

T.C.
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

AC VE DC PÜSKÜRTME YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN ALÜMİNYUM
ÇİNKO OKSİT İNCE FİMLERİN KARAKTERİZASYONU VE BİRBİRİ
İLE KARŞILAŞTIRILMASI

ADNAN TOPRAK

AĞUSTOS 2015

Fizik Anabilim Dalında Adnan TOPRAK tarafından hazırlanan, AC VE DC PÜSKÜRTME YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN ALÜMİNYUM ÇİNKO OKSİT İNCE FİLMİNİN KARAKTERİZASYONU VE BİRBİRİ İLE KARŞILAŞTIRILMASI adlı Yüksek Lisans Tezinin Fizik Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Saffet NEZİR

Anabilim Dalı Başkanı

Bu tezi okuduğumu ve tezin **Yüksek Lisans Tezi** olarak bütün gereklilikleri yerine getirdiğini onaylarım.

Yrd.Doç.Dr. Mustafa Burak TÜRKÖZ

Ortak Danışman

Prof. Dr. Sedat AĞAN

Danışman

Jüri Üyeleri

Başkan : Yrd.Doç.Dr. Mustafa YÜKSEL _____

Üye (Danışman) : Prof. Dr. Sedat AĞAN _____

Üye : Yrd. Doç. Dr. Erdem YAŞAR _____

.../.../2015

Bu tez ile Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu Yüksek Lisans derecesini onaylamıştır.

Prof. Dr. Mustafa YİĞİTOĞLU

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ÖZET

AC VE DC PÜSKÜRTME YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN ALÜMİNYUM, ÇİNKO OKSİT İNCE FİMLERİN KARAKTERİZASYONU VE BİRBİRİ İLE KARŞILAŞTIRILMASI

TOPRAK, Adnan

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Prof. Dr. Sedat AĞAN

Ortak Danışman: Yrd. Doç. Dr. Mustafa Burak TÜRKÖZ

Ağustos 2015, 53 sayfa

Bu çalışmada, Alüminyum Çinko Okside İnce Filmler AC ve DC sputter sistemi kullanılarak üretilmiştir. Öncelikle hangi güç kaynağının AZO ince film üretmek için daha kullanışlı olduğu incelenmiştir. Bundan sonra bu güç kaynağı yardımıyla değişik güçler uygulanarak örnekler üretilmiştir. Üretilen örnekleri yüzey yapısını incelemek için *SEM*, Optik karakterizasyonu için RAMAN spektroskopisi, katkıyla değişen iyon miktarlarını belirlemek için *EDS*, elektriksel karakterizasyonu için *R-T* ölçümleri ayrıca PL analizleri yapılmıştır.

Anahtar kelimeler: İnce Film, SEM, EDS, AC Sıçratma, DC Sıçratma, Elektriksel Özdirenç, ZnO, Solar cell, Sputtering, TCO, PL, Transmittance, Resitivity

ABSTRACT

INVESTIGATION OF CHARACTERIZATION OF ALUMINUM, ZINC OXIDE THIN FILMS PRODUCED BY AC AND DC SPUTTERING AND THEIR COMPARISON WITH EACH OTHER

TOPRAK, Adnan

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics, MS. Thesis

Supervisor: Prof Dr. Sedat AĞAN

Co-Supervisor: Assist. Prof. Dr. Mustafa Burak TÜRKÖZ

August 2015 53 Pages

In this study, Aluminum Zinc Oxide Thin Film will be prepared by using AC and DC sputtering system. First of all, it was investigated that which power supply is useful for fabricated AZO thin film. After that, different samples were produced by aid of this power supply by using varied powers. SEM is used for investigation of surface structural; TEM for structural analysis at the atomic level; EDS for determination of changing ion quantities with contribution; R-T for electrical characterization, besides PL analysis were executed.

Keywords: ITO, ZnO, Solar cell, Sputtering, TCO, SEM, XRD, TEM, PL, Transmittance, Resistivity

TEŐEKKÜR

Tezimin hazırlanması esnasında hiçbir yardımını esirgemeyen ve her zaman genç arařtırmacılara büyük destek olan, laboratuvar imkanlarını sonuna kadar bizlerin hizmetine sunan, tez yöneticisi hocam, Sayın Prof. Dr. Sedat AĐAN'a, tez çalışmalarım esnasında, bilimsel konularda daima desteĐini aldığım hocam Prof. Dr. Saffet NEZİR'e, deneysel tecrübelerini birebir uygulamalı anlatımlarla benimle paylaşan deĐerli bilim adamı, Dr. Mustafa Burak TÜRKÖZ'e, Enerji sektörüne katkıda bulunmak amacı güttüğümüz tezimize pozitif enerjisiyle katkıda bulunan arkadaşımız İsmail BİLİCAN'a, Laboratuvar ölçümlerinde ve tezimizin her kademesinde yardımlarını esirgemeyen arkadaşım, deĐerli bilim insanı Ümit ERDEM'e, büyük fedakarlıklarla bana destek olan ve birçok konuda olduĐu gibi, tezimi hazırlamam esnasında da yardımlarını esirgemeyen deĐerli eşim ve minik yaramazlarım Emir Haktan'a teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ	vii
1. GİRİŞ	1
2. MATERYAL VE YÖNTEM	3
2.1. Güneş Işığının Yapısı	3
2.2. Fotoelektrik olay	5
2.3. Güneş Enerjisi.....	5
2.4. Güneş Pillerinin Yapısı.....	6
2.5. İnce Filmler Ve Kaplama Teknikleri.....	7
2.5.1. Yerleşim (Kaplama)	8
2.5.1.1. Kimyasal Yerleşim.....	9
2.5.1.2. Fiziksel Yerleşim	9
2.5.2. Buharlaştırma Teknikleri	10
2.5.3. Sıçratma (Püskürtme) Tekniği.....	11
2.6. Alüminyum Çinko Oksit Bileşiğinin Özellikleri	15
2.6.1. Kimyasal Özellikler	17
2.6.2. Fiziksel Özellikler (Kristal Yapı)	18
2.6.3. Mekanik Özellikler	19
2.6.4. Elektriksel Özellikler	19
2.7. Ölçüm ve Teknikler	20
2.7.1. Temel Spektroskopi Bilgileri.....	20
2.7.1.1. Elektromanyetik Spektrum.....	20
2.7.1.2. Atomik Enerji Seviyeleri.....	20
2.7.1.3. Moleküler Enerji Seviyeleri	21
2.7.1.4. Yayılım ve Soğurum	22
2.7.2. Raman Spektroskopisi	23

2.7.3. Fotolüminesans	28
2.7.3.1. Fotolüminesans Spektroskopisi.....	29
2.7.4. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi	30
2.7.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	31
2.7.6. Özdirenç.....	33
3. ARAŞTIRMA BULGULARI.....	35
3.1. Raman Spektroskopisi Ölçümü	35
3.2. PL Spektroskopisi Ölçümü.....	37
3.3. SEM Ölçümleri.....	39
3.4. EDS (Kimyasal Analiz) Ölçümü	45
3.5. Özdirenç Ölçümü.....	46
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	50
KAYNAKLAR	52

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Elektromanyetik Spektrum	4
2.2. Fotovoltaik güneş pilleri dönüşüm sistemi	7
2.3. Sıçratma mekanizması	11
2.4. Vakum ortamında Argon Gazı Atomlarının Hedef Malzeme atomlarını Püskürtmesi. 13	
2.5. ZnO' nun kristal yapılarının gösterimleri	18
2.6. Elektromanyetik ışımaya – molekül etkileşimi	21
2.7. Atomda iki enerji seviyesi arasında gerçekleşen işlemler	22
2.8. Raman saçılması için şematik gösterim	24
2.9. Raman saçılmaları için enerji seviyeleri gösterimi	25
2.10. Raman spektroskopisi sisteminin şematik gösterimi	27
2.11. Fotoluminesans ölçüm düzeneği	29
2.12. EDX analiz yönteminin temeli	30
2.13. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Çalışma sistemi	31
2.14. Standart dört nokta yöntemine göre numunelere yapılan kontaklar ve parametrelerin şematik gösterimi	34
3.1. KÜBTAL bünyesinde bulunan SENTERRA Raman mikroskobu	35
3.2. AC 50 W'lık güç altında ölçülen Raman Spektroskopisi sonuçları	36
3.3. DC 50 W'lık güç altında ölçülen Raman Spektroskopisi sonuçları	37
3.4. AC 50 W'lık güç altında ölçülen PL sonuçları	38
3.5. DC 50 W'lık güç altında ölçülen PL sonuçları	39
3.6. FEI Quanta FEG 250 SEM cihazı	40
3.7. AC 50 W güç ve 500nm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu	41
3.8. AC 50 W güç ve 1µm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu	42
3.9. AC 50 W güç ve 500nm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu	42
3.10. DC 50 W güç ve 500nm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu	43
3.11. DC 50 W güç ve 500nm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu	44
3.12. DC 50 W güç ve 1µm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu	45
3.13. Cryogenic Liquid Helium Cryostat	48

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. ZnO'nun sahip olduğu çeşitli özellikler.....	17
3.1. DC 50 W Kimyasal analiz sonuçları.....	46
3.2. AC 50 W Kimyasal analiz sonuçları.....	46
3.3. Özdirenç Ölçüm Sonuçları.....	49



1. GİRİŞ

İnsanlığın enerji ihtiyacı, nüfusun artması ve teknolojinin ilerlemesiyle iyice kendini hissettirmiş, bu uğurda dünya savaşları yapılmış, insanoğluna huzur vermek kadar huzursuzlukta vermiştir. İlk enerji kaynakları rüzgar ve fosil yakıtları, hayvan gücü ve su gücü olmuş, elektriğin keşfinden sonra kısa sürede insanoğlunun vazgeçemediği bir ihtiyaç haline dönüşmüş ve enerji ihtiyacının büyük çoğunluğu elektrik üretimine olanak verecek şekilde meyil göstermiştir. Elektrik üretimi içinse termik santraller, rüzgar gücü, hidroelektrik santraller, jeotermal enerji, nükleer santraller ve güneş enerjisi kullanılmıştır. Bu kaynaklardan bir kısmı, zamanla tükenecek olması ve çevre kirliliğine yol açması nedeniyle gözden düşmüş, zaman içinde daha temiz olan ve yenilenebilir enerji kaynakları olarak adlandırılan rüzgar gücü, su gücü ve güneş enerjisi ön plana çıkmıştır.

1839 yılında gözlenen fotovoltaik olay sonrasında güneş enerjisinden elektrik üretme fikri ortaya çıkmış ve bir elektrolite daldırılan iki elektrot arasında ışığa bağlı olarak potansiyel fark oluşmasına dayanan bu olay 1876 yılında Selenyumda da gözlenmiştir. İlk silisyum güneş pili ise 1954 yılında üretilmiştir. Diğer elektrik üretim tekniklerine göre daha pahalı olan bu sistem ilk zamanlarda çok cazip olmasa da daha verimli güneş pillerinin bulunmasıyla ve yenilenebilir enerji kaynaklarına olan ihtiyacın artması ile birlikte gelişim göstermiştir. Güneş enerjisinden elektrik üretme nükleer enerjiye göre dört kat daha maliyetlidir ancak yapılan çalışmalar sonucu keşfedilen ve büyük sermaye gerektirmeyen silisyum güneş pilleri yirmi uzun yıllar dayanabilmesi ve daha yüksek verimle çalışabilmesi yenilenebilir enerji kaynakları listesinin başında yer almasını sağlamıştır. Güneş pilleri temiz ve gürültüsüz olmalarına karşın genellikle ilgili problemler ekonomiktir [1]. Daha esnek malzeme üretme ve verimi artırma çalışmaları halen bilim adamlarının en çok üzerinde durduğu çalışmalardandır. Merak edilen diğer bir husus ise bir şehirdeki binaların çatıları güneş enerjisi panelleri ile kaplanır ve güneş enerjisi yoğun olarak kullanılırsa doğanın dengesi bozulur mu? Fotosentez yapan bitkilere giden güneşi kesmiş ve dünyamızda oksijenin azalmasına neden olur muyuz? Canlıların güneşe olan ihtiyaçları da dikkate alınmadan yapılacak çalışmalar ilk bakışta bile ileride ciddi sorunlar doğurabileceğini bize göstermektedir.

