetik momentidir. Lande g-faktörü her manyetik malzeme için ayrı bir değere sahiptir ve malzeme için kimlik bilgisidir. L yörünge açısal momentumu kuantum sayısı, S spin açısal momentumu kuantum katsayısı ve J toplam açısal momentum kuantum katsayısı olmak üzere g-faktörünü

$$g = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)} \quad (2.10)$$

formülü ile verilir. Bir çok atom için g-faktörü 1 ile 2 arasında değişen değerler alır.

Uygulanan manyetik alan ile numunenin manyetik momenti arasındaki etkileşmenin Hamiltonyeni

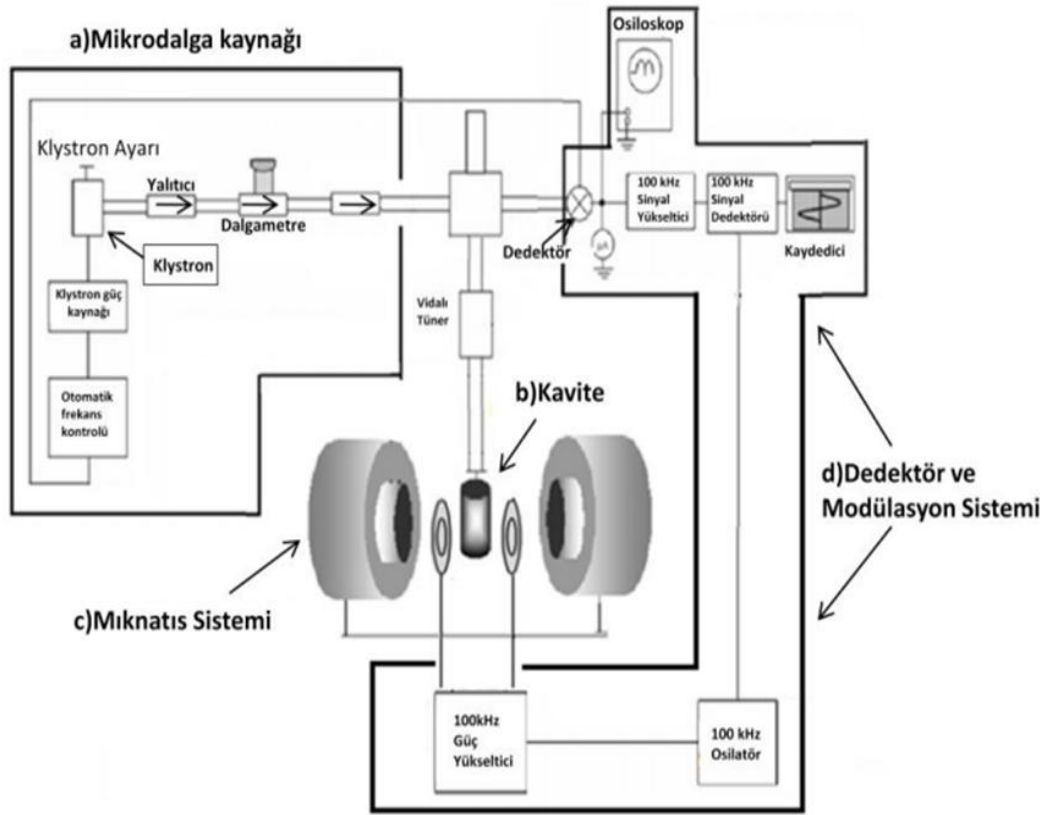
$$H = -\mu_e B = g_e \mu_B \frac{\vec{S} \cdot \vec{B}}{\hbar} \quad (2.11)$$

ile yazılabilir. Manyetik alan z yönünde ise Hamiltonyen ifadesi

$$H = g_e \mu_B \vec{S}_z \cdot \vec{B} \quad (2.12)$$

olarak yazılır.

2.3.2.1. ESR Sisteminin Temel Bileşenleri



Şekil 2.18 ESR sisteminin şematik gösterimi [59].

Şekil 2.18’de de görüldüğü gibi ESR sistemi temel olarak; mikrodalga kaynağı, kavite ve kılavuz sistemi, mıknatıs, modülasyon ve dedektörden meydana gelmektedir. Bu parçaları tek tek ele alıp ne işe yaradıklarına bakalım.

1-Mikrodalga Kaynağı: Bu sistemi oluşturan temel unsurlardan biri mikrodalga kaynağıdır. Çalışma frekansı 9-10 GHz aralığındadır. Kaynaktan çıkan mikrodalganın şiddetini kontrol etmek için zayıflatıcı içermektedir.

2-Kavite: Kapalı metalik bir kutudur. Rezonans sonucunda kavite içinde elektromanyetik dalgalar oluşur. Bu dalgalar kavite duvarlarında elektrik akımı meydana getirir. Kaviteyi mikrodalga kılavuzu ile birlikte mikrodalga kaynağına bağlayan iris’dir. İris, kavite ve mikrodalga arasında empedans uyumunu sağlar.

3-Mıknatıs: Karşılıklı yerleştirilmiş bir çift elektromıknatıs sistemidir. Uygulanmak istenen statik manyetik alan büyük elektromıknatıslar tarafından üretilir. Oluşturulan manyetik alan Hall Probe adı verilen ekstra bir aparatla kontrol edilir.

4-Dedektör: Geleneksel yöntemlerle mikrodalga frekansını doğrudan gözlemlemek ve ölçmek için çok yüksek olduğundan bir mikrodalga karıştırıcı (microwave mixer) diyot kullanılır. Bu diyot, AC RF sinyalini, sinyalin şiddetiyle orantılı olarak DC voltajına doğrultur.

BÖLÜM 3

3. DENEYSEL SONUÇLAR

3.1. ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI

3.1.1. Giriş

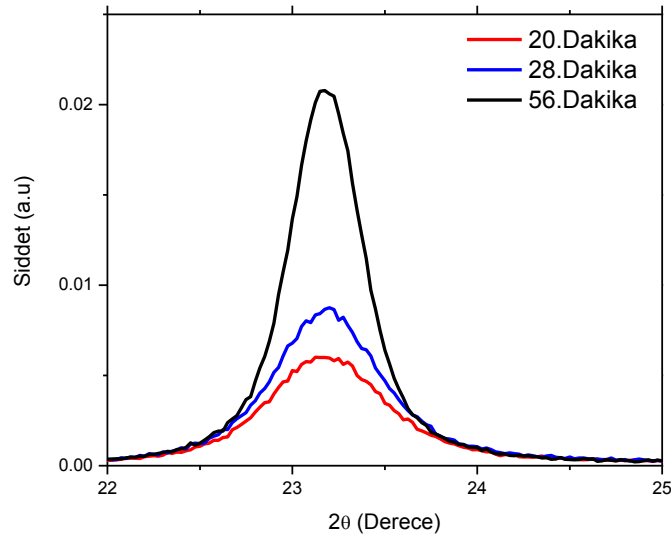
Nanoteknolojinin en önemli araştırma ve uygulama alanlarından biri de spintroniktir. Son yıllarda yük taşıyıcı temeline dayanan elektronik teknolojisi yerini yarıiletken cihazlarda spin kontrolü temeline bırakmıştır [17-60]. InN, nitrit bazlı yarıiletkenler arasında en küçük etkin kütleye sahip ve en yüksek sürüklenme hızına sahip yarıiletkendir [61]. Bu özellikleri bir araya getirdiğimizde seyreltik manyetik yarıiletken malzemeler hem yarıiletken hem de manyetik özellikleri bir arada taşıdıkları için son yıllarda ilgi odağı haline gelmiştir. Nitrit bazlı seyreltik manyetik yarıiletkenler oda sıcaklığında çalışabilen spine bağlı fotonik ve elektronik cihaz uygulamaları için cazip hale gelmiştir[62]. Son yıllarda geçiş metali katkılı InN ve GaN seyreltik manyetik yarıiletkenleri çok araştırılan malzemeler olmuştur. Çünkü oda sıcaklığında ve daha yüksek sıcaklıklarda çalışabilen ferromanyetik film elde edilmesiyle çok hızlı açılıp kapanan anahtarlar, tamamen programlanabilen spintronik bilgisayar beyinleri, eskilere oranla daha az enerji harcayan ve daha verimli çalışan yarıiletken spin transistörler (spin-FET) ve spin-LED'ler geliştirilebilecektir.

Bu tez çalışmasının amacına yönelik olarak MBE yöntemiyle Al_2O_3 ve GaN alttaş üzerine InN büyütülmüştür. Elde edilen film iyon aşılama tekniği kullanılarak oda sıcaklığında yüksek vakum ortamında (10^{-3} - 10^{-4} Pa veya 10^{-5} - 10^{-6} Torr) enerjik Mn iyonları bir ışın yoluyla katı InN malzemesinin içine aşılانmıştır. Bu işlem malzemenin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin değişmesine yol açmıştır. Daha sonra XRD yöntemi kullanılarak oluşan ince filmin yapısal özellikleri incelenmiştir. SEM ve AFM yardımıyla ince filmin yüzey analizi ve elemental konsantrasyonu hakkında bilgi edinilmiştir. VSM ile histeresis döngüleri ölçülerek, filmin manyetik özellikleri

incelenmiştir. ESR ile film içerisindeki manyetik katkının filmin manyetik etkisine ve manyetik momentlerin dizilimine etkisi incelenmiştir.

3.1.2. Moleküler Işın Epitaksi (MBE) Yöntemiyle Al_2O_3 ve GaN Alttaşı Üzerine InN Film Büyütülmesi

Safir (Al_2O_3) ilk olarak 1969'da Maruska ve Tietjen tarafından GaN büyütme için kullanılmıştır [63]. Bu sonra nitrit bazlı malzemelerin epitaksiyel olarak büyütülmesinde kullanılan en yaygın alttaşı haline gelmiştir. Safirin gelişmiş büyütme teknolojisi, düşük maliyeti, yüksek sıcaklıktaki kararlılığı ve kolay temizlenmesi en önemli avantajlarıdır. Bunun yanı sıra safir düşük termal iletkenliğe sahiptir ve yalıtkandır. Safir üzerine GaN epitaksiyel olarak büyütülmek istendiğinde büyük oranda örgü sabiti uyumsuzluğu oluşur ve kristal yapıda yerinden oynamalar (dislocation) meydana gelir. Bunu ortadan kaldırmak için, önce safir yüksek sıcaklıkta nitrojen plazma ışını altında tavlınır ve birkaç tabaka kalınlığında AlN oluşturulur. Daha sonra GaN, oluşan AlN tabakası üzerine büyütülür. Böylelikle GaN ile Al_2O_3 arasındaki kristal yapı uyumsuzluğu azaltılmış olur. Safir (Al_2O_3) ve GaN (2μ) alttaşı üzerine InN (50 nm) büyütme için In efüzyon hücresi ve nitrojen plazma kaynağı kullanılmıştır. Büyütme esnasında In efüzyon hücresi 800°C sıcaklıkta ve alttaşı sıcaklığı da 300°C 'de sabit tutulmuştur. Böylelikle büyütme işlemi başlatılmadan önce film yüzeyi tüm artık gazlardan arındırılmıştır. Plazma kaynağı 300 W'lık güçle 1×10^{-5} nitrojen basınçlı ortamda çalıştırılmıştır ve yüksek parlaklıkta nitrojen plazma elde edilmiştir. Film büyütülürken belirli aralıklarla büyütme durdurulmuş ve InN $[10\bar{1}0]$ tepeciğinin değişimi XRD yöntemiyle incelenerek büyütülen örnek kalitesi incelenmiştir (Şekil 3.1).