Bizim çalışmamız ise, öncelikli olarak özdirenci daha düşük, doğal olarak akım yoğunluğu ve verimi daha yüksek güneş pilleri üretmek, bu vesileyle daha az ışık ile çalışabilen verimi yüksek güneş pilleri üretim çalışmalarına katkıda bulunmaktır. Özdirenci düşük iki metal alüminyum ve çinko kimyasal olarak birleştirilmiş ve oksijen ile bağ yapabilme özelliği sayesinde kaplama esnasında oksijen katkılanmış ve öz direnci daha düşük hale getirilmiş ve AZO Thin film olarak bilinen yapı meydana getirilmiştir. Çalışmamız, meydana getirilen yapının karakteristik olarak incelenmesi ve daha önce yapılan benzer çalışmalar ile kıyaslanması esasına dayanmakta ve böylece ileride yapılacak farklı çalışmalara ışık tutmayı hedeflemektedir. Ayrıca üretilen tüm numunelerin karakteristik ölçümlerinin üniversitemiz bünyesinde yapılmış olması da küçük bir orta Anadolu şehri olan Kırıkkale için günümüz şartlarında hatırı sayılır bir başarı olarak görülebilir ve fırsat verildiği takdirde genç bilim insanlarımızın ileride yapabileceği çalışmaları görmek açısından umut vericidir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Güneş Işığının Yapısı

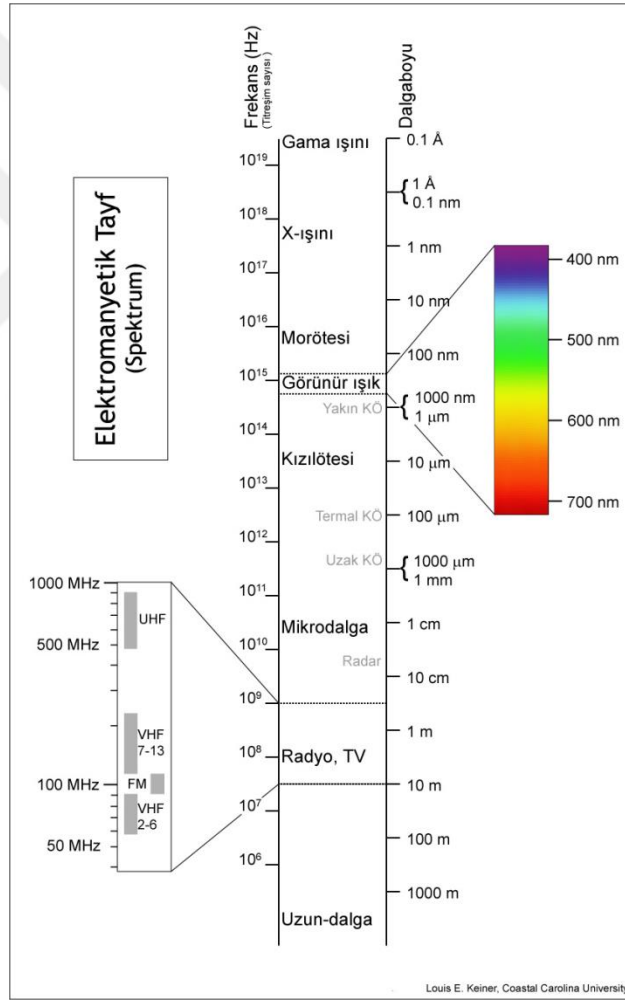
İkili yapısı ile her zaman merak konusu olan güneş ışığının yapısı günümüzde de tam olarak çözülememesine karşın, hakkında yapılan ve deneylerle uyumlu sonuçlar veren birçok teori geliştirilmiştir. Işık canlıların en temel ihtiyaçlarından biridir, bitkiler fotosentez yolu ile güneş enerjisini kimyasal enerjiye dönüştürürler. Ayrıca; ışık, evrendeki ve çevremizdeki nesnelere bilgi alabilmemizi ve iletebilmemizi sağlayan ana kaynaktır.

Işığın doğası ve özellikleri, eski zamanlardan beri büyük bir ilgi ve tartışma konusu olmuştur. Yunanlılar, ışığın bir ışık kaynağından yayılan ve sonra gözlemcinin gözüne çarparak görüntünün algılanmasını sağlayan küçük parçacıklardan oluştuğuna inanırlardı. Newton, bu tanecik teorisini, ışığın yansımalarını ve kırılmasını açıklamak için kullandı. 1648'de, Newton dönemi bilim insanlarından olan Christian Huygens, Işığın pek çok özelliğini, onun dalga karakterinde olduğunu önererek açıklayabilmekteydi. Daha sonraları 1865'de Maxwell, elektromanyetik dalgaların ışık hızıyla ilerlediğini gösteren harika bir teori geliştirdi. O zamana kadar, ışığın dalga teorisi, neredeyse kesin bir ilke gibi görünüyordu.

Yirminci yüzyılın başlarında Max Planck, sıcak cisimlerce yayılan ışınımı açıklamak için ışığın tanecik teorisini tekrar gündeme getirdi. Einstein, tanecik teorisini, fotoelektrik olay teorisinde üzerine ışık düşen bir metalin elektronları nasıl yaydığını açıklamak için kullandı. Bugün bilim adamları, ışığı ikili bir doğaya sahipmiş gibi görmektedirler. Işık hem dalga, hem de parçacık gibi davranır. [2]

1887'de Hertz bir indüksiyon makarasının boşaltılmasıyla kıvılcım aralığı boyunca yerleştirilmiş titreşen elektrik ve manyetik alanları 10m civarındaki dalga boyuyla gözlenmiş ve böylece gözle görülmeyen bir elektromanyetik dalga elde edilmiştir. Görünür ışık ve Hertziyen dalgalar elektromanyetik spektrumun bir parçasıdır ve

1pm'den 100km'ye kadar bir bölgeye uzanırlar (Şekil 2.1'e bakınız). Dalga teorisi, girişim ve kırınım gibi bazı olaylara açıklık getirmekle beraber enerji değişiminin olduğu, ışığın yayılması, soğrulması ve fotoelektrik olay gibi teorilerde doğru sonuç verememektedir. Bir katının, üzerine ışık ışınları düşürüldüğünde yüzeyinden elektron ayrılması olayı olan 'fotoelektrik olay', 1905'te Einstein tarafından fizik literatürüne kazandırıldı. Einstein enerjinin doğru orantılı yayılmayıp, belli bölgelerde yoğunlaştığını ve parçacık gibi davranarak ilerlediğini öne sürdü ve o, bu parçacıklara 'foton' adını verdi. [3]



Şekil 2.1. Elektromanyetik Spektrum

2.2. Fotoelektrik Olay

XIX. yy sonlarında üzerine ışık düşen metallere elektron koptuğu gözlemlendi. Bu olay o güne kadar ışık ile ilgili fikirlerle uyumsuzluk gösteriyordu, elektron ancak belirli frekanstaki ışıktan büyük değerlerde koparılabiliyor ancak şiddeti ne kadar artırılırsa artırılırsa belli frekans değerleri altında asla elektron koparılamıyordu, bu ışığın dalga doğasına aykırı bir durumdur çünkü o güne kadar inanılan yaygın görüşe göre dalga ne kadar zayıf olursa olsun eninde sonunda elektronla rezonans durumuna gelerek onu kopmaya zorlar ve bir süre sonunda bunu başarırdı. Yapılış döneminde teknoloji harikası sayılan, en büyük depremlerde bile yıkılmaz denilen Tacoma Narrows köprüsü 1943 yılında yapılışından sadece altı ay gibi bir süre sonra rüzgar ile rezonansa girip yıkılması bu olayı anlatan harika bir örnektir.

Einstein'in önceki bölümde kısaca değindiğimiz foton adını verdiği dalga-parçacık karışımı enerji paketçikleri önerisi ile fotoelektrik olay büyük oranda açıklanabildi ve yaklaşık on altı yıl sonra (1921'de) kendisine Nobel ödülü kazandırdı. [4]

2.3. Güneş Enerjisi

Yaşamın kaynağı olan güneş, doğal sistem enerjisinin büyük bir bölümünü sağlar. Çapı yaklaşık 1,4 milyon km olan ve iç çevresinde çok yoğun gazlar bulunan yaklaşık olarak küresel geometrideki güneş dünyamızdan 150 milyon km uzaklıktadır. Güneşin merkezindeki sıcaklık milyonlarca dereceye ulaşabilirken, yüzey tabakasındaki sıcaklığın ise 6000 K civarında olduğu hesaplanmıştır. Dünyamıza evrenin diğer bölgelerindeki yıldızlardan da değişik frekanslarda enerji gelmektedir; ancak dünyanın temel enerji kaynağı güneş olup, gelen ışınımın önemli bir kısmı görünür bölgededir. Işık ışınlarının enerjisi görünür bölgede kırmızıdan mora doğru artış gösterir. Güneşin bir saniyede güneş sistemine verdiği enerji (Güç), çok büyük olmasına rağmen, yerküre atmosferinin dışına ulaşan bölümü çok küçüktür. Güneş ışıklarının atmosferden geçerken uğradığı değişimin bağlı olduğu

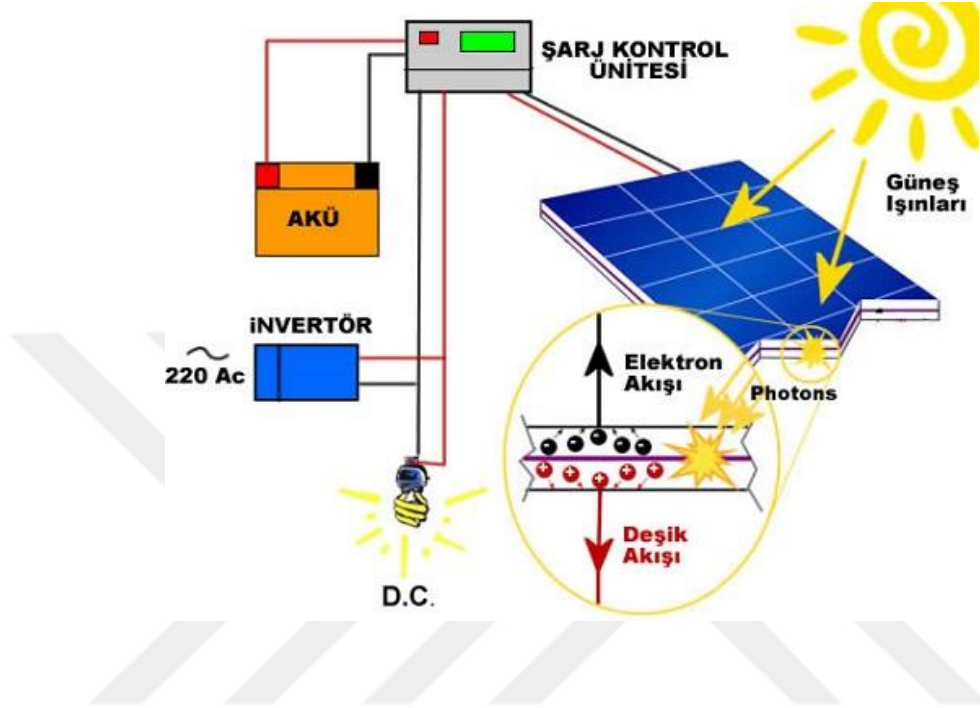
değişkenlerin sayısı oldukça çoktur, ancak içlerindeki en önemli etken, ışığın dünya atmosferinde aldığı yolun uzunluğudur. 6000 K sıcaklığında siyah bir cismin ışımasının spekturumu, atmosferin hemen dışındaki ve yeryüzündeki güneş ışınımının spektral dağılımı karşılaştırıldığında aralarında önemli farklar olduğu görülmektedir. Bu nedenle genellikle güneş ışınımı değerlendirilirken atmosfer dışındaki seçilen nokta başvuru noktası olarak ele alınır. Güneş ışınları atmosferden geçerken spektrumları önemli ölçüde değişikliğe uğrar. Bulutsuz ve güneşli bir havada bile güneş ışınları atmosferden geçerken oksijen, karbondioksit, su buharı, azot, ozon, metan gibi gaz moleküllerinin yanında, aerosol ve toz zerreciklerinde saçılarak yeryüzüne yaklaşık yüzde yetmiş ulaşır. Yeryüzüne düşen güneş ışınları, doğrudan güneşten gelen ve atmosferde saçıldıktan sonra yayınımına (difüzyona) uğramış ışınların toplamıdır. Doğrudan güneşten gelen ışınların hava koşullarına bağlı olarak, saçılmış ışına oranı değişir; örneğin, bulutlu bir günde, güneş ışınımının önemli bir bölümü, saçılmış ışınlardan oluşurken, güneşli bulutsuz bir günde güneş enerjisinin büyük bir kısmı, doğrudan ışınlardan oluşacaktır. Tüm bu ışınımın toplamı, küresel ışınım olarak adlandırılır. Fotovoltaik sistemlerin seçiminde, güneş ışınımının verileri büyük önem taşır. [5]

2.4. Güneş Pillerinin Yapısı

Güneş ışınlarını direkt olarak elektrik enerjisine dönüştüren sistemlere güneş pili veya fotovoltaik pil denir. fotovoltaik olay ilkesine dayanan bu sistemler günümüzde teknolojinin her alanında yavaş yavaş kendine yer bulmaya başlamıştır. Daha açık ifade etmek gerekirse üzerine güneş ışığı düşürülen yarıiletken levhanın uçlarında meydana gelen potansiyel farkın, yarıiletkende akım oluşmasını sağlaması esasına dayanarak çalışmaktadır ve bu devreye dışarıdan bağlanan elektronik bir düzenek, sağlanan bu enerji ile çalıştırılmaktadır. İstenilen seviyede gücü sağlamak için çok sayıda güneş pilini seri ya da paralel olarak bağlamak mümkündür. [6]

Fotovoltaik güneş pilleri; absorbanmış fotonların oluşturduğu akımı geçirecek yöndeki bir diyot üzerine paralel bağlanmış sabit bir akım kaynağı gibi hareket eder.