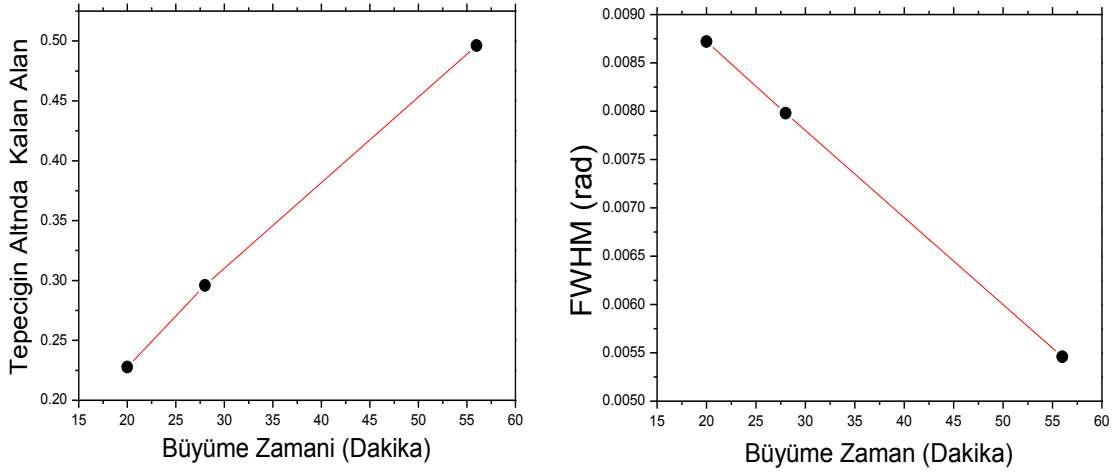
Şekil 3.1 GaN alttaş üzerine yapılan büyütme işleminden sonra InN tepesini incelemek için alınan in plane XRD analizi.

Tablo 3.1 in plane InN $[10\bar{1}0]$ tepeciğinin pozisyonu, tepe yüksekliğinin yarı genişliği (FWHM) ve altındaki alan.

	Tepecik Pozisyonu	FWHM (rad)	Tepeciğın Altında Kalan Alan
20.Dakika	23.1847	0.00872	0.22766
28.Dakika	23.187	0.00798	0.29587
56.Dakika	23.1805	0.00546	0.4962

GaN alttaş kullanılan sistemin Şekil 3.1’de “in plane” $\theta-2\theta$ taramasında gözlemlediğimiz In tepeciğinin doğrusal olmayan voigt fiti yapılarak bulunan tepecik pozisyonları Tablo 3.1’de verilmiştir. Tablo 3.1’de de görüldüğü gibi tepecik yüksekliğinin yarı genişliği (FWHM), büyütme süresi arttıkça yani film kalınlaştıkça küçülmüş ve tepecik yüksekliği artmıştır. Bu da bize gösteriyor ki film kalınlığı arttıkça alttaş ile kristal örgü uyumsuzluğu giderek azalmıştır. Ve film kalitesi artmıştır. Sonuçta 50 nm kalınlığında film büyümüş ve FWHM’u 0.00546 rad olarak belirlenmiştir. Ayrıca tepecik pozisyonlarını d örgü parametresi cinsinden hesapladığımızda 20. dakikada $d = 3.8333 \text{ \AA}$, 28. dakikada $d = 3.8328 \text{ \AA}$ ve 56.

dakikada $d = 3.8340 \text{ \AA}$ olduğu görülmüştür. Üç ölçümde de neredeyse hiç kayma olmadığını görmekteyiz.



Şekil 3.2 Mn Katkılı InN filmi için alınan “in plane” XRD analizlerinden elde edilen büyüme zamanına bağlı tepe yüksekliğinin yarı genişliğinin (FWHM) ve tepelerin altındaki alan grafikleri.

Şekil 3.2’de de görüldüğü gibi yaklaşık 1 saat boyunca yapılan büyütme işleminde 20., 28. ve 56. dakikalarda ölçülen tepelerin altında kalan alanda doğrusal bir artış görülmektedir. Bu da sabit bir büyüme oranının olduğunu ve yüksek kalitede bir filmin büyütüldüğünü göstermektedir. Ayrıca GaN ve InN için Tablo 1.1’de verilen bilgilere göre bu iki kristal örgü parametrelerinin birbirlerine çok yakın değerler olduğu görülmektedir. Bu da kristal yapıdaki örgü uyumsuzluğunun çok az olduğunu doğrular niteliktedir.

3.1.3. İyon Aşılama Yöntemiyle InN Filmlere Mn^{+} İyonu Aşılması.

İyon aşılama uygulaması Kazan Üniversitesi’nde bulunan ILU-3 hızlandırıcı sistemi kullanılarak yapılmıştır. MBE tekniği ile InN filmi büyütüldükten sonra Mn^{+} iyon aşılama işlemi gerçekleştirilmiştir. 50 nm kalınlığı olan InN filminin yüzeyine 40 KeV enerjili Mn^{+} iyon demeti ile 4×10^{16} iyon/cm²’lik doz ve $j = 2 \mu A / cm^2$ akım yoğunluğu kullanılarak iyon aşılama işlemi gerçekleştirilmiştir. İyon aşılama

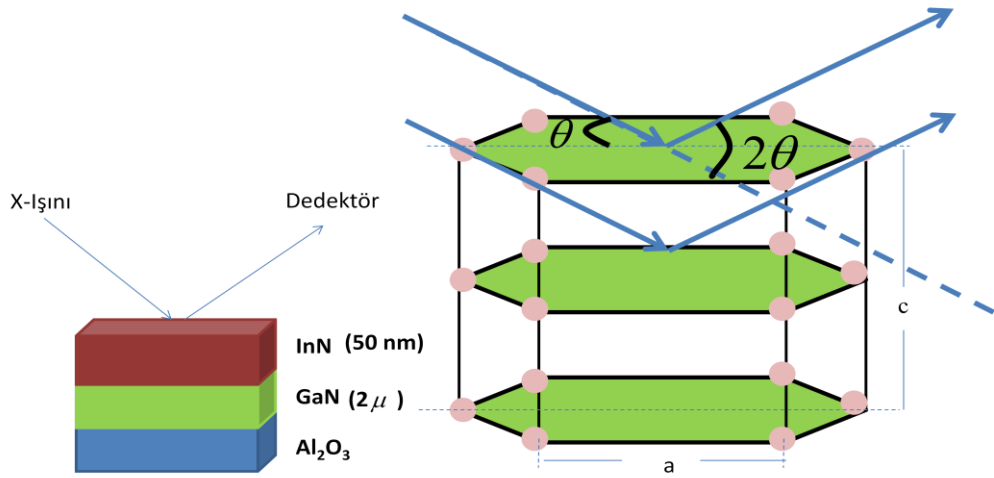
işlemden sonra kırmızımsı-kahverengine [66] sahip InN filmi silisyum gibi parlak grimsi bir renk almıştır. Mn kümeciklerinin (clusters) oluşmasını engellemek için düşük doz ($\sim 10^{16}$) uygulanmıştır. Şimdi film yüzeyinde ve kristal yapısında meydana gelen değişiklikleri inceleyelim.

3.2. YAPISAL KARAKTERİZASYON SONUÇLARI

3.2.1. XRD Analiz Sonuçları

Büyütme sonrası oluşan Mn katkılı InN filminin yapısal analizini yapmak için XRD ölçümü yapılmıştır. Bu ölçüm Fatih Üniversitesi Biyoteknoloji Merkezi'ndeki Rigaku Smartlab XRD cihazıyla yapılmıştır. Cihaz Cu-K_α kaynağı içeren x-ışını tüpüyle $\lambda = 1.54059 \text{ \AA}$ x-ışını üretmektedir. X-ışınlarını üretmek için filamentte 25 mA akım uygulanırken, Cu kaynağıyla filament arasına 40 kV'luk gerilim uygulanarak 1W gücünde ışın üretilmiştir. Örnek 6 farklı yönde dönme ve hareket yeteneği olan ganyometrenin tam ortasına koyulmuş ve örnekten gelen sinyal sintilatör dedektörü yardımıyla görüntülenmiştir.

XRD ölçümlerinde örneği düzlem içi (in plane) ve düzlem dışı (out of plane) geometrilerinde ölçmek mümkündür. Bu tezde katılanmamış InN ve Mn katılanmış InN ince filmleri için Şekil 3.3'de gördüğümüz gibi “out of plane” ölçümleri yapılmıştır.



Şekil 3.3 XRD “out of plane” analiz geometrisi

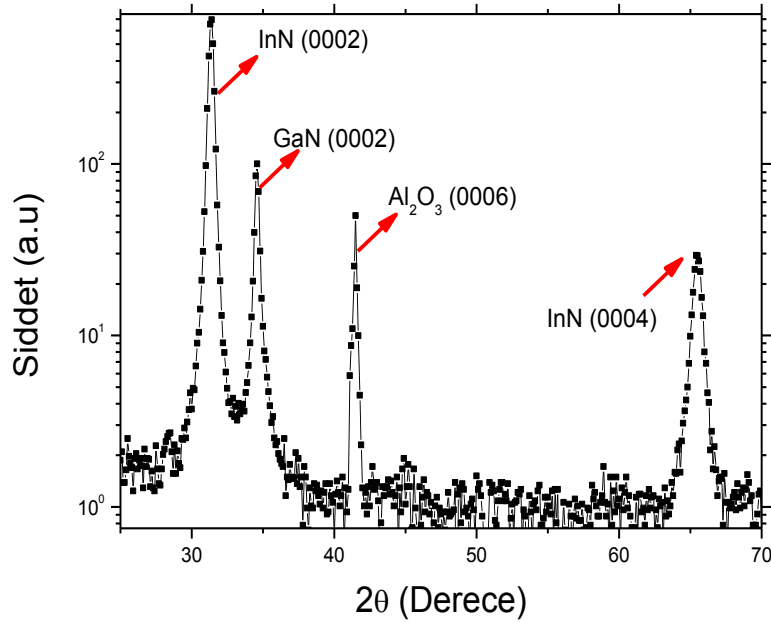
Bragg yasası, belirli kristal yapıların örgü parametrelerini elde etmede kullanılır. Hegzagonal kristal yapıda olan maddenin düzlemleri arasındaki mesafe denklem 3.1’de verildiği gibidir. Denklemdeki a (düzlem içi) ve c (düzlem dışı) örgü parametresi, hkl Miller indisleri, d_{hkl} ise hkl düzlemleri arasındaki mesafeyi göstermektedir.

$$d_{hkl} = \left[\frac{4}{3a^2} (h^2 + hk + k^2) + \frac{1}{c^2} \right]^{-1/2} \quad (3.1)$$

θ gelen ve saçılan x-ışını arasındaki açı ve λ gelen ışığın dalga boyu olmak üzere

$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda \quad (3.2)$$

(3.1) ve (3.2) denklemleri yardımıyla örgü parametreleri hesaplanabilir. X-ışını tüpünün ve dedektörün aynı anda döndürülmesiyle elde edilen $\theta-2\theta$ taramasında gözlenen tepecikler Şekil 3.4’de gösterilmiştir. Bu tepeciklerin doğrusal olmayan voigt fiti yapılarak şiddet maksimumu hesaplanmıştır. InN (0002) tepeciği 31,36 dereceye, InN (0004) tepeciği 65,48 dereceye, GaN (0002) tepeciği 34,58 dereceye ve Al_2O_3 (0006) tepeciği ise 41,5 dereceye denk gelmektedir.

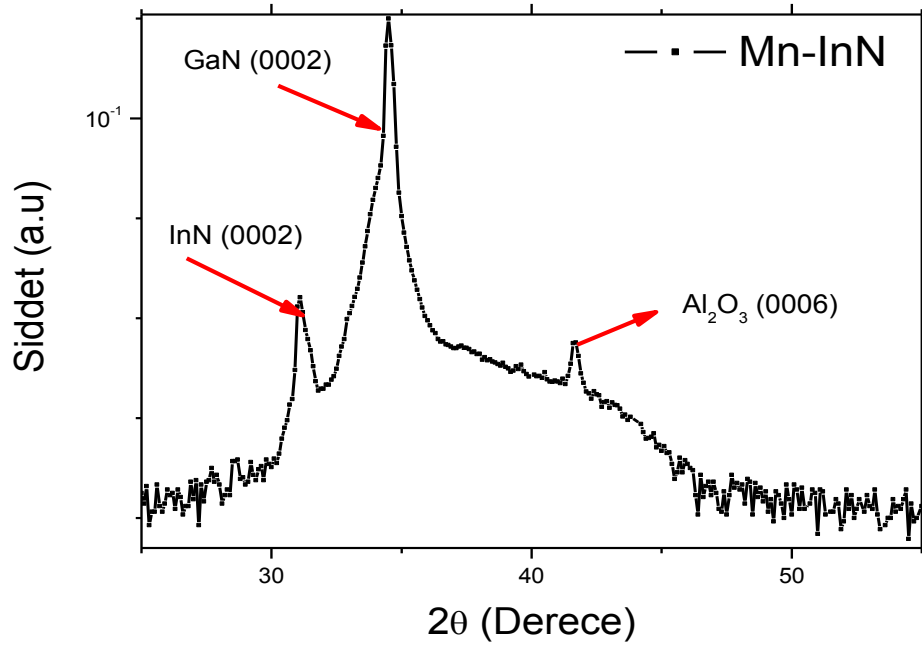


Şekil 3.4 Al_2O_3 ve GaN üzerine büyütülen InN filminin “out of plane” geometrisindeki $\theta-2\theta$ taraması.

Tablo 3.2 InN, GaN ve Al₂O₃ tabakaları için (hkl) durumlarına karşılık gelen 2θ açıları.

InN				GaN				Al ₂ O ₃			
h	k	l	2θ	h	k	l	2θ	h	k	l	2θ
0	0	2	31,36	0	0	2	34,58	0	0	6	41,5
0	0	4	65,48	-	-	-	-	-	-	-	-

Denklem 3.1 ve 3.2’den yararlanarak InN (0002) kristalin c örgü parametreleri hesaplandığında $c = 5.698 \text{ \AA}$ olarak bulunur. Bu değer literatürde $c = 5.693 \text{ \AA}$ olarak verilmiştir. Aradaki bu küçük fark büyütme esnasında sistemde çok az stres olduğunu göstermektedir.



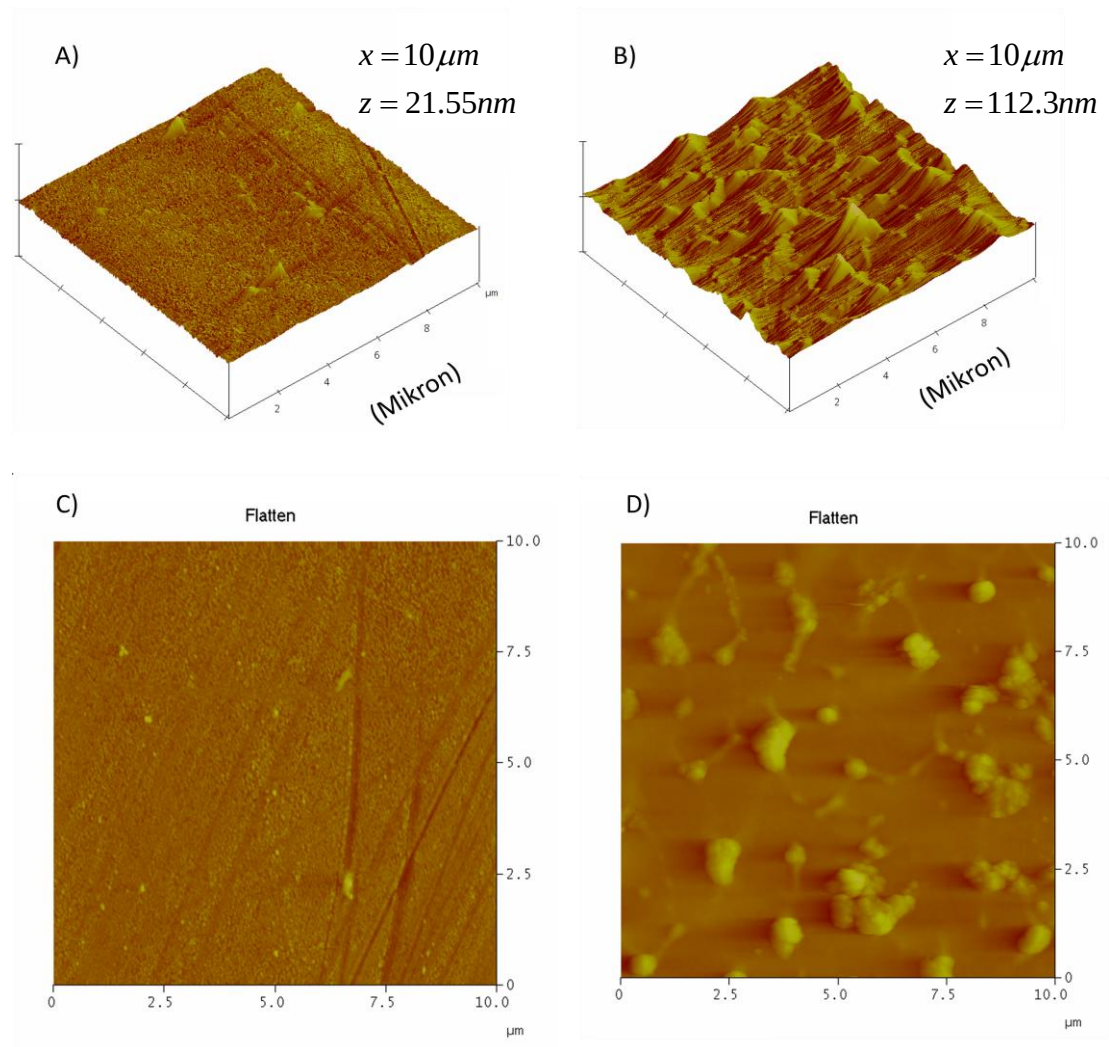
Şekil 3.5 Mn katkılı InN filminin “out of plane” geometrisindeki $\theta-2\theta$ taraması.

Aynı şekilde Mn katkılanmış InN filmi için de “out of plane” ölçümü yapıldı. Şekil 3.5’de görüldüğü gibi InN (0002) tepesi 31,12 derecede, altta GaN (0002) tepesi 34,51 derecede ve altta Al₂O₃ (0006) tepesi ise 41,65 derecede görülmüştür. Bu

değerler Mn aşılammamış örneklerle elde edilen değerlerle ve literatürle uyumludur. Fakat Mn katkılı InN filminde herhangi bir Mn tepesiği gözlemlemekteyiz. Bunun nedeni, Mn'ın InN içerisinde kümecikler oluşturmayıp tekli atomlar şeklinde boşluklara ya da InN içerisinde In atomlarının yerine geçmesinden kaynaklanmaktadır. Ayrıca MnN , Mn_3N_2 gibi farklı fazlara ait tepeliklerde gözlemlenmemiştir.

3.2.2. SEM-EDS ve AFM Görüntüleme Sonuçları

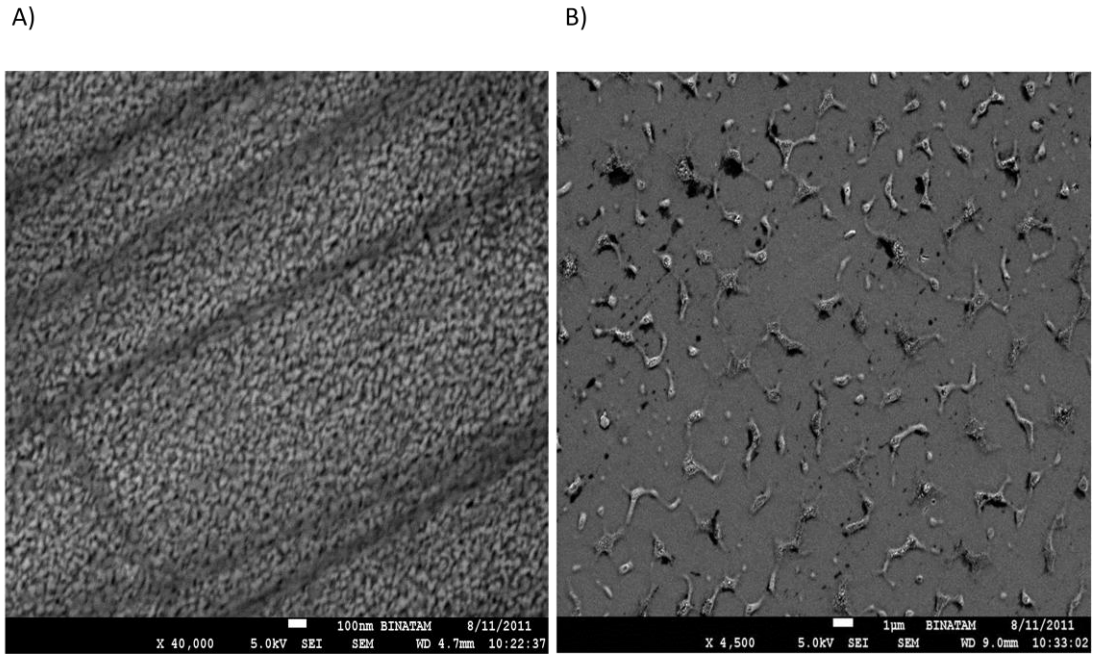
İyon aşılama yönteminin film yüzeyinde oluşturduğu etkileri gözlemlemek için SEM ve AFM gibi yöntemlerinden yararlanılmıştır. Ayrıca numunedeki elemental konsantrasyonu belirlemek için SEM-EDS analizi yapılmıştır.



Şekil 3.6 A) ve C) Katkılanmamış InN, B) ve D) 4×10^{16} iyon / cm^2 mertebesinde Mn iyonu katkılanmış InN filmi için $10 \mu \times 10 \mu$ boyutlarında sırasıyla yanal ve yüzeyel AFM görüntüleri.