Bu sistemde fotovoltaik güneş pilleri ileri yönde beslenmiş bir P-N eklem diyodu gibi çalışırlar. Şekil 2.2. de Fotovoltaik güneş pilleri dönüşüm sistemleri şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.2. Fotovoltaik güneş pilleri dönüşüm sistemi [7]

2.5. İnce Filmler Ve Kaplama Teknikleri

Kalınlığı nanometre boyutundan mikrometrelere kadar uzanan çeşitli katman malzemelerine İnce film denir. Elektronik yarı iletken aygıtlar ve optik kaplamalar, ince film yapılardan yararlanan temel uygulamalardan bazılarıdır. İnce filmlerin en bilinen uygulamaları arasında her gün kullandığımız, değişik boyutlarda olabilen bir cam ve arka yüzünde yansıtma sağlayan ince, metal kaplamadan oluşan aynalar bulunmaktadır. 50nm'den daha ince bir film kaplama ile çift yönlü aynaların da oluşması sağlanabilmektedir.

Bu tür kaplamaların verimi, çeşitli kalınlıklara ve yansıtma değerlerine sahip çoklu katmanlardan oluşturulan ince filmlerin kullanılması sayesinde arttırılmaktadır. Benzer şekilde çeşitli malzemelerdeki ince filmlerin periyodik yapısı, elektronik olguları iki boyuta sınırlayacak şekilde kuantum hapis olgusunu kullanan yapıları oluşturabilir. Ferromanyetik ve ferroelektrik ince filmler kullanılarak bilgisayar hafıza aygıtları üretilebilir. Farmakoloji alanında da kendine yer bulan ince filmler, ince film bataryaları ve renk hassasiyetli güneş pillerinde de kullanılır. Seramik ince filmler yaygın kullanım alanına sahip olmakla birlikte, dayanıklı ve sert seramik malzemelerle yapılan bu ince film kaplamalar söz konusu cisimleri yıpranma, oksitlenme ve aşınmadan korumaktadır. Özellikle kesim aletlerinde bu tarz kaplamaların kullanılması bu aletlerin ömrünü birkaç kat uzatmaktadır. Üzerinde araştırması süren inorganik oksit malzemelerden yapılmış yeni bir ince film tipi sayesinde ileride daha ucuz, stabil ve doğaya dost şeffaf transistörler üretilebilmesi için çalışmalar devam etmektedir.

2.5.1. Yerleşim (Kaplama)

İnce film yerleşimi, bir yüzeye ince film uygulanması işlemine denir. İnce film yerleşimi boş bir katmana ya da kaplaması olan bir katmanın üstüne uygulanabilir. Yerleşim işlemi, optik, elektronik, paketlenme ve çağdaş sanatların üretiminde kolaylık sağlar. Benzer işlemler bazen örneğin elektrokaplama ile bakırın arıtımı, CVD benzeri işlemle silikon ve zenginleştirilmiş uranyum yerleşimi gibi kalınlığın önemsiz olduğu durumlarda yapılır.

Yerleşim teknikleri, kimyasal ya da fiziksel olmak üzere iki kategoriye ayrılmaktadır.

2.5.1.1. Kimyasal Yerleşim

Burada, katı bir yüzeyde sıvı bir "öncü" malzeme, kimyasal değişime aracılık ederek katmandan ayrılır. Çok kullanılan bir örnek olarak, soğuk bir cismin aleve tutulmasıyla oluşan is verilebilir. Akışkan katı cismi çevreleyerek yüzeyde yerleşim sağlanır. Bazı kaplama işlemlerinde ise çözeltinin tamamen tepkimeye sokulmasıyla gerçekleştirilir fakat en çok uygulanan, ticari önemi yüksek olan işlem elektro kaplamadır.

Kimyasal çözelti kaplaması veya kimyasal banyo kaplaması işlemlerinde sıvı bir öncünün, daha çok organik bir çözücüde çözülmüş organometalik toz çözeltisi kullanılır. [8]

2.5.1.2. Fiziksel Yerleşim

Fiziksel yerleşim için mekanik, elektromekanik veya termodinamik araçlarla katı, ince filmler üretilir. Çoğu mühendislik malzemeleri ancak yüksek enerjiyle bir arada kalabilir ve kimyasal reaksiyonlar bu yüksek enerjiyi depolamak için kullanılamamaktadır. Ticari fiziksel yerleşim sistemleri ise düzgün çalışmak için düşük basınçlı buhar ortamına ihtiyaç duyar ve bunların çoğu fiziksel buhar yerleşimi (PVD) olarak tasvir edilir. [8]

PVD işlem basamakları birçok avantajı sebebiyle kaplama teknolojisinde önemli bir yere sahiptir. Bu özellikler şu şekilde sıralanabilir.

- a) PVD teknolojisiyle teorik olarak tüm metal, alaşım, seramik ve polimer kaplamaları elde etmek mümkündür. Yani hemen hemen her kaplama, her taban malzeme üzerine biriktirilebilir.
- b) PVD teknolojisiyle kaplamaların yanı sıra; sac, folyo, boru gibi parçalar da biriktirilebilir.

- c) Kaplamalar mükemmel yapışma Özelliğine sahiptirler.
- d) Biriktirme hızı aralığı oldukça geniştir; bu nedenle yüksek hızda üretim yapılabilir.
- e) Kaplama sonrası yüzey pürüzlüğü, taban malzemenin yüzey pürüzlüğüyle yaklaşık aynı olduğu için, kaplama sonrası zımparalama ve parlatma gibi yüzey işlemlerine ihtiyaç duyulmaz.
- f) PVD proseslerinin hiçbirinde, çevre problemlerine yol açan zehirli atıklar oluşmaz.
- g) Kontrollü vakum ortamı ve saf kaynak malzemelerinin kullanılması nedeniyle yüksek saflıkta birikimler elde edilir.

PVD yöntemi ile yapılan üretimlerin uygulama alanları arasında oyuncaklar, takılar, gözlük çerçeveleri, saatler, lazer optikler, aynalar, projektör yansıtıcıları, kameraların optik elemanları, yarı iletken parçalar, entegre devreler, kapasitörler, rezistörler, süperiletkenler, güneş pilleri, yağlayıcı filmler, kesici takımlara yapılan sert kaplamalar vb. bulunmaktadır. [9]

PVD tekniği, vakum altında bulunan malzemelerin buharlaştırılarak veya sıçratılarak atomların yüzeyden kopartılması ve kaplanacak olan alt malzeme yüzeyine atomsal veya iyonik olarak biriktirilmesi esasına dayanır. PVD işlem basamakları en temel olarak ikiye ayrılır. Bunlar buharlaştırma ve sıçratma yöntemleridir.

2.5.2. Buharlaştırma Teknikleri

Buharlaştırma yöntemiyle yapılan PVD kaplamalar için gerekli olan buhar fazı, rezistansla, indüksiyonla, elektron bombardımanı ve katodik arkla buharlaştırma yöntemleriyle elde edilir. Buharlaştırma prosesi genellikle 10^{-5} - 10^{-6} torr vakum altında gerçekleştirilir. Böylece buharlaştırılan atomlar bir yol boyunca çarpışmaya uğramadan taşınır ve böylece taban malzeme üzerinde yoğunlaşması sağlanır. [9]

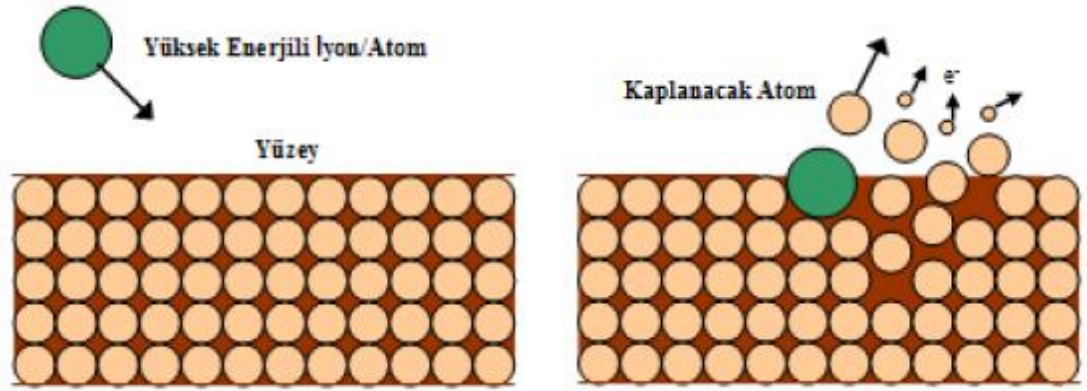
Buharlařtırma teknikleri olarak Rezistansla buharlařtırma, elektron bombardımanıyla buharlařtırma, indüksiyonla buharlařtırma ve katodik ark buharlařtırma adı verilen teknikler kullanılmaktadır. [10]

2.5.3. Sıçratma (Püskürtme) Tekniđi

Sıçratma yöntemi, hedef malzeme yüzeyinin, genellikle plazma veya iyon tabancası aracılığıyla hızlandırılmış atomik boyuttaki yüksek enerjili gaz iyonlarıyla bombardıman edilerek, atomların yüzeyden sıçratılması ve hedef malzeme yüzeyinden kopartılan atomların buhar fazına geçerek altlık malzemesi üzerine biriktirilmesi esasına dayanır. Sıçratma tekniđinde genellikle pozitif yüklü argon gazı iyonları kullanılır. [10]

Manyetik alanda sıçratmada kalıcı mıknatıslar ve elektrik enerjisi etkisi ile hedef malzeme önünde plazma oluşturulur. Kalıcı mıknatıslar aracılığı ile oluşan manyetik alan, hedef malzeme yüzeyine yakın elektron toplanmasını, bu şekilde iyonlaşma ve sıçratma hızında artış gerçekleşmesini sağlamaktadır. Plazma içinde hızlandırılan iyonlar, hedef malzeme yüzeyinden atom ve moleküllerin sıçratılmasını ve daha sonra altlık malzemesi üzerine birikmesini sağlamaktadır. [11]

Şekil 2.3.'te yüksek enerjili bir iyonun yüzeyden kaplama yapacak atomları koparması gösterilmiştir.

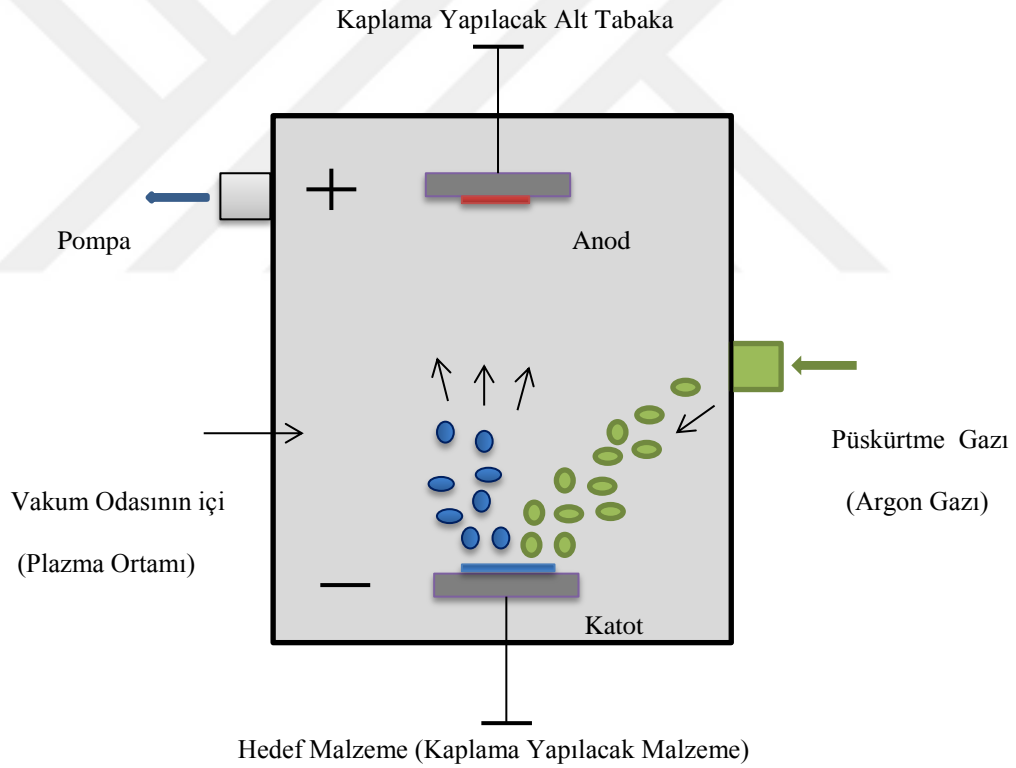


Şekil 2.3. Sıçratma mekanizması

Sıçratma tekniği ile birçok malzeme başarılı bir şekilde kaplanmasına rağmen birikme hızının ve plazma içindeki iyonlaşma etkisinin düşük olması ve zaman zaman alt taş sıcaklığının yükselmesi sistemin kullanılmasını sınırlamıştır. Son yıllarda sıçratma teknolojisindeki gelişmelerin çoğu manyetik alanda yapılmıştır. Bunun nedeni manyetik alanda sıçratma tekniği ile yapılan kaplamaların mikro elektronik, optik, türbin bıçakları, manyetik ve optik diskler ve kesici takımlar gibi birçok endüstriyel alanda kullanılmasıdır. Sıçratma yönteminin en önemli avantajı farklı buhar basınçlarında farklı buhar hızlarına sahip alaşımların, bileşimleri değişmeksizin başarıyla biriktirilebilmesidir. Ayrıca bu yöntemde film yapısına makro partiküllerin girme olasılığı çok düşüktür. Elde edilen kaplamaların alt malzemeye yapışması oldukça iyidir ve alt malzemenin sıçratma ile temizlenmesi ile daha iyi hale getirilebilir. Sonuç olarak sıçratma ile elde edilen filmin kalitesi ve yapısı mükemmeldir. Yöntemin dezavantajları olarak ise limitli kaplama kalınlığı ve yüksek maliyeti sayılabilir çünkü sıçratma yöntemindeki elektrik tüketimi buharlaştırmaya nazaran daha fazladır. Sıçratma işlemi kullanılarak elde edilen FBB kaplamaları diyot, triyot, manyetik alanda sıçratma ve iyon demeti sıçratma olarak gruplandırılmaktadır. [12]