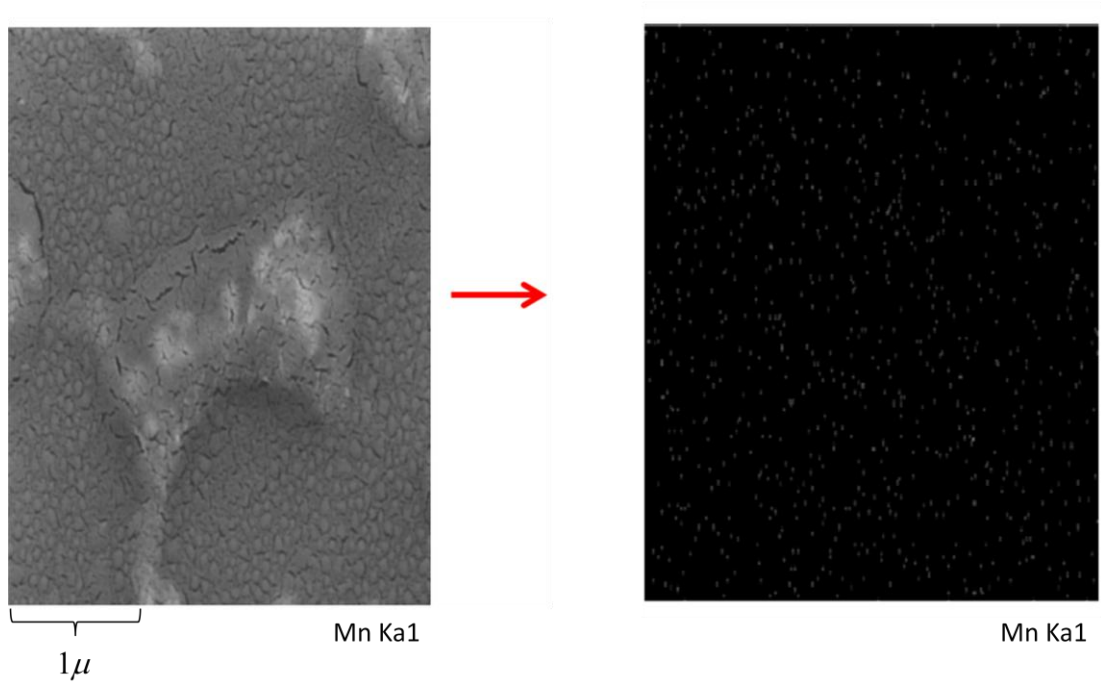
AFM'deki iyon aşılmasının etkilerini gözlemlemek için Mn katkılanmamış InN ve Mn katkılanmış InN filmlerinin analizleri bir arada verildi. Şekil 3.6'da da görüldüğü gibi katkılanmamış InN filmine ait çukurcuk ve tepcikler hiç yokken, Mn katkılıktan sonra bu çukurcuk ve tepciklerin arttığını görmekteyiz. Buradan da diyebiliriz ki; iyon ekimi yöntemi yüzeyde pürüzlülüğe sebep olmuştur. Bunu da yüksek enerjili Mn iyonlarının film içerisine girebilmek için yüzeyde bıraktığı hasar olarak yorumlayabiliriz.

AFM'de, Mn katkılanmış InN filmi için gördüğümüz tepcikleri SEM görüntülerinde de görmekteyiz.



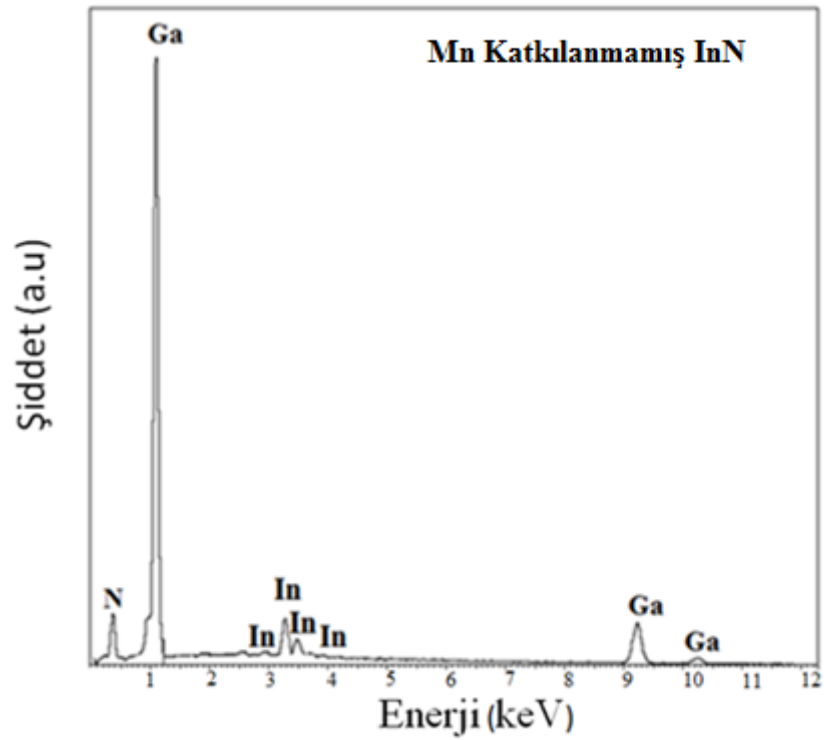
Şekil 3.7 A) Katkılanmamış InN, B) Mn katkılanmış InN filmi için 5 KeV enerjili SEM görüntüleri

Şekil 3.7 B'nin görüntüsündeki tepciklerin In kümecikleri olduğunu söyleyebiliriz. Aşılama sırasında film yüzeyindeki ısınmaya bağlı olarak In, InN kristalinden ayrılmakta ve geride In kümecikleri bırakmaktadır. Bu kümecikler herhangi bir şekilde Mn kümecikleri değildir. Bundan emin olmak için SEM-EDS analizi yapılmıştır.

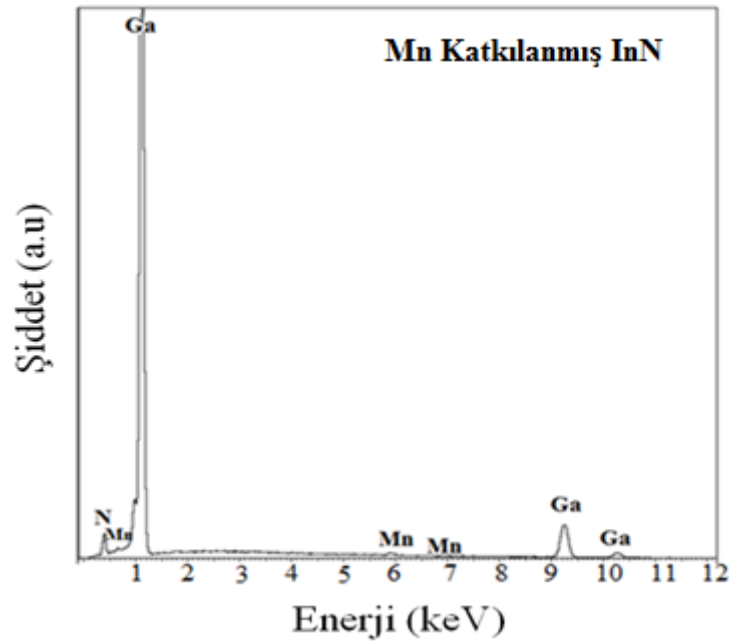


Şekil 3.8 Mn Katkılı InN filminin SEM görüntüsündeki kümeciklerin birisini odaklanılmış SEM görüntüsü ve Mn iyonlarının yüzeye homojen şekilde dağıldığını gösteren resim.

Şekil 3.8'deki EDS sonuçları Mn'ın film yüzeyine homojen bir şekilde dağıldığını göstermiştir.



Şekil 3.9 Katkılanmamış InN filminin elemental konsantrasyonun gösteren SEM-EDS grafiği.



Şekil 3.10 Mn Katkılanmış InN filminin elemental konsantrasyonu gösteren SEM-EDS grafiği.

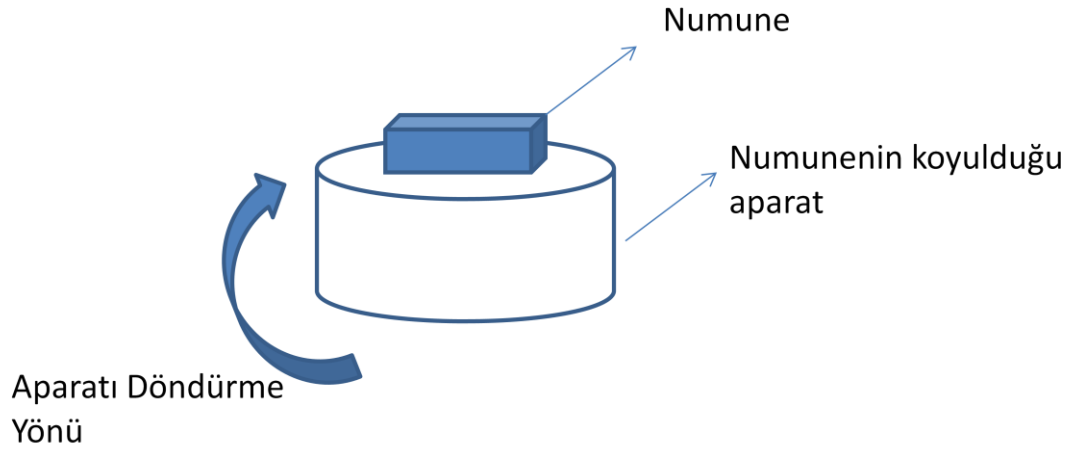
Şekil 3.9’da katkılanmamış InN SEM-EDS grafiğine baktığımızda GaN üzerine büyümüş InN filmine ait bütün elementlerin varlığını görmekteyiz. Fakat Şekil 3.10’a baktığımızda Mn katkılanmış InN filminin EDS analizinde In’a rastlanmamıştır. Bunun nedeni In’un kritik buharlaşma sıcaklığı $500-550^{\circ}\text{C}$ olmasından kaynaklanabilir. İyon ekimi yönteminde enerjik iyonlar alttaşa gönderilirken film bölgesel olarak ısıtmaya maruz kalmaktadır. Bu sıcaklığın, In’un kritik buharlaşma sıcaklığı değerinden yüksek olduğu noktalarda In sistem içerisinden ayrılmakta ve bu yüzden bazı bölgelerde In’a rastlanmamaktadır. Fakat filmde In’lar tamamen gitmiş diyemeyiz. Çünkü XRD analizlerinde güçlü bir InN tepesiği görmekteyiz.

Tablo 3.3 Mn katkılanmış InN filmi için elemental konsantrasyon değerlerini veren tablo.

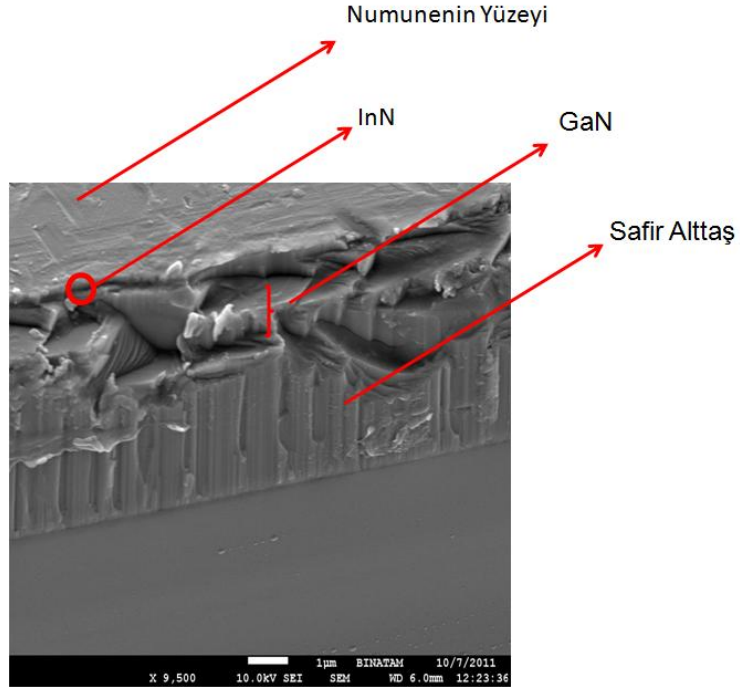
	Uygulanan konsantrasyon	Ağırlık %	Atomik %
N	4.01	17.17	50.71
Mn	0.88	0.92	0.69
Ga	75.66	81.92	48.60
Toplam		100	

EDS analizlerinden çıkardığımız elemental konsantrasyon hesaplamasına göre Mn katkılanmış InN filmi %1.09 oranında Mn içermektedir.

Film büyütüldükten sonra tabakaları görüntüleyebilmek için SEM kesitsel (cross-section) ölçümü yapılmıştır. Bu ölçüm yapılırken numunenin koyulduğu aparatın döndürme eksenini Şekil 3.11’de görmekteyiz.



Şekil 3.11 Mn Katkılı InN filminin kesitsel (Cross-Section) olarak SEM’e koyulma görüntüsü.



Şekil 3.12 Mn Katkılı InN filminin kesitsel (cross-section) analiz görüntüsü ve tabakaların belirlenmesi.

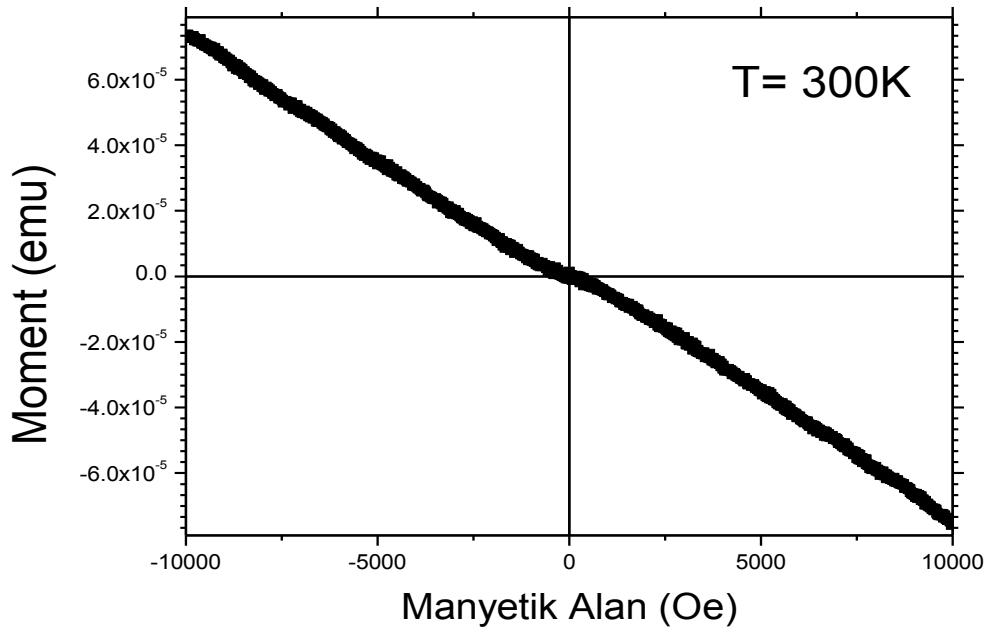
Şekil 3.12’de alttaş Al_2O_3 , GaN ve InN tabakalarını görmekteyiz. Buda bize InN tabakasının bazı bölgelerde yerel olarak buharlaşsa da hala daha GaN film yüzeyi üzerinde bulunduğunu göstermektedir.

3.3. MANYETİK KARAKTERİZASYON SONUÇLARI

3.3.1. VSM Ölçüm Sonuçları

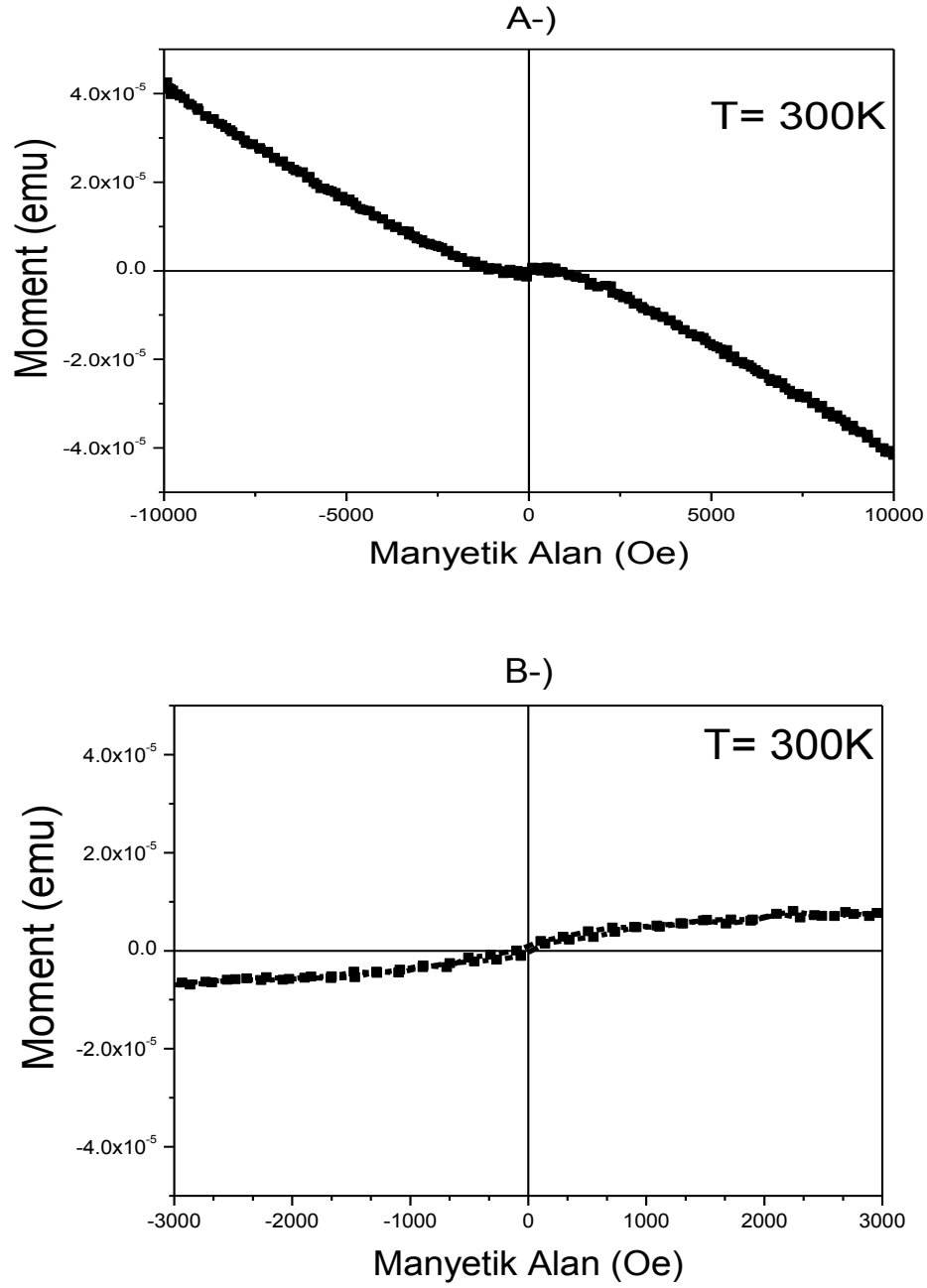
InN ve Mn katkılanmış InN ince filmlerinin manyetik özellikleri hakkında bilgi elde etmek için VSM ölçümleri yapılmıştır. Elde edilen mıknatıslanma eğrilerinden ince filmlerin manyetik özellikleri hakkında bilgilere ulaşılmıştır. Yarıiletken bir malzemeye geçiş metali (Mn) katkılamanın malzemeye nasıl bir manyetik özellik kazandırdığını öğrenmek için Mn katkılanmamış InN numunelerinin de VSM ölçümleri yapılmıştır. Böylelikle InN ve Mn katkılı InN ince filmlerinin manyetik özelliklerini karşılaştırma imkanı elde edilmiştir.

Numuneler örnek tutucuya uygun şekilde yerleştirildikten sonra katkılanmamış InN numunesinin oda sıcaklığında alana bağlı mıknatıslanma M-H, Mn katkılanmış InN numunesinin 10K-400K arasındaki değişik sıcaklık değerlerinde M-H ölçümü yapılmıştır. Manyetik alan altında soğutma ve alan uygulanmadan soğutma yapılarak sıcaklığa bağlı mıknatıslanma (ZFC-FC) ölçümleri yapılmıştır.



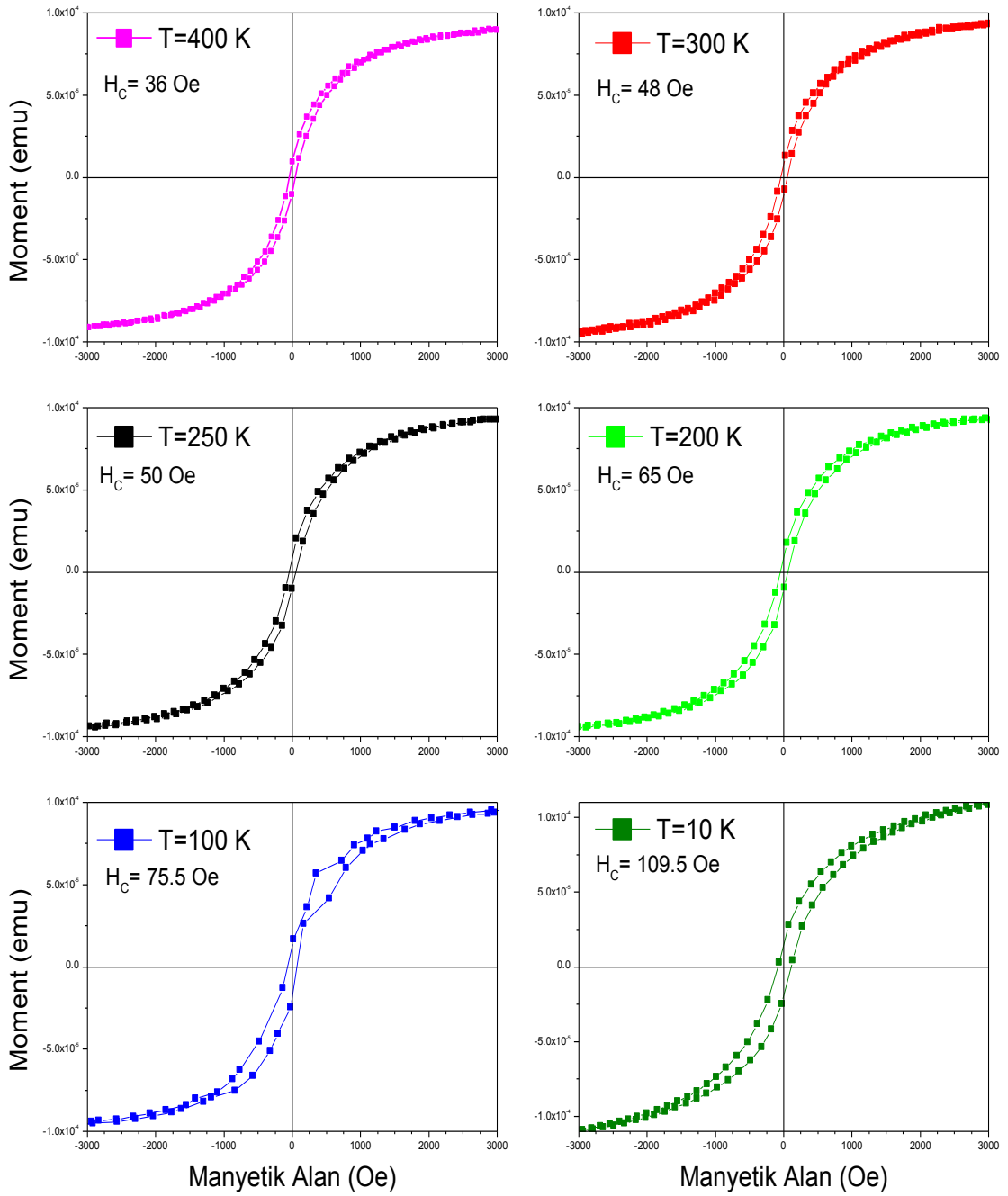
Şekil 3.13 Mn katkılanmamış GaN ince filminin oda sıcaklığında M-H eğrisi.