DC püskürtme sistemi, negatif DC potansiyel uygulamalı bir hedef malzeme ile alt tabaka tutucusunun bulunduğu bir vakum odasından oluşur. Alt tabaka tutucusu

hedef malzeme ile karşılıklıdır. Alt tabaka tutucusu üretim esnasında topraklanabilir, negatif potansiyel uygulanabilir, ısıtılabilir veya soğutulabilir. Yukarıda belirttiğimiz kaplama işlemlerinin tamamı vakum odasında oluşturulan plazma ortamında gerçekleştirilir. Biriktirilmesi yapılacak malzemeye (hedef malzeme) 2-3 kV'luk negatif potansiyel uygulayarak plazmadaki pozitif iyonlar, hedefe çarparak uyguladıkları momentum ile hedef atomlarını yerlerinden çıkarırlar. Böylece hedef malzemesinin atomlarının malzemedan uzaklaştırılması püskürtme tekniğinin temelini oluşturur. Püskürtülen atomlar alt tabaka yüzeyine giderek orada birikir ve ince film kaplama işlemi tamamlanmış olur. Püskürtme ile birçok atom başarılı bir şekilde biriktirmektedir. [13]



Şekil 2.4. Vakum ortamında Argon Gazı Atomlarının Hedef Malzeme Atomlarını

Püskürtmesi (DC Püskürtme Sistemi)

Püskürtme sistemleri, kullanılan manyetik alanın özelliğine, iyon geçiş özelliğine, hedef-alt tabaka sisteminin geometrisine ve püskürtme kaynaklarındaki farklılıklara bağlı olarak çeşitlilik gösterir. [13]

Püskürtme sistemindeki eksiklikleri giderme amacıyla sıçratma kaynaklarında yapılan değişiklikler, daha gelişmiş sistemleri ortaya çıkarmıştır. Bu sistemler gelişme sırasına göre aşağıda verilmiştir.

- (1) Diyot sıçratma sistemi
- (2) Konvansiyonel manyetik alan
- (3) Dengesiz manyetik alan
- (4) Elektron şüası, r.f. veya mikrodalga deşarj kullanan gelişmiş iyonizasyonlu manyetik alan
- (5) Düşük basınçlı manyetik alan
- (6) Yüksek hızlı manyetik alan ve kendi kendine sıçratmalı manyetik alan
- (7) Ferromanyetik malzemeler için sıçratma kaynağı

Diyot sıçratma, sıçratma etkisinin zayıf olması nedeniyle çok kullanılmamıştır. Gelişmiş iyonizasyonlu manyetik alan ve düşük basınçlı manyetik alan sistemleri, mikronüstü kaplama teknolojisinde büyük gelişmelere neden olmuşlardır. Çok hızlı manyetik alan ve kendi kendine sıçratmalı manyetik alan sistemleri $200W.cm^{-2}$ ve üzerindeki çok büyük hedef güç yoğunluklarında çalışırlar. Ferromanyetik malzemelerin sıçratılmasının güç olması nedeniyle, geliştirilen sistemlerin hiçbiri endüstriyel üretim için uygun olmamıştır. Bu konudaki çalışmalar günümüzde de devam etmektedir. [14,15]

Ancak kullanılan yöntemle ilgili olarak alt metalde meydana gelen ısınma plastik gibi yanıcı maddelerin kaplanmasını zorlaştırırsa da geliştirilen diğer yöntemler sayesinde alt metal ısınmasının önüne geçilmiş ve sıcaklığa hassas malzemeler

üzerine de kaplama yapmak mümkün olmuştur. Bu tür uygulamaların pratikte kullanımı az olmasına rağmen, üç ekseninde dönebilen numuneler üzerine, karışık alaşımların homojen olarak birikmesi de gerçekleştirilebilmiştir. [16,17]

2.6. Alüminyum Çinko Oksit Bileşiğinin Özellikleri

Periyodik tablodaki II B – VIA grubu elementlerinden oluşan bileşiklerinin sayabileceğimiz temel özellikleri; iletim ve değerlik bantları arasında oldukça geniş bant aralığı sağlayan yüksek iyoniklikleri ve geniş bant aralıklarının da direkt bant aralığı olması, soğurma ve lüminesans için yüksek optik geçirgenlik olanağına sahip olmalarıdır. Fotoelektrik ve optoelektronik uygulamalarda kullanılan aygıtlara baktığımız zaman II-V grubu bileşiklerinin ve bu grup içinde yer alan çinko oksit (ZnO) ince filmlerin önemi görülmektedir.

Çinko oksit (ZnO) günümüzde birçok teknolojik uygulamaları olan ve potansiyel olarak birçok yeni uygulama alanı olan bir yarıiletkenidir. Bu uygulamaları:

- Morötesi (UV) ışık yayıcılar (LED'ler ve ışıklı paneller),
- Spin fonksiyonel aygıtlar (polarize ışık yayıcılar, spin alan etkili transistörler, kuantum bazlı sayısal aygıtlar),
- Biyo-algılayıcılar,
- Gaz algılayıcılar,
- ZnO nanorod aygıtlar,
- Yüzey akustik dalga (SAW) aygıtları,
- Işık geçirgen elektronik uygulamalar (Gösterge panelleri),

gibi ana hatlarıyla listelemek mümkündür.

IIIA grubu metal katkılayıcılar örneğin Al, In, Ga uygun bir şekilde katkılındığında ZnO ince filmlerinin elektriksel iletkenliği artar, dirençleri azalır ve aynı derecede ısıl dengeleri değişir. Alüminyum katkılı ZnO (AZO) optik geçirgen, iletken

filmler, elektriksel ve optiksel uygulama alanlarında fonksiyonel materyal olarak karşımıza çıkmaktadır.

Görünür dalga boyundaki, yüksek elektriksel iletkenlikleri ile geçirgenlikleri bilimsel araştırmalarda ve geçirgen elektrot, LEDs, “LDs (lazer diyot), güneş enerjisi hücreleri, OLEDs’ler için anot elektrodu, dokunmatik ekranlar gibi teknolojik uygulamalarda dikkat çekicidir. Uygulama için yüksek kalitede ince AZO film hazırlamada filmin yapısal, elektriksel ve optiksel özelliklerini analiz etmek çok önemlidir.

ZnO yarıiletken ince filmler magnetron söktürme, metal organik kimyasal buhar depolama, termal buharlaştırma gibi çeşitli yöntemlerle üretilebilir.

Çinko oksit (ZnO) inorganik bir bileşiktir. Toz hali, çok sayıda materyal ve plastik, seramik, cam, çimento, lastik (örneğin araba tekeri), yağ, merhem, yapışkanlar, deri sızdırmazlık malzemeleri, boya maddesi, yiyecekler (Zn besin maddesi kaynağı), piller, ferritler, alevlenmeyi geciktiriciler, vb ürünlere bir katkı maddesi olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. ZnO yerkabuğunda mineral çinko taşı olarak bulunmaktadır. Buna rağmen, ticari olarak kullanılan ZnO’ nun çoğu sentetik bir biçimde üretilmektedir.

Çinko ve oksijen, sırasıyla, periyodik tablonun II. ve VI. grubuna ait olduklarından, ZnO, malzeme biliminde genellikle II-VI grubu yarıiletken olarak adlandırılır. Bu yarıiletkenin bazı avantajlı özellikleri vardır. Bunlardan en önemlilerini, iyi geçirgenlik, yüksek elektron mobilitesi, geniş bant aralığı, etkili oda sıcaklığı lüminesansı olarak sıralayabiliriz. Bu özellikler, hali hazırda, sıvı kristal görüntüleme için geçirgen elektrotlar için enerji depolama veya ısı koruma pencereleri gibi yeni uygulamalarda kullanılmakta olup, yakın gelecekte de ince film transistör ve ışık yayan diyotlar olarak ZnO’ nun elektronik uygulamalarında kullanılacaktır. Çizelge 2.1 de ZnO’ nun çeşitli özellikleri gösterilmektedir. [18]

Çizelge 2.1. ZnO'nun sahip olduğu çeşitli özellikler

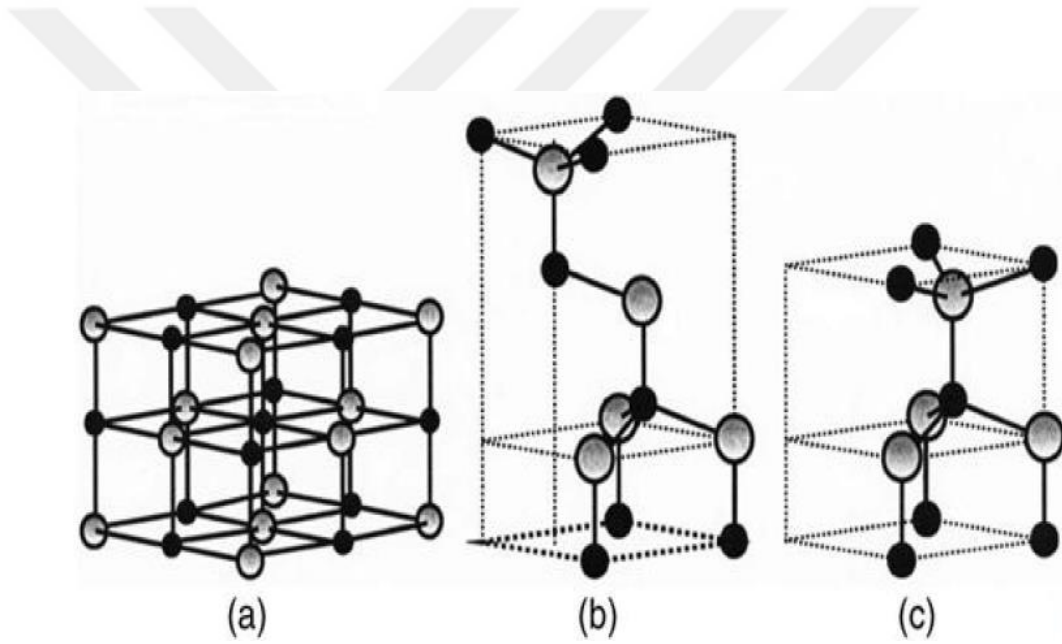
Özellikler	
Moleküler Formülü	ZnO
Yoğunluk	5,606 g/cm ³
Erime noktası	1975°C
Kaynama Noktası	2360 °C
Bant Aralığı	3,3 eV (direk)
Kırılma İndisi	2,0041
Kristal Yapısı	Vurtzite
300 K'de ki örgü parametreleri a _o c _o a _o /c _o	0,32495 nm 0,52069 nm 1,602
statik di elektrik sabiti	8,656

2.6.1. Kimyasal Özellikler

Çinko oksit, çinko beyazı veya mineral zincit olarak bilinen beyaz toz olarak görülür. Bu mineral genellikle belirli bir miktar mangan ve diğer elementleri içerir ve sarıdan kırmızıya kadar olan renklerde görülebilir. Çinko oksit termokromiktir, yani ısıtıldığında beyazdan sarıya döner ve havada soğumaya bırakıldığında ise beyaza döner. Bu renk değişimi, yüksek sıcaklıklarda stokiometrik olmayan yapının ($Zn_{1+x}O$, 800 °C'de $x = 0.00007$) oluşmasına neden olan çok az sayıdaki oksijen eksikliğinden kaynaklanmaktadır. Çinko oksit, amfoter bir oksittir, suda ve alkolde neredeyse çözünmez fakat hidroklorik asit gibi çoğu asitlerde ve değişik bazlarda çözünmektedir. [18]

2.6.2. Fiziksel Özellikler (Kristal Yapı)

Çinko oksit üç farklı kristal formunda ortaya çıkmaktadır. Bunlar, hekzagonal (vürtzit), kübik çinko sülfür (cubic zinc blende) ve nadiren kübik kaya tuzu olarak gözlenmektedir. Vürtzit yapısı ortam koşullarında en kararlısıdır ve dolayısıyla en yaygın olanıdır. Çinko sülfür formu, ZnO' nun kübik örgü yapısına sahip alt taban üzerine büyütülmesiyle kararlı hale getirilebilir. Her iki durumda çinko ve oksit merkezleri tetrahedraldir. Kaya tuzu yapısı (NaCl tipi) sadece 10 GPa civarındaki yüksek basınçta gözlenir. Şekil 2.5' te ZnO' nun kristal yapıları gösterilmektedir.



Şekil 2.5. ZnO' nun kristal yapılarının gösterimleri (a) Kaya tuzu, (b) Çinko sülfür (c) Hekzagonal vürtzit

Hekzagonal ve çinko sülfür çoklu kristalleri inversiyon simetrisine sahip değildir. Çoğu II-VI grup materyallerinde olduğu gibi, çinko oksitteki bağlanma da çoğunlukla iyoniktir ve bu da çinko oksitin neden iyi piezoelektrik özelliği gösterdiğini açıklamaya yetmektedir. [18]

2.6.3. Mekanik Özellikler

ZnO göreceli olarak mohs skalasında yaklaşık 4.5 sertlikle birlikte yumuşak bir materyaldir. ZnO' nun elastik sabitleri, GaN gibi III-V grubu yarıiletkenlerle kıyaslandığında daha küçüktür. Yüksek ısı kapasitesi ve iletkenliği, düşük ısıl genişmesi ve yüksek erime sıcaklığı ZnO' yu seramikler için faydalı kılmaktadır. ZnO' nun, tetrahedral olarak bağlanmış yarıiletkenler arasında en yüksek piezoelektrik tensöre sahip olduğu belirlenmiştir ve GaN ve AlN ile kıyaslanabilmektedir. Bu özellik onu, büyük bir elektromekaniksel kuplaj gerektiren birçok piezoelektrik uygulamaları için teknolojik olarak önemli bir materyal yapmaktadır. [18]

2.6.4. Elektriksel Özellikler

ZnO oda sıcaklığında geniş bant aralığına (3.3 eV) sahip bir materyaldir ve bundan dolayı, saf ZnO renksiz ve geçirendir. Yüksek bant aralığıyla ilgili avantajlar, daha yüksek kırılma voltajı, büyük elektrik alanlara dayanma kabiliyeti, daha düşük elektronik gürültü, yüksek sıcaklık ve yüksek güç etkinliklerini içerir. ZnO' nun bant aralığı, magnezyum oksit ve kadmiyum oksit ile alaşım yapılarak bir başka değere (~3 - 4 eV) ayarlanabilir.

ZnO, bilinçli bir şekilde katkılanmadan bile genellikle n-tipi karaktere sahiptir. N tipi karakterin orijini olarak stokiometrik olmayan durum gösterilmesine rağmen, konu tartışmalı olarak durmaktadır. Bu konuda yapılan teorik hesaplamalar sonucunda, istenmeyen hidrojen safsızlıklarının sorumlu olduğu bir öneri olarak ileri sürülmüştür. Kontrol edilebilir katkılama, Zn ile Al, Ga, In gibi III. Grup elementlerinin yer değiştirmesi veya oksijen ile VII. grup elementleri klor veya iyodun yer değiştirmesi kolayca başarılabilmektedir. [18]

2.7. Ölçüm ve Teknikler

2.7.1. Temel spektroskopi bilgileri

2.7.1.1. Elektromanyetik Spektrum

Bir numunedeki atom, molekül veya iyonların bir enerji düzeyinden diğerine geçişleri sırasında soğurulan veya yayılan elektromanyetik ışımının, ölçülmesi ve yorumlanmasına spektroskopi denilmektedir. Atom, molekül veya iyonun elektromanyetik ışımaya ile etkileşimi sonucunda dönme, titreşim ve elektronik enerji seviyelerinde değişiklikler spektroskopinin temelini oluşturur.

Elektromanyetik ışımaya aralıkları, gözle algılayabildiğimiz görünür ışık ve ısı şeklinde algılayabildiğimiz infrared (Kırmızı Ötesi) ışınlarıdır. x ışınları, ultraviyole (Mor Ötesi), mikrodalga ve radyo ışınları ise diğer bölgeleridir.

Spektroskopik analiz yöntemlerinde örnek üzerine bir uyarıcı tanecik gönderilir ve örneğin bu uyarıcı taneciğe (elektron, nötron, proton, atom, molekül gibi) tepkisi ölçülür. Spektroskopik yöntemler, Atomik Spektroskopisi ve Moleküller Spektroskopisi olmak üzere temelde iki gruba ayrılır.

2.7.1.2. Atomik Enerji Seviyeleri

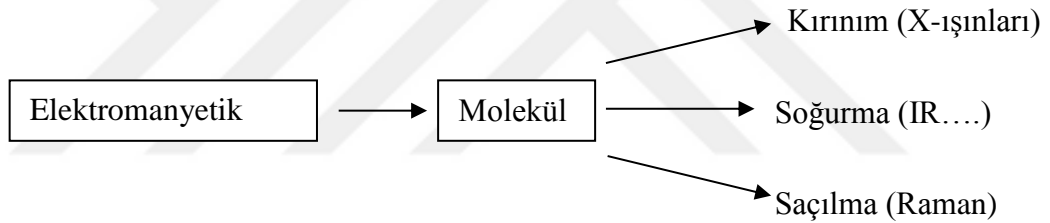
Atomik spektrum sadece elektronların bir enerji düzeyinden diğerine geçişlerini içerir. Bu geçişler sırasında soğurulan veya yayılan ışımının enerjisi, atomun potansiyel enerji seviyelerindeki değişimi ile orantılıdır ve

$$E = h\nu \quad (2.1)$$

eşitliği ile verilir.

2.7.1.3. Moleküler Enerji Seviyeleri

Atomik spektrumların keşfi modern spektroskopinin gelişmesini önemli ölçüde hızlandırmıştır. Günümüzde soğurma, yayılım ve saçılma olmak üzere üç temel spektroskopi yöntemi kullanılmaktadır. Soğurma spektroskopisi, kızılötesi ve morötesi spektroskopisini içererek bir malzeme tarafından soğurulan dalga boyunun incelenmesi ile malzeme hakkında bilgi edinilmesini sağlamaktadır. Floresan ve lazer spektroskopisini içine alan yayılım spektroskopisinde belli bir dalga boyunda malzemeden yansıyan ışığın miktarı ölçülerek analiz yapılmaktadır. Raman'ın dahil olduğu saçılma spektroskopisi ise yayılım spektroskopisine benzerdir ancak farklı olarak tüm dalga boyları analiz edilir. Elektromanyetik ısıma molekül ile şekil 2.6'da görüldüğü gibi üç biçimde etkileşir. [19]

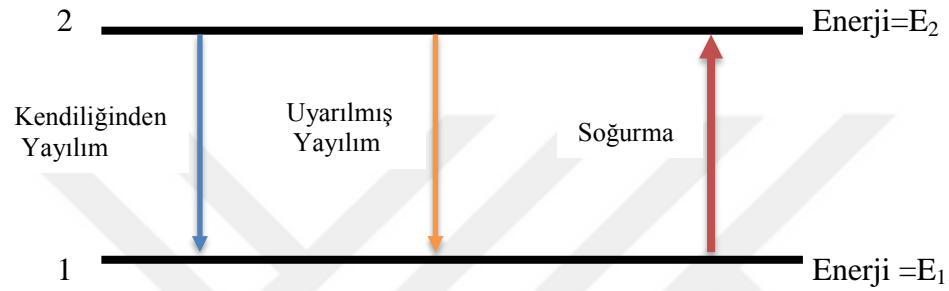


Şekil 2.6. Elektromanyetik ışıma – molekül etkileşimi. [19]

Moleküller üzerlerine düşen elektromanyetik enerjiyi soğururlar, bu arada atomlar birbirine yaklaşır veya uzaklaşır. Eğer atom sayısı ikiden fazla ise bağlar arasındaki açı değişir. Moleküldeki bağlar, açılar ve kütleler (atomlar) farklı olduğu için her birinin titreşim enerjisi de farklıdır. Daha doğrusu bir moleküldeki gerilme ve bükülme titreşim enerjileri molekül üzerine düşen elektromanyetik ışımların uygun frekansta olanları molekül tarafından soğurulur. Raman spektroskopisi, infrared spektroskopiye ait bir teknik olup maddeye ait moleküler yapı ve nicel analiz hakkında detaylı bilgiler verebilmektedir. Raman analiz tekniği IR'nın tamamlayıcı analiz yöntemi olup IR'de gözlenmeyen zayıf titreşimler burada gözlenir. [19]

2.7.1.4. Yayılım ve Soğurum

Elektronlar atomun alt enerji seviyesinden üste çıkmak için bir foton soğurmaları gerekir, yine üst seviyeden düşerken de foton yayımlarlar. Elektronun bu hareketleri esasında yaydığı ya da soğurduğu enerji, atomun enerji seviyeleri arasındaki farka eşittir. Atomda iki enerji seviyesi arasındaki kendiliğinden geçiş, uyarılmış yayılma ve soğurma gibi fiziksel olaylar Şekil 2.7’de şematize edilmiştir.



Şekil 2.7. Atomda iki enerji seviyesi arasında gerçekleşen işlemler.

$$h\nu_{21} = E_2 - E_1 \quad (2.2)$$

Her atom farklı elektron dizilisine sahiptir, atom tarafından yayılan veya soğurulan fotonun dalga boyu o elementin kendine has bir özelliğidir. Bu nedenle, belirli enerji seviyesi arasındaki yayılımlar ve soğurumlar o elemente özgü gerçekleşen fiziksel olaylardır ve o elementin parmak izi gibi adlandırılabilir. Görünür bölge dışında yayılan fotonlar sadece o bölgelere özel olarak tasarlanmış spektrometreler ile belirlenebilir. Elektromanyetik spektrumda yayılan veya soğurulan dalga boyları belirlenerek analiz edilen numunenin elemental bileşimi belirlenir. Soğurma spektroskopisi incelenen numunenin bir ışık kaynağı ile aydınlatılması sonrasında kayıp olan elektromanyetik enerjiyi ölçer, bunun sebebi her elementin kendine özgü soğurma frekans bandı bulunmasıdır. [19]

2.7.2. Raman Spektroskopisi

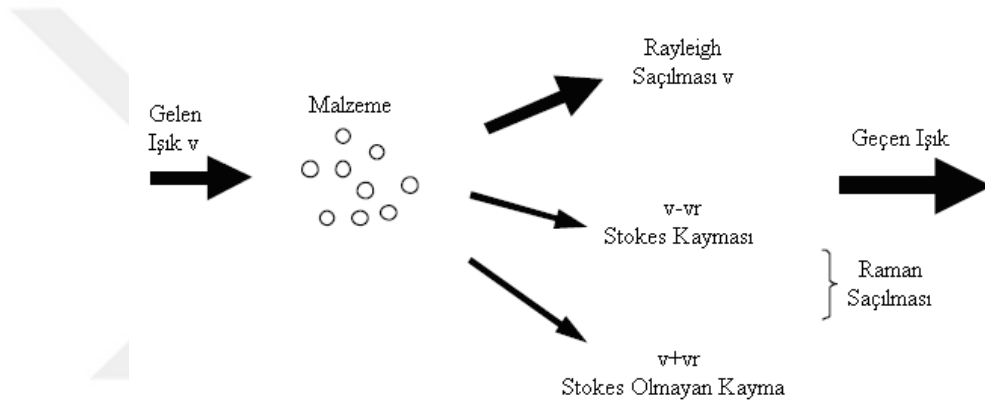
Herhangi bir cisim üzerine gönderilen foton cisme çarptıktan sonra; etkileşmeden geçebilir, soğurulabilir, soğurularak yeniden yayınlanabilir ya da saçılabilir. Madde ve ışık arasında gerçekleşen bu enerji aktarımı, Raman etkisini açıklayıcı en temel işlemdir. Moleküllerin şiddetli bir monokromatik ışın demeti ile etkileşmesi sonrasında saçılan fotonun çevredeki dedektörler tarafından takip edilmesi yöntemine ise Raman spektroskopisi adı verilmektedir. Işığın saçılması olayında saçılan ışığın büyük bir kısmının frekansı, gelen ışığın frekansı ile aynı olmaktadır. Halbuki gelen ışığın küçük bir kısmı madde içerisindeki moleküllerin titreşimine neden olabilmektedir. Bu enerji gelen ışıktan sağlanmalıdır; çünkü ışığın enerjisi frekans ile orantılıdır ve saçılan ışıktaki frekans değişimi saçılma yapan moleküllerin titreşimsel frekansına eşit olmalıdır. Saçılma yapan moleküller ile gelen ışık arasındaki enerji alış veriş olayı Raman etkisi olarak bilinmektedir.