Şekil 3.13’de Mn katkılanmamış GaN filminin oda sıcaklığında M-H eğrisi verilmiştir. Buradan anlaşıldığı üzere Mn katkılanmamış GaN filmi diamanyetik özellik göstermektedir.



Şekil 3.14 Mn katkılanmamış InN numunesinin oda sıcaklığında M-H ölçüm grafiği. A) Diamanyetik katkı çıkarılmamış M-H eğrisi. B) Diamanyetik katkı çıkarılmış M-H eğrisi.

Şekil 3.14 A-)’da katkılanmamış InN filminin M-H eğrilerini görmekteyiz. Diamanyetik katkının çıkarılmadığı grafikte baskın bir diamanyetik katkının varlığından bahsedebiliriz. Bu diamanyetik katkı çıkarıldığında (Şekil 3.14 B-)), malzemenin paramanyetik bir özellik gösterdiğini söyleyebiliriz.



Şekil 3.15 Mn katkılanmış InN numunesinin 10K-400K arasındaki farklı sıcaklıklarda M-H grafikleri.

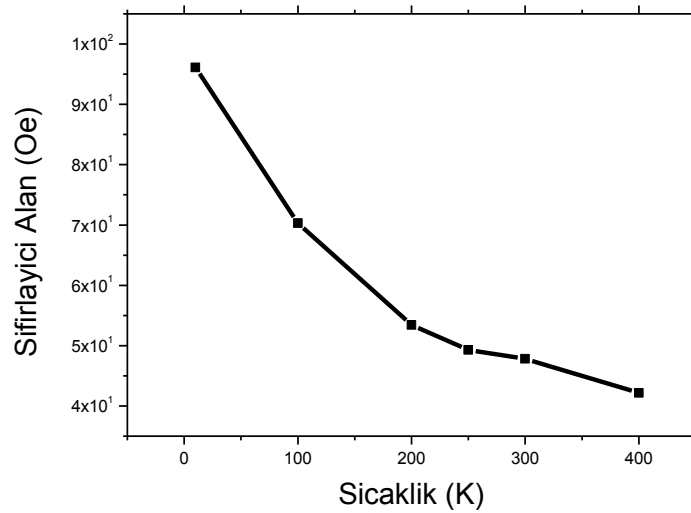
Şekil 3.15’de 4×10^{16} iyon/cm² dozunda Mn⁺ iyonu ile katkılanmış InN filmi için değişik sıcaklıklarda M-H eğrilerini görmekteyiz. Bu analizler yapılırken 400K’deki diamanyetik katkı belirlenmiştir. Diamanyetik katkı sıcaklıkla değişmediği için 400K’de bulunan diamanyetik katkı diğer sıcaklıktaki M-H

grafiklerinden çıkarılmıştır. Böylece filmin manyetizması hakkında daha sağlıklı bilgi edinilmiştir. Bu grafikler doğrultusunda bir histeresis eğrisi elde edildiğinden zayıf da olsa numunelerin ferromanyetik özellik gösterdiğini söyleyebiliriz. Şekil 3.16'de de görüldüğü gibi sıcaklık arttıkça zorlayıcı (coercive) alan değerlerinin azaldığı görülmektedir. Yani sıcaklık arttıkça termal çalkantılar numunenin manyetik momentlerinin yönelimini bozmak isteyecektir. Bu da mıknatıslanmanın azaldığı anlamına gelmektedir.

Tablo 3.4 Mn-InN numunesinin değişik sıcaklıklardaki sıfırlayıcı alan ve doyum mıknatıslanması (M_s) değerlerini gösteren tablo.

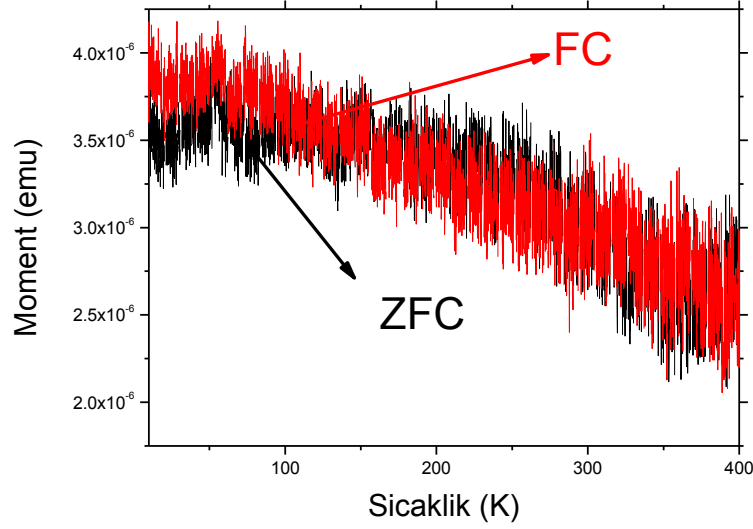
Mn Katkılı InN						
	10K	100K	200K	250K	300K	400K
H_c (Oe)	96.105	70.295	53.425	49.315	47.8	42.175
M_s (emu)	$1,09 \times 10^{-4}$	$9,4 \times 10^{-5}$	$9,3 \times 10^{-5}$	$9,3 \times 10^{-5}$	$9,36 \times 10^{-5}$	9×10^{-5}

Tablo 3.4'ün doğrultusunda sıcaklığa bağlı sıfırlayıcı alan grafiği aşağıda verilmiştir.



Şekil 3.16 Mn Katkılı InN filmi için Sıfırlayıcı Alan (Coercive Field) grafiği.

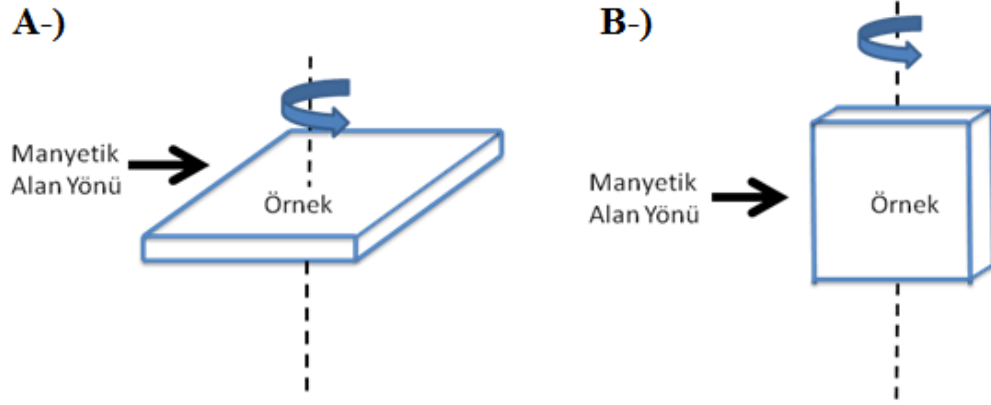
Numuneye dışarıdan manyetik alan uygulanmadan 400 K'den 10K'e soğutma yapılarak ZFC ölçümü yapılmıştır. Daha sonra alan altında 400K'den 10K'e soğutularak sıcaklığa bağlı mıknatıslanma ölçümü (FC) yapılmıştır. Bu ölçüm esnasında 50 Oe'lik alan uygulanmıştır. İdeal bir ZFC-FC eğrisi grafiğinde eğrilerin birleşmesi gerekmektedir (bkz. Şekil 1.12). Bizim aldığımız ölçümlerde bu bilgiyle aynı doğrultuda çıkmıştır (Şekil 3.17). Bu da örneğin ferromanyetik özellik kazandığını doğrular niteliktedir.



Şekil 3.17 Mn Katkılı InN numunesinin 50 Oe alan altında soğutulması ve alan uygulamadan soğutularak elde edilen sıcaklığa bağlı mıknatıslanma eğrisi.

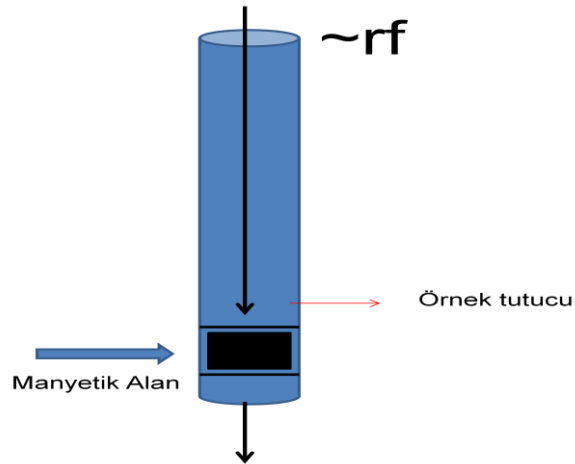
3.3.2. ESR Ölçüm Sonuçları

ESR cihazında yapılan ölçümler, örnek malzemenin manyetik mometlerinin yönelimlerini belirlemek amacıyla x-band (9.8 GHz) frekans bandına sahip ESR cihazı kullanılarak yapıldı. Literatürde daha önce Mn katkılanmış InN için ESR çalışması yapılmamıştır. Şekil 3.18'de örnek yüzeyine dik (out of plane) ve örnek yüzeyi düzleminde ölçüm geometrisi gösterilmiştir. Mn katkılanmış InN filminin manyetik spinlerinin yönelimlerini belirlemek için oda sıcaklığında manyetik alan örnek yüzeyine dik (out of plane) olacak şekilde ölçüm yöntemi kullanıldı. Örneğe, manyetik alanın out of plane geometrisinde nasıl etkiğini Şekil 3.18'de görebiliriz.



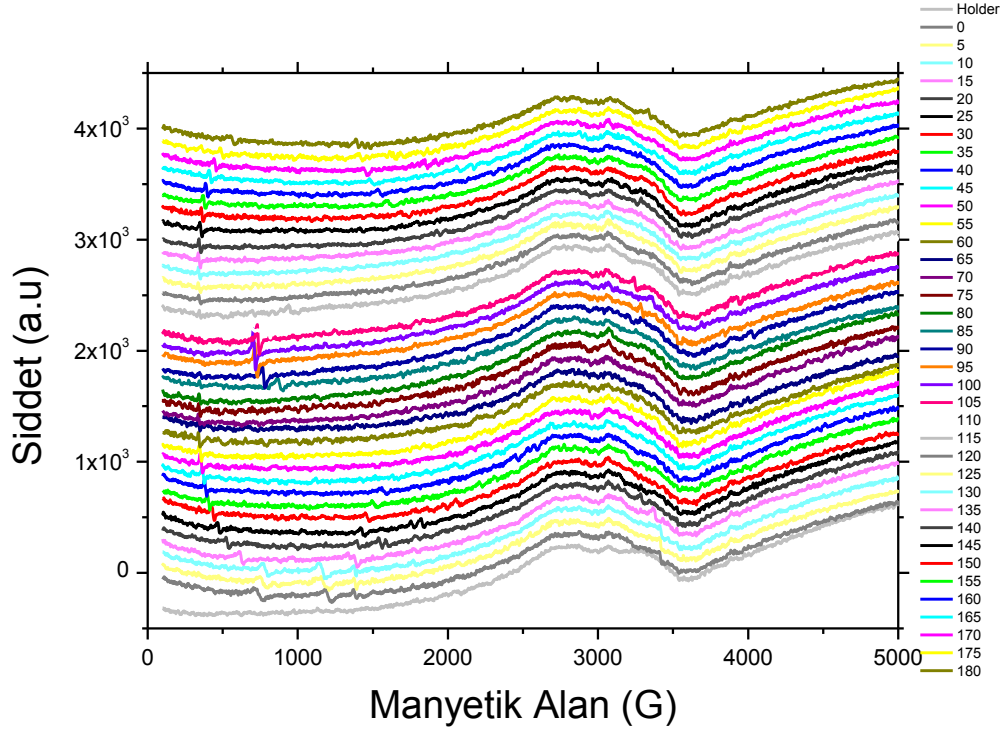
Şekil 3.18 ESR , A-) Düzlem içi "in plane" ve B-)Düzlem dışı "out of plane" ölçüm geometrisi.