Enerji seviyeleri üzerinden bir inceleme yapıldığı zaman, Raman saçılması olayı gelen fotonun anlık absorplanması ve Raman saçılmasına uğramış fotonun emisyonu sonucu molekülün temel enerji seviyesinden uyarılmış enerji düzeyine geçmesiyle gösterilebilir. Raman saçılması gösteren ışık spektrometre yardımıyla toplanıp “spektrum” olarak gösterilirken; intensite değeri frekans değişiminin fonksiyonu olarak gösterilmektedir. Her bir molekül türünün kendine ait molekül titreşimlere sahip olması itibarıyla belirli türlerin Raman spektrumu, her biri bu moleküllerin karakteristik titreşimsel frekanslarının oluşturduğu “bantlar”dan oluşmaktadır. [20]

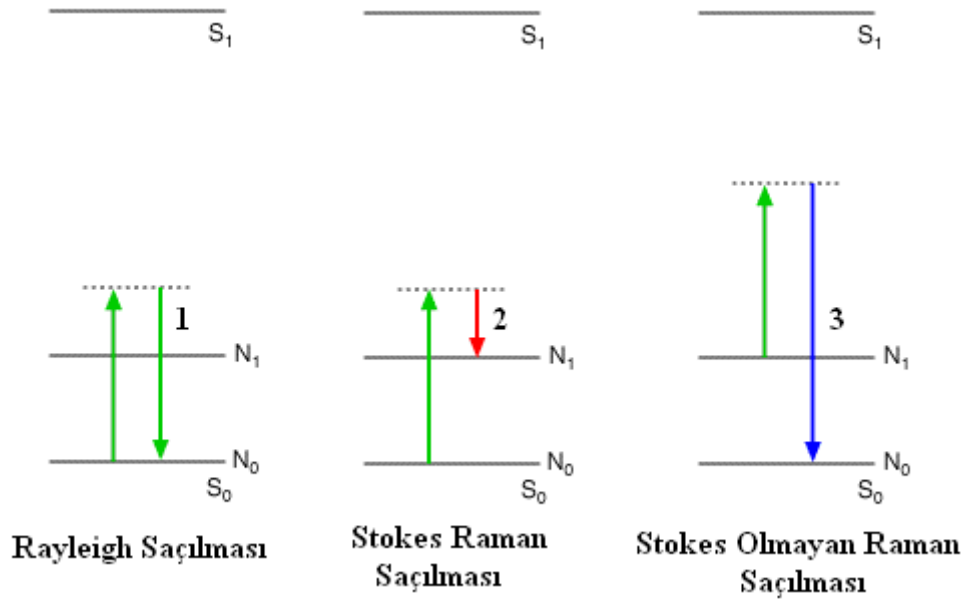
Nanokristallerin gözlemlenmesi, nanometrik boyutlardaki parçacıkların ölçümündeki zorluklar sebebiyle önemli bir konudur. Geçirmeli elektron mikroskobu (TEM) gibi gözlem teknikleri, detaylı bir gözlem için, yüksek çözünürlük kapasitesine sahip olmaları gerekir. Yaygın bir karakterizasyon tekniği olan PL, kuvantumsal boyut etkisini yansıtmak yerine daha ziyade matris içindeki kusurlar gibi diğer ışımaya merkezlerinden kaynaklanabileceği için bazı durumlarda kesin sonuç vermez. Raman spektroskopisi, katı kimyasal yapıların analizinde güçlü ve tahribatsız bir tekniktir. Esasında, Ge-Ge bağları için parmak izi kanıtı sağlar ve böylelikle SiO₂ gibi bir matrisin içindeki Ge nanokristallerin oluşumu kolaylıkla

gözlenebilir.

Tek renkli bir ışık demeti malzeme üzerine gönderildiği zaman malzeme üzerinde meydana gelen saçılmaların çoğunluğu elastik olarak gerçekleşmektedir, elastik saçılmalarda atomlar ve moleküller arasında bir enerji değişimi olmaz ve gönderdiğimiz ışık aynı dalga boyunda saçılır. Gönderilen tek renkli bir ışık ile saçılan ışık arasındaki enerji farkı incelendiğinde elastik olmayan saçılma sonucunda görülen değerlerin maddeden maddeye göre değişiklik gösterdiği tespit edilmiştir.



Şekil 2.8. Raman saçılması için şematik gösterim



S_0, N_0 : elektronik ve titreşim temel düzeyleri
 S_1, N_1 : elektronik ve titreşim ilk uyarılma seviyeleri

Şekil 2.9. Raman saçılmaları için Stokes, Rayleigh ve Stokes olmayan saçılmaları için enerji seviyeleri gösterimi

Malzeme ile ışık arasındaki Raman etkileşimlerinden kaynaklanan çarpışmayı açıklayabilmek için üç farklı durum söz konusudur.

İlk olarak çarpışmanın elastik olduğu durumu ele alalım, bu durumda çarpışmadan sonra fotonun enerjisi değişmez. Elastik olarak gerçekleşen bu etkileşimler Rayleigh saçılmaları olarak bilinirler. Bu saçılmalarda gelen foton ile saçılan foton arasındaki enerji farkı tam olarak moleküler iki titreşim seviyesi arasındaki enerjiye eşittir. Molekül ile foton arasındaki elastik olmayan çarpışmalar ise Raman saçılmaları olarak adlandırılmaktadır.

İkinci olarak titreşim enerjisinin çarpışmadan sonra arttığı durumda ise enerjinin korunumu kanununa göre saçılan fotonun enerjisi de aynı miktarda azalıyor demektir, bu yüzden saçılan ışığın dalga boyu gelen ışığın dalga boyundan daha büyük olarak gözlemlenebilirler. Bu saçılma Stokes kayması olarak adlandırılır. Saçılma işlemlerinde momentum ve enerji korunmaktadır.

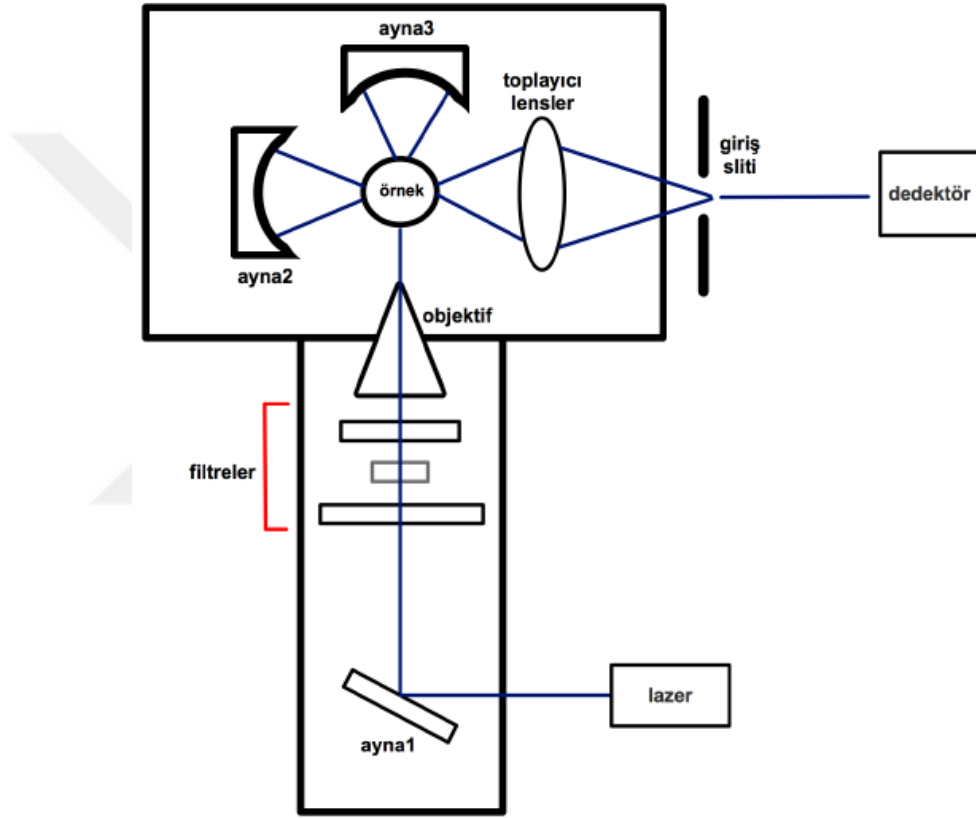
Son olarak eğer titreşim enerjisi çarpışmadan sonra azalıyor ise, yine enerjinin korunumu kanununa göre saçılan fotonun enerjisi de aynı miktarda artıyor demektir, bu yüzden saçılan ışık gelen ışıktan daha küçük dalga boylarında gözlenebilirler. Bu olay ise Stokes olmayan kayma olarak adlandırılır. Böyle bir saçılma sadece molekülün titreşim modlarında bulunduğu durumlar için geçerlidir yani daha önceden bu molekülün başka bir kaynak tarafından uyarılmaları gerekmektedir. [21]

Raman spektrumunun öne çıkan artıları ve eksileri olarak kısaca şunlar gösterilebilir:

- Farklı seçim kuralları kullanılarak tamamlayıcı bilgilere sahip olabiliriz.
- Kolaylıkla uygulanabilir
- Özellikle bir örnek hazırlama metodu bulunmaması
- Büyük bir çalışma bölgesine sahip olması nedeniyle birçok materyallerin deneyleri aynı düzenek üzerinden yapılabilmektedir.
- Düşük sinyal şiddeti ($10^{-8} \times I_0$)
- Örneğin bazı durumlarda ışıması / kirliliklerin spektruma katılması veya spektrumu engellemesi

Raman spektroskopisinde ışın kaynağı olarak kullanılan lazer sayesinde ölçüm esnasında istenilen noktaya odaklanılabilmekte bu sayede numune boyutu ne kadar küçük olursa olsun çok daha kolay bir şekilde ölçüm alınabilmektedir. Ayrıca su, kızılötesi ışınlarını absorblaması nedeniyle Raman spektroskopisinde zayıf bir saçılma göstermektedir. Bu sayede sulu çözeltiler de Raman spektroskopisi kullanılarak analiz edilebilmektedir. Katı örnekler ise herhangi bir ön işleme uğratılmaksızın incelenebilmektedirler. Raman spektroskopisinde detektör olarak ise foto çoğaltıcı tüp ya da yük-eşleşmiş detektör (CCD) kullanılmaktadır. [22]

Raman spektroskopi sistemlerinde en büyük avantajlardan biri ise numune hazırlama gerekliliğinin yok denecek kadar az olmasıdır. Bu teknik, film, toz, jel, buhar, çözelti ve sıvılarda uygulanabilmektedir. Ancak sıvı veya çözelti tipi numunede analiz yapılacak ise kirliliklerin tabandaki gürültüyü azaltacak şekilde iyi bir filtre kullanılarak temizlenmesine dikkat edilmelidir. [19]



Şekil 2.10. Raman spektroskopisi sisteminin şematik gösterimi [22]

2.7.3 Fotolüminesans

Uygulanan harici bir enerji kaynağı, atomik ya da moleküler bir sistemin daha yüksek enerji seviyesine geçişine sebep olabilir. Düşük enerji seviyesine geri dönüş sırasında, sistem optik ışıma yapabilir. Bu tip “Termal Olmayan” yayıcılar genel olarak ışıldayan yayıcılar ve yayınlama işlemi LÜMİNESANS olarak adlandırılır. Işınım yayıcılar uyarım enerjisi kaynağına göre sınıflandırılırlar. Bu sınıflar:

Katodlüminesans: Hızlandırılmış elektronlar ile oluşturulur. Örnek: CRT tüpler.

Kemolüminesans: Kimyasal reaksiyon sonucunda oluşur. Fosforun havada oksitlenmesinden dolayı ısıya yapması kemolüminesansa, ateş böceklerinin ışık yayması kemolüminesansın bir türü olan biyolüminesansa birer örnektir.

Elektrolüminesans: Elektrik alanı uygulanarak elde edilir. Yarıiletken Lazer ve LED de olduğu gibi.

Sonolüminesans: Ses dalgaları tarafından oluşturulan enerji ile elde edilir. Kuvvetli bir ultrasonik ısın demeti altında suyun yaydığı ışık buna örnek olarak verilebilir

Radyolüminesans: Radyoaktif parçalanma ürünleri olan α , β parçacıkları ve γ ışınları ve aynı zamanda kozmik radyasyonun tesiri ile oluşan ışımalardır. Floresans olayında uyarılmış sistem kendiliğinden taban durumuna döner. Bu $\tau \sim 10^{-5} - 10^{-8}$ saniye gibi bir zamanda gerçekleşir. Bu olayda uyarıcı ışık ortadan kalkarsa, maddenin ışık yayması devam etmez.