Uygulanan manyetik alan malzemenin yüzeyine dik olacak şekilde örnek malzeme tutucuya (holder) Şekil 3.19'deki gibi yerleştirilmiştir.



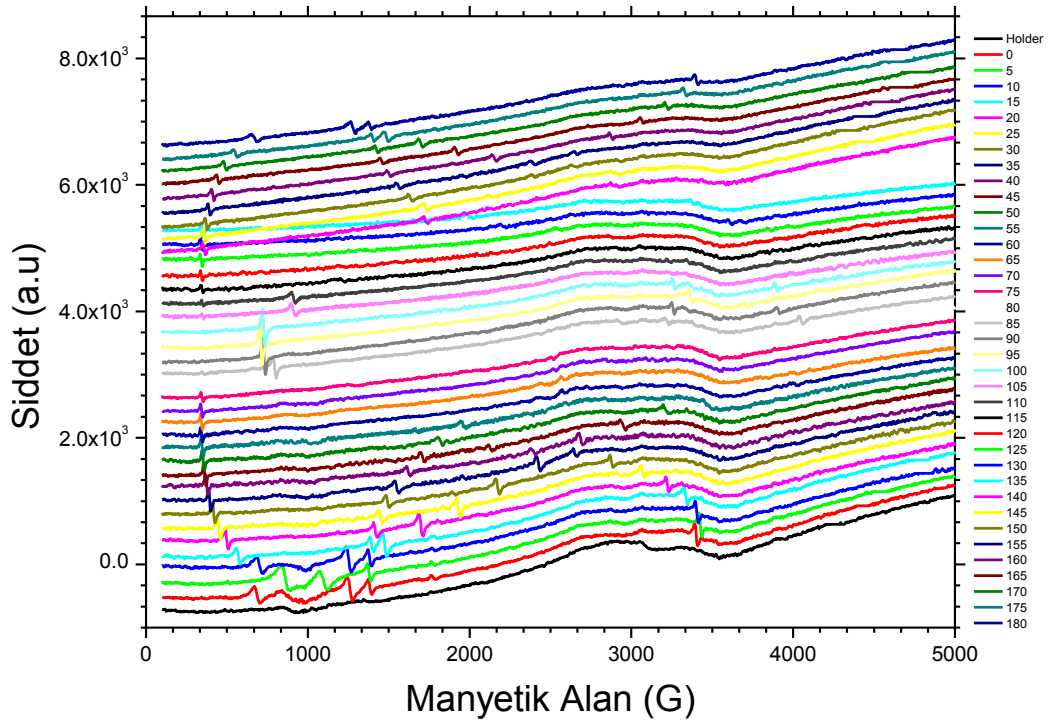
Şekil 3.19 Mn katkılanmış InN filminin ESR ölçüm cihazındaki örnek tutucuya "out of plane" geometrisinde yerleştirilmesi.

Bu geometride mikrodalga kaynağının frekansı ($\sim rf$) örnek düzlemine paralel şekildedir. Örnek yerleştirildikten sonra örnek tutucu 360° açığa kadar 5° 'er derecelik açılarla döndürülerek ölçüm yapılmıştır.

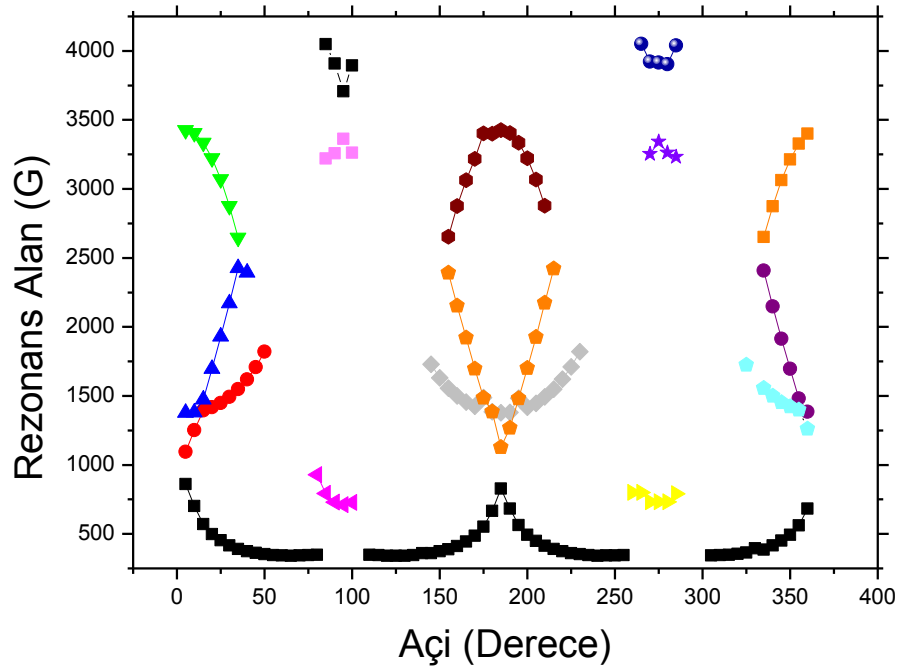


Şekil 3.20 Katkılanmamış InN filmi için “out of plane” ESR ölçümleri.

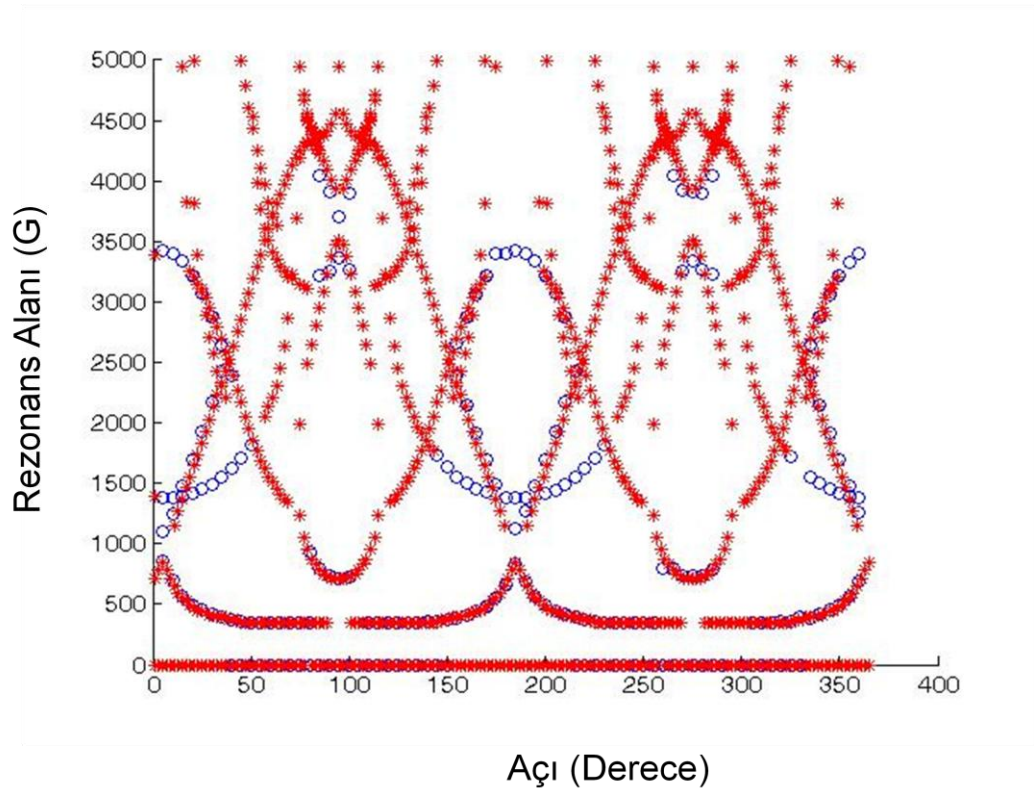
Şekil 3.20’de yapılan ölçüm grafiklerinde düşük alanlarda çok zayıf sinyaller görülmektedir.



Şekil 3.21 %1.09 Mn katkılanmış InN Filmi için “out of plane” ESR ölçümleri.



Şekil 3.22 %1.09 Mn katkılanmış InN filmi için “out of plane” ESR ölçümüne ait sinyallerin açığa bağlı rezonsans alanı sonuçları.



Şekil 3.23 Mn ile katkılanmış InN örneğinin ESR rezonsans alanının açısall bağımlılığının deneysel ve teorik dataları. Renkli çizgiler Fe için yapılan simülasyondur.

Sırasıyla Mn katkılanmamış InN ve Mn katkılanmış InN filmelerine ait Şekil 3.20 ve 3.21 “out of plane” ESR ölçüm grafiklerinden gördüğümüz gibi Mn katkılanmış InN filminde gördüğümüz sinyaller katkılanmamış InN’da da vardır. Ayrıca ESR datalarında gözlenen ekstra sinyallerin Fe iyonlarından kaynaklandığı gözlemlenmiştir. İmplantasyon öncesi sistemde Fe kirliliği içerdiği düşünülmektedir. Bu sinyaller düşük alanlarda (~ 400-500 G) çıkan paramanyetik sinyallerdir.

Oda sıcaklığında Mn katkılanmış InN filmi için alınan ölçümlerde ESR spektrumları 3 değerlikli paramanyetik demir iyonlarından kaynaklanmaktadır. Fe^{+3} iyonunun temel durumunda $L=0$ ve $S=5/2$ ’dir.

$$H = g\beta HS + D[S_z^2 - \frac{1}{3}S(S+1)] + E(S_x^2 + S_y^2)$$

İhmal edilmiştir.

Matlab simülasyon programıyla yapılan teorik modelleme sonucu Mn katkılanmış InN filmi için paramanyetik iyonların spin Hamiltonyen parametrelerini hesapladık. Bu hesaplamalar sonucu;

$$g\text{-faktör} = 2 \text{ (izotropik, } g_x=g_y=g_z)$$

$$D \text{ parametresi} = 2100 \text{ G} \times (0.93481139 \times 10^{-4})$$

$$= 0.1963 \text{ cm}^{-1} \text{ (literatürde } 0.1680 \text{ cm}^{-1})$$

olarak bulduk.

VSM analiz sonuçlarına göre Mn katkılanmış InN filmi ferromanyetik özellik göstermiştir. Fakat ESR’de FMR (ferromanyetik rezonans) sinyalleri görmemekteyiz. Bunun sebebini Mn katkılanmış InN filminin çok düşük bir manyetik katkıya ve düşük doyum mıknatıslanmasına bağlayabiliriz. Diğer taraftan Mn iyonlarının InN film sistemi içerisinde nasıl bir dağılım gerçekleştiği hakkında bir bilgiye ulaşılamamıştır.

4. SONUÇ VE DEĞERLENDİRME

Yapılan deneyler göstermiştir ki; InN film büyütme sırasında ortam sıcaklığı 500°C'den fazla olunca In'lar termal bozunmaya uğruyorlar. Dolayısıyla kaliteli InN büyütme için ultra yüksek vakum (UHV) ortamında ve düşük sıcaklıklarda büyütme yapmak gerekiyor. MBE sisteminin, InN filmi büyütme için uygunluğu bilinmektedir.

Büyüttüğümüz filmlerin XRD analizleri göstermiştir ki InN filmi kristal bir yapıda büyümüştür. Mn katkılanmış InN için SEM-EDS sonuçlarında Mn'ın yüzeye homojen bir şekilde dağıldığını gözlemledik. Bu da bize düşük konsantrasyon oranı kullandığımızda Mn iyonlarının InN içerisinde kümecik (cluster) oluşturmadan katkılanabileceğini göstermektedir. Ayrıca EDS sonuçlarında In'a rastlamamızın nedeni, iyon ekimi yönteminde aşılama yapmak istediğimiz film bölgesel olarak ısıtmaya maruz kalmaktadır. Bu sıcaklık 500°C'den fazla olunca In'lar termal bozunmaya uğramışlardır. Fakat XRD analizlerinde InN piki gördüğümüz için kalın bir InN tabakası mevcuttur.

İyon ekimi tekniği kullanılarak oda sıcaklığında 40 KeV enerjili 4×10^{16} iyon/cm²'lik düşük dozda Mn⁺ iyon demeti kullanılarak InN üzerine aşılama yapılan filmin VSM sonuçlarına göre ferromanyetik özellik gösterdiği gözlemlenmiştir. Bu tezde Mn katkılanmamış InN ile Mn katkılanmış InN filmlerini karşılaştırma olanağı elde ettik. Katkılanmamış InN filmine ait M-H eğrisini incelediğimizde yüksek bir diamanyetik katkıyı fark etmekteyiz. Bu diamanyetik katkıyı çıkarttığımızda paramanyetik bir özellik sergilediğini görmekteyiz. Bunun yanı sıra Mn katkılanmış InN filmi bir ferromanyetik histeresis eğrisi vermektedir. Zayıf da olsa bir mıknatıslanması mevcuttur. ESR analizlerinde alttaştan gelen paramanyetik pikleri görmekteyiz. Ayrıca iyon aşılama sisteminden gelen Fe sinyalleri de görmekteyiz.

Bu tez çalışması sonucu elde edilen Mn katkılanmış InN seyreltik manyetik yarıiletkeninin oda sıcaklığında ferromanyetik özellik gösterdiği belirtilmiştir. Bu özelliğinden dolayı spintronik uygulamaları için uygun olabileceği gözlemlenmiş ve yeni nesil cihaz uygulamaları için aday bir malzeme geliştirilmiştir.

KAYNAKLAR

1. Appaswamy, A., “Simulation of short channel AlGaIn/GaN HEMTs”, Yüksek lisans tezi, Pondicherry University, Pondicherry, 16, 32-33 (2005).
2. C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, 7 th edition, John Wiley & Sons, inc. New York, (1996)
3. K. Sato, P. H. Dederichs, H. Katayama-Yoshida, Jour. Of Phys. Society Japan, 76, 2 (2007)
4. M. Smith, G. D. Chen, J. Z. Li, J. Y. Lin, H. Jiang, A. Salvador, W. K. Kim, O. Aktas, A. Batchkarev, H. Morkoc, Appl. Phys. Lett. 67, 3387 (1995)
5. R. Gunshore, A. Nurmikko, M. Kobayashi, Physics World March, 47 (1992)
6. http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/semitech_en/kap_2/illustr/i2_1_2.html
7. K. S. A. Butcher, T. L. Tansley, Superlattice and Microstructures, 38 (2005)
8. B. Gil, “Group III Nitride Semiconductor Compounds”, Oxford University Press (1998)
9. R. Juza, H. Hanh, Z. Anorg, Alleg, Chem, 239, 282 (1938)
10. H. J. Hovel, J. Cuomo, J. Appl. Phys. Lett., 70, 2711 (1997)
11. T. L. Tansley, C. P. Foley, Electr. Lett., 20, 1066 (1984)
12. T. Inushima, V. V. Mamutin, V. A. Vekshin, S. V. Ivanov, T. Sakon, M. Motokawa, S. Ohoya, J. Cryst. Growth, 227-228, 481 (2001)
13. V. Yu Davydov, A. A. Klochikhin, R. P. Seisyan, V. V. Emtsev, S. V. Ivanov, F. Bechstedt, J. Furthmuller, H. Harimo, A. V. Mudryi, J. Aderhold, O. Semchinova, J. Graul, Phys. Status Solidi, 229 (2002)
14. Y. Nanishi, Y. Saito, T. Yamaguchi, J. Appl. Phys. Japan, 42, 2549 (2003)
15. J. Wu, W. Walukiewicz, K. M. Yu, J. W. Ager, E. E. Haller, H. Lu, W. Schaff, Y. Saito, Y. Noishi, Appl. Phys. Lett., 80, 3967 (2002)

16. H. Ohno, Science, 281, 951 (1998)
17. A. Haury, A. Wasiela, A. Arnoult, J. Cibert, S. Tatarenko, T. Dietl, Y. Merle d'Aubigne, Phys. Rev. Lett., 79, 511 (1997)
18. T. Story, R. R. Galazka, R. B. Frankel, P. A. Wolff, Phys. Rev. Lett., 56, 777 (1986)
19. Y. Fukuma, H. Asada, J. Miyashita, N. Nishimuro, T. Koyanagi, Journ. Appl. Phys., 93, 7667 (2003)
20. P. Fumaagalli, H. Munekato, Physical Rev., 53, 22 (1996)
21. R. Moriya, H. Munekato, J. Appl. Phys., 93, 4603 (2003)
22. H. Ohno, A. Shen, F. Matsukura, Appl. Phys. Lett., 69, 363 (1996)
23. C. Liu, F. Yun, H. Morkoc, Journ. Of Appl. Material Science-Materials in Electronich, 16, 555 (2005)
24. M. Hashimoto, Y. Koi Zhou, M. Kanamura, H. Asahi, Solid State Communications, 122, 37-39 (2002)
25. I. T. Yoon, C. S. Park, H. J. Kim, Y. G. Kim, T. W. Kang, M. C. Jeong, W. H. Ham, J. M. Myoung, Journ. Of Appl. Phys., 95, 2 (2003)
26. B. K. Rao, P. Jena, Phys. Rev. Lett., 89, 18 (2002)
27. A. Majid, R. Sharif, G. Husnain, A. Ali, J. Phys., 42, 135401 (2009)
28. E. A. Berkman, M. J. Reed, F. E. Arkun, N. A. El-Masry, J. M. Zavada, M. O. Luen, M. L. Reed, S. M. Bedair, Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 8, 34 (2005)
29. M. C. Park, K. S. Huh, J. M. Myoung, J. M. Lee, J. Y. Chang, K. I. Lee, S. H. Hon, W. Y. Lee, Solidr State Com., 124, 11-14 (2002)
30. M. L. Reed, M. K. R,tums, H. H. Stademaier, M. J. Reed, C. A. Parker, S. M. Bedair, N. A. El-Masry, Materials Lett., 51, 500-502 (2001)
31. B. E. Fautz, S. K. O'Leary, M. S. Shur, L. F. Eastman, J. Appl. Phys. 85, 7727 (1999)

32. A. Ney, R. Rajaram, R. F. C. Farrow, J. S. Harris, S. S. P. Parkin, *Journ. Of Supercon.*, 18, 1 (2005)
33. P. P. Chen, H. Makino, T. Yao, *Journ. Of Crys. Grow.*, 269, 66-71 (2004)
34. R. Rajaram, A. Ney, G. Salamon, J. S. Harris, R. F. C. Farrow, S. S. P. Parkin, *Appl. Phys. Lett.*, 87, 172511 (2005)
35. A. Ney, R. Rajaram, E. Arenholz, J. S. Harris, M. Samont, R. F. C. Farrow, S. S. P. Parkin, *Journ. Of Magnetism and Magnetic Materials*, 300, 7-11 (2006)
36. C. Zener, *Phys. Rev.*, 81, 440 (1951)
37. Tomasz Dietl, *Diluted Ferromagnetic Semiconductors-Theoretical Aspects*
38. B. D. Cullity, C. D. Braham, "Introduction to Magnetic Materials", 2nd edition, John Wiley & Sons, Inc. Hoboken, New Jersey, (2009)
39. S. Chikazumi, "Physics of Ferromagnetism" Oxford: New York, (1996)
40. R. E. Hummel, "Electronic Properties of Materials", 2nd edition, New York (1993)
41. D. Jiles, "Introduction to Magnetism and Magnetic Materials", Chapman & Holl, New York (1951)
42. M. Getzlaff, "Fundamentals of Magnetism", Springer, Berlin (2008)
43. squid-cmmp.blogspot.com/2011_06_01_archivr.html
44. Z. Wang, Y. Liu, Z. Zhang. "Handbook of Nanonphase and Nanostructured-Materials Systems Applications", Kluwer Academic Publisher (2002)
45. Bruce A. Joyce, Tim B. Joyce, *Journ. Of Crys. Grow.*, 264, 605-619 (2004)
46. Jhon R. Arthur, *Surface Science*, 500, 189-217 (2002)
47. K. Oura, V. G. Lifshits, A. A. Soranin, A. V. Zotov, M. Katoyama, *Surface Science*, Springer, 166, 229, 378, 382 (2003)

48. <http://www.veeco.com/markets/materials-science/effusion-cells,-valved-crackers,-and-gas-injectors.aspx>
49. en.wikipedia.org/wiki/ion_implantation
50. B. Gene, “Principles of Crystal Structure Determination”, Brown University, W. A. Benjamin, Inc., London, 25 (1969)
51. B. D. Cullity, “Elements of X-Ray Diffraction”, Wesley Publishing Company, Inc., London, 22 (1978)
52. Suryanarayana C., Grant Norton M., “X-Ray Diffraction”, 2nd Plenum Press, New York (1998)
53. R. Turton, “Katıların Fiziği” (2005)
54. M. A. Omar, “Elementary Solid State Physics”, Wesley Publishing Company (1975)
55. R.A. Serway, “Fizik ve Mühendislik için Fizik 2” (2002)
56. www.marineindia.com/vibration_sample_magnetometer.php
57. <http://uweb.txstate.edu/~ab35/manuals/VSM/VSM.pdf>
58. EMX User’s Manual, USA (1998)
59. E. Demirci, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü (2001)
60. Albert Fert, “Nobel Lecture” (2007)
61. P. P. Chen, H. Makino, T. Yao, Physica E, 21, 983-986 (2004)
62. S. Kimura, S. Emura, K. Tokuda, Y. K. Zhov, S. Hasegawa, A. Asahi, Journ. Of Crys. Grow., 311, 2046-2048 (2009)
63. M. Ohkubo, S. Nonomura, H. Watanabe, T. Gotch, K. Yamamoto, S. Nitta, Appl. Surface Science, 133-114, 479-479 (1997)

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Doğum Tarihi : 10/08/1987

Doğum Yeri : İstanbul,TÜRKİYE

EĞİTİM

2009 - 2012 Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü FİZİK BÖLÜMÜ

2008 - 2009 Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü FİZİK BÖLÜMÜ (Hazırlık Sınıfı)

2004 - 2008 İstanbul Üniversitesi FİZİK BÖLÜMÜ (2.82/4)

2001 - 2004 OTAKÇILAR LİSESİ (4.97/5)