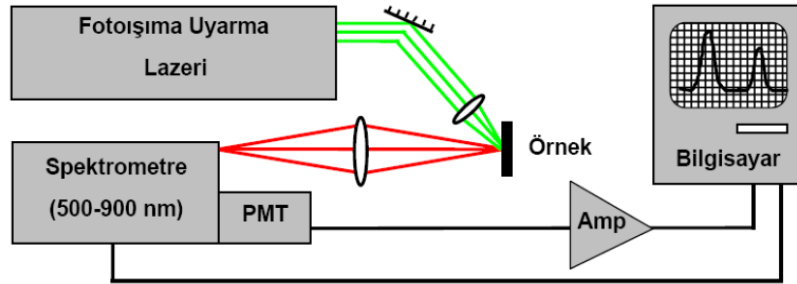
Fotolüminesans: Fotonlar tarafından oluşturulur. Sistemin yüksek bir enerji seviyesine bir foton soğurarak uyarılması ve daha sonra kendiliğinden bir foton yayınlayarak düşük enerji seviyesine dönüş süreci fotoluminesans olarak adlandırılır. Fotolüminesansa sebep olan birkaç çeşit enerji geçişi aşağıda gösterilmiştir.

2.7.3.1 Fotolüminesans Spektroskopisi

Elektronların, foton ile uyarılması materyalin içinde izin verilen uyarılmış duruma taşınmasına sebep olur. Bu elektronlar kendi denge durumlarına dönerken geçiş enerjisi; çevresine bir foton yada fonon (örgü titreşimi) yayma şeklinde açığa çıkar. Yayınlanan ışığın, lüminesansın, enerjisi, elektronun uyarılmış ve denge durumları arasındaki enerji farkı ile ilişkilidir.

Fotolüminesans spektroskopisinin uygulamaları arasında bant aralıklarının tespit edilmesi, safsızlık seviyesi ve kusurların bulunması, Rekombinasyon mekanizmasının tespit edilmesi, materyal kalitesinin belirlenmesi gibi uygulamalar bulunmaktadır.

Işıma birçok açıdan soğurulmanın tersiyse de, arada iki önemli fark vardır. Bu farklardan biri, rekombinasyonun, denge durumlarındaki enerjilerinden daha yüksek enerjili elektronlar gerektiren, denge dışı bir süreç olmasıdır. Bu nedenle pompa kaynağı olarak lazerler kullanılmaktadır, ikinci fark, soğurulmada enerji farkları korunum yasasına uyan bütün elektronik seviyeler yer aldığı için, soğurulma tayfı çok geniştir. Işıma ise, yeniden birleşen elektron-boşluk çiftlerinin iyi tanımlanmış enerji seviyeleri arasında olduğu için, dar bir tayf verir. Bu da fotolüminesans spektroskopisinin neden soğurma spektroskopisinden daha iyi bir araç olduğunu açıklar. [21]

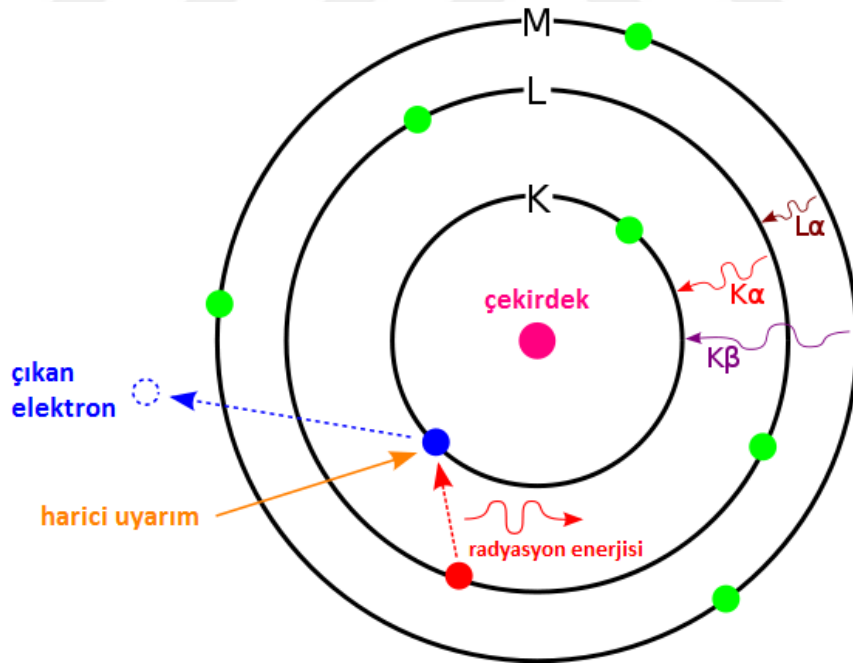


Şekil 2.11. Fotolüminesans ölçüm düzeneği

2.7.4. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi

Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX), bir numunenin elemental analizini veya kimyasal karakterizasyonu için taramalı elektron mikroskobu (TEM) ile birlikte kullanılan kimyasal mikro-analiz tekniklerinden bir tanesidir. EDX'in mantığı, analiz edilmiş hacmin elemental bileşimini karakterize etmek için bir elektron ışını ile yapılan bombardıman sırasında numuneden yayımlanan X-ışınlarını algılamaya dayanır.

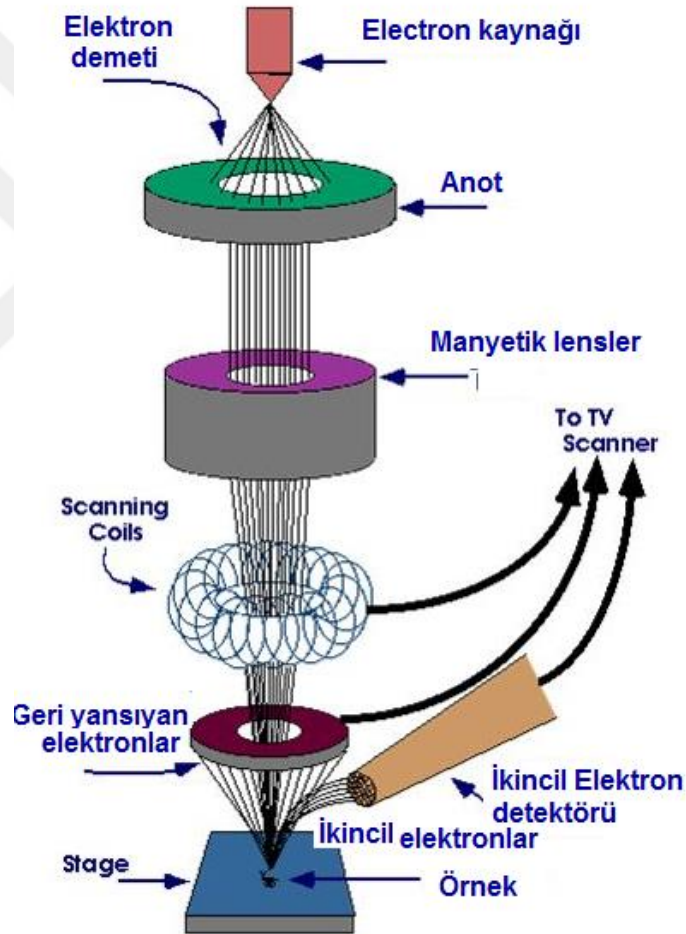
Numune TEM'in elektron ışını ile bombardıman edildiği zaman, elektronlar numunenin yüzeyini kapsayan atomlardan ayrılırlar. Oluşan elektron boşlukları daha yüksek bir durumdan elektron ile doldurulur ve iki elektron durumu arasındaki enerji farklılığını dengelemek için bir x-ışını yayınlanır. Yayınlanan x-ışınının enerjisi elementin karakteristiğini yansıtır. [22]



Şekil 2.12. EDX analiz yönteminin temeli. [22]

2.7.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron mikroskop altına konan cismin görüntüsü bir ekrana düşürüleceği gibi doğrudan doğruya fotoğrafı da çekilebilir. Tungsten, Lantan hekza borit katottan veya alan emisyonlu (FEG) gun'dan ortaya çıkan elektronların, kullanımı incelenecek malzeme yüzeyine gönderilmesi sonucu oluşan etkileşmelerden yararlanılması esasına dayanır. SEM'ler genel olarak bu elektron enerjisi 200-300 eV dan 100 keV a kadar değişebilir.



Şekil 2.13. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Çalışma sistemi

Optik mikroskoptan daha çok kapalı devre televizyon sistemine benzer. İlk bölümde, televizyon kamerasına benzer bir şekilde, net olarak odaklandırılmış elektron merceği tarafından cisim üzerine odaklandırılır. Çarptığı yerden gelen elektronlar toplanır ve güçleri yükseltilir. Mikroskobun ikinci bölümü televizyon alıcısına benzer ve burada bir katot ışını tüpü mevcuttur. Böylece yüksek kaliteli televizyon resmine benzer bir görüntü elde edilir.

Bu cins mikroskoplar taramalı olarak da kullanılır. Kondensör merceğinde toplanan ve objektif mercek ile odaklanan elektron demeti, yine elektromanyetik saptırıcı bobinlerle örnek yüzeyinde tarama işlemini (scanning) gerçekleştirir.

İlk defa 1926'da Alman fizikçisi H. Busch teorik olarak optik merceğin ışığı bir odakta topladığı gibi, manyetik sargının, elektronları bir odakta toplayabileceğini göstermiştir. Bir taramalı elektron mikroskobunda görüntü oluşumu temel olarak; elektron demetinin incelenen örneğin yüzeyi ile yaptığı fiziksel etkileşmelerin (elastik, elastik olmayan çarpışmalar ve diğerleri) sonucunda ortaya çıkan ikincil elektronların toplanması ve incelenmesi prensibine dayanır. Elektron demetindeki elektronların, malzemedeki atomlarla yapmış olduğu elastik olmayan çarpışma sonucu (yani, örnek yüzeyindeki atomlardaki elektronlara enerjilerini transfer ederek) ortaya çıkan ikincil elektronlardır. Bu elektronlar örnek yüzeyinin yaklaşık 10 nm'lik bir derinliğinden ortaya çıkarlar ve bunların tipik enerjileri en fazla 50 eV civarındadır. İkincil elektronlar foto çoğaltıcı tüp yardımıyla toplanıp, örneğin tarama sinyali konumuyla ilişkilendirilerek yüzey görüntüsü elde edilir.

Elektron demeti ile incelenen örnek yüzeyindeki malzeme arasındaki etkileşimde ortaya çıkan diğer bir elektron grubu ise geri saçılma elektronları adı verilen elektronlardır (bu elektronlar, yüzeye gelen elektron demeti ile yaklaşık 180° açı yapacak biçimde saçılırlar. Geri saçılma elektronları, yüzeyin derin bölgelerinden (yaklaşık 300 nm'ye kadar) gelen daha yüksek enerjili elektronlardır. Bu enerjideki elektronlar bir foto çoğaltıcı tüp tarafından tespit edilemeyecek kadar yüksek enerjiye sahip olduklarından, genellikle katıhal dedektörleri yardımıyla tespit edilir. Dedektörler üzerine gelen elektronların indüklediği elektrik akımın şiddetine göre çıkış sinyali verirler. Sonuç olarak ikincil elektronlar incelenen örneğin

kompozisyonu hakkında da bilgi verir. Gelen elektron demetinin incelenen örnek yüzeyi ile yapmış olduğu diğer bir etkileşme ise (yaklaşık 1000 nm derinlik civarında), karakteristik X ışınlarının çıktığı durumdur (enerjileri keV mertebesindedir). Buna göre örneğe çarpan elektron, örnekteki atomun iç yörüngesinden bir elektron kopmasına neden olunca, enerji dengelenmesi gereği bir üst yörüngedeki elektron bu seviyeye geçer ve geçerken de ortama bir X ışını yayar ve buna da karakteristik X ışını adı verilir. Bu X ışını mesela 10 mm² çapındaki bir Si (Li) dedektörle algılanır, ortaya çıkan sinyal yükselticiye, oradan çok kanallı analizöre ve daha sonra da SEM sistemin bilgisayarına gönderilir. Sonuçta ortaya çıkan karakteristik X ışını (ki bu ışının enerjisi her atoma özeldir), SEM’de incelenen malzemenin element bakımından muhtevasının nitel ve nicel olarak tespit edilmesine yardımcı olur. [23]

2.7.6. Özdirenç

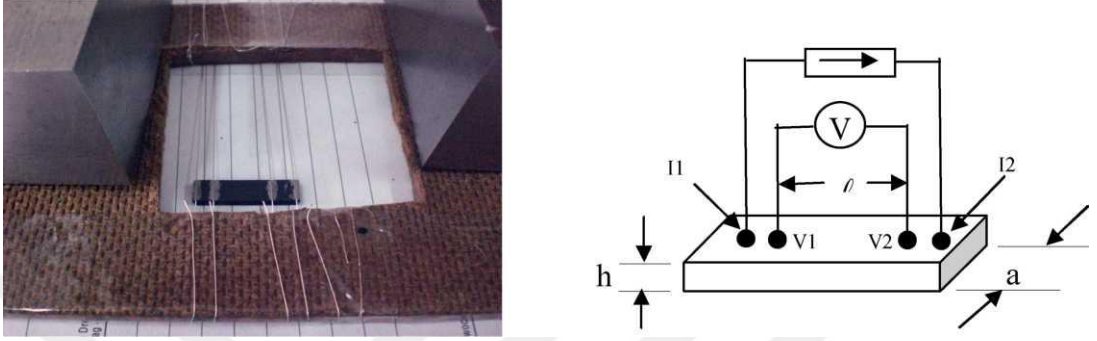
Bir iletken içerisinde akım üretmek üzere, yükler, iletken içindeki elektrik alanının etkisi ile hareket ederler. A kesit alanlı ve I akımını taşıyan bir iletkeni ele alalım. İletken içindeki Akım yoğunluğunu J ile tanımlarsak bu akım yoğunluğu

$$J = \sigma E \quad (2.3)$$

bağıntısı ile verilir. Burada σ ile gösterilen sabit, maddenin iletkenliği olarak adlandırılır. Maddenin içerisinde elektronlar sorunsuz bir akış sağlayamaz ve mutlaka bir takım zorluklarla karşılaşır, bu zorluklar telin uzunluğu, kesit alanı, ve yapıldığı maddenin cinsi ile bağlantılıdır. Maddenin atomik yapısından kaynaklanan bu zorluğa Özdirenç adı verilir ve iletkenliğin tersi olarak gösterilir. [24]

$$\rho = \frac{1}{\sigma} \quad (2.4)$$

olarak formülize edilir. Üretilen malzemelerin öz direnç ölçümlerinde genellikle standart dört nokta yöntemini kullanılır. Numunelere, Şekil 2.20'de gösterildiği gibi ultrasonik lehim makinesi kullanılarak bakır tellerle indium lehim kontaklar yapılır. Ölçüm hatalarını en aza indirebilmek için kontakların aynı hat üzerinde yer almalarına ve kontaklar arası mesafelerin eşit olmasına dikkat edilmelidir.



Şekil 2.14. Standart dört nokta yöntemine göre (a) numunelere yapılan kontaklar ve (b) parametrelerin şematik gösterimi. [25]

Uygulanan Potansiyel fark sonucunda oluşan akım ölçülerek

$$R = \frac{V}{I} \quad (2.5)$$

Bağıntısından numunenin direnci hesaplanır. Kesit alanı ve uzunluğu bilinen numunenin öz direnci ise

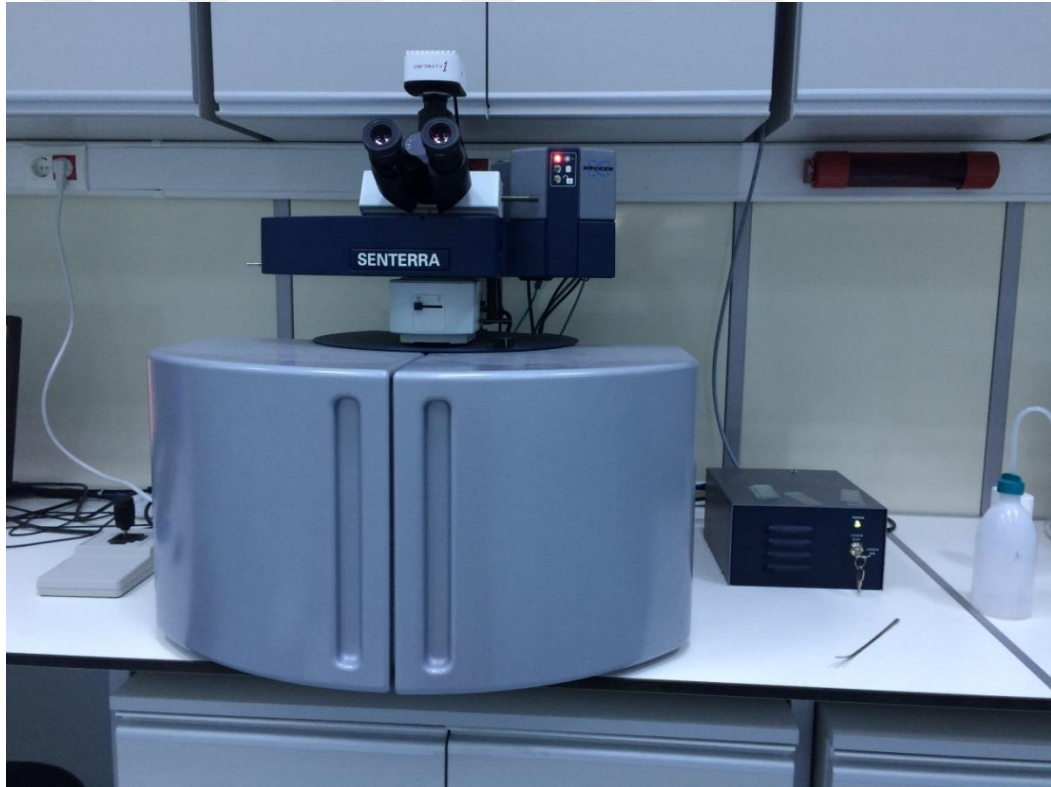
$$R = \rho \frac{l}{S} \quad (2.6)$$

Bağıntısı kullanılarak bulunabilir. Burada “ l ” kontak noktalar arası mesafe, S ise kesilen numunenin kesit alanıdır.

3. ARAŐTIRMA BULGULARI

3.1. Raman Spektroskopisi Ölçümü

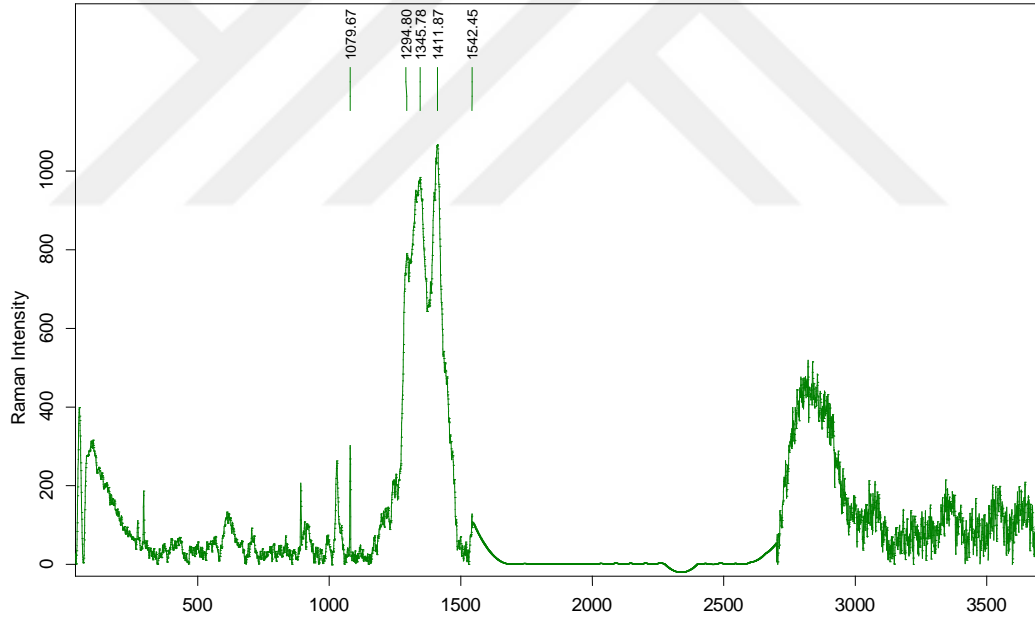
Bu tez çalışması için AC ve DC güç tekniđi ile üretilmiş cam alt taş üzerinde büyütülmüş AZO numunelerin Raman spektroskopisi ölçümleri Kırıkkale Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Merkezi Laboratuvarları (KÜBTAL) bünyesinde bulunan Bruker firmasının üretmiş olduđu Şekil 3.1 'de gösterilen SENTERRA Raman mikroskobu cihazında gerçekleştirilmiştir.



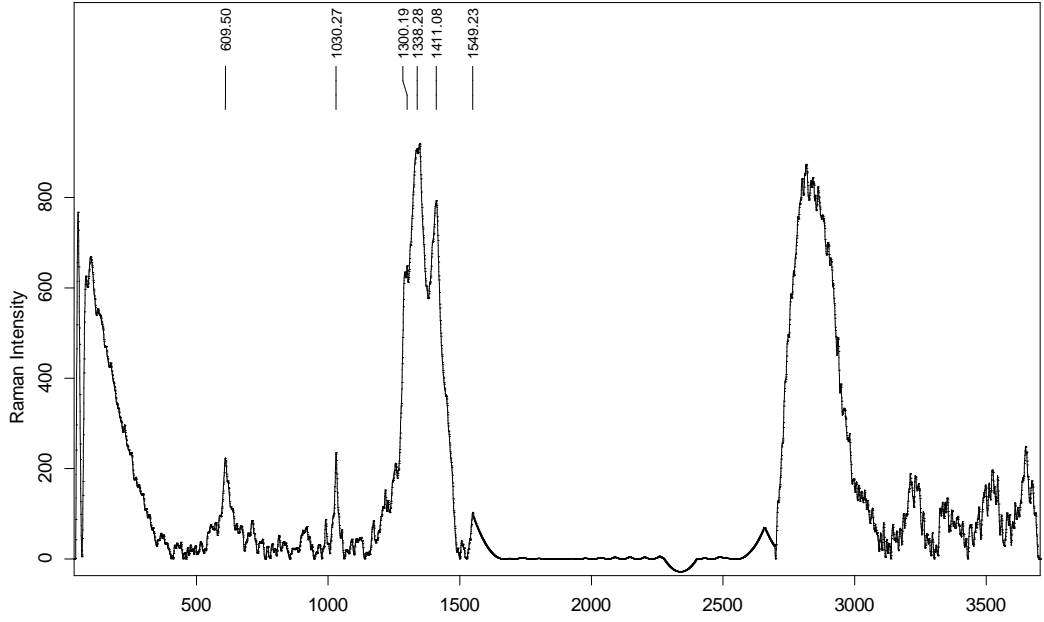
Şekil 3.1. KÜBTAL bünyesinde bulunan SENTERRA Raman mikroskobu.

İlk olarak 1927 yılında Sir C.V. Raman tarafından organik bileşenleri ve çözeltileri tanımlamak için tasarlanmış olup, bu teknik ile ölçümler, malzemeye zarar vermeden yapılabilmektedir. Raman spektroskopisi tekniği maddelerin kendilerine özel titreşimlerinin tespiti yolu ile malzeme karakterizasyon tekniği olarak kullanılmaktadır. 1970'lerden bu yana ise yarıiletken çalışmalarında sıklıkla kullanılmaya başlanmıştır.

Raman spektroskopisi sistemi; lazer kaynağı, numune ışınlama sistemi ve spektrometre olmak üzere üç ana bileşenden oluşmaktadır. Raman saçılımı sonucunda elde edilen sinyal Rayleigh saçılımı ile oluşan sinyalden çok daha zayıf olduğundan sistemi oluşturan bu bileşenlerin performansı çok önemlidir.



Şekil 3.2. AC 50 W'lık güç altında ölçülen Raman Spektroskopisi sonuçları

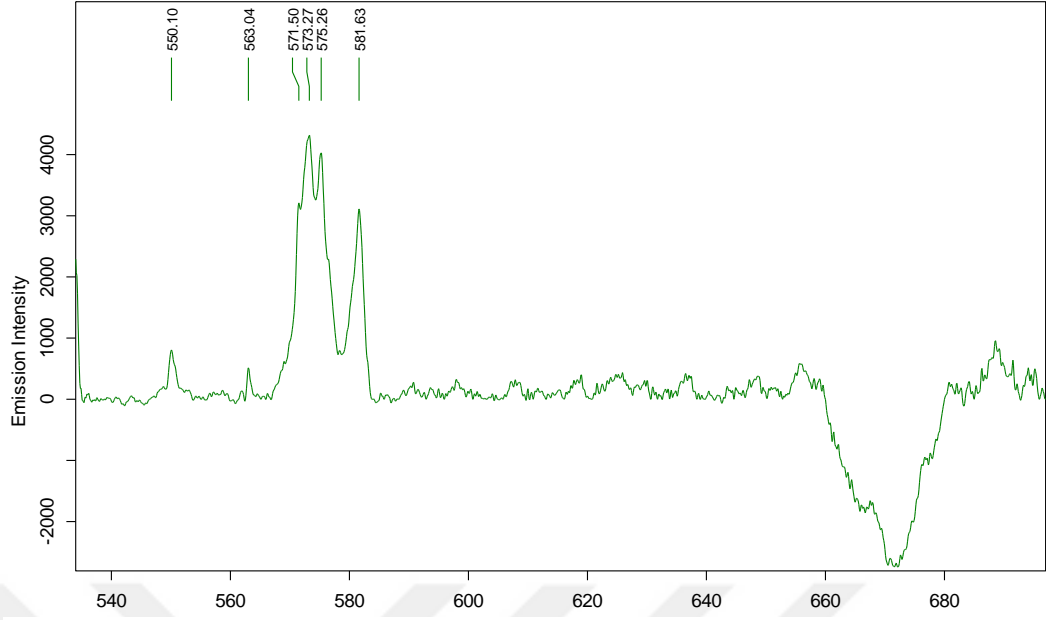


Şekil 3.3. DC 50 W'lık güç altında ölçülen Raman Spektroskopisi sonuçları.

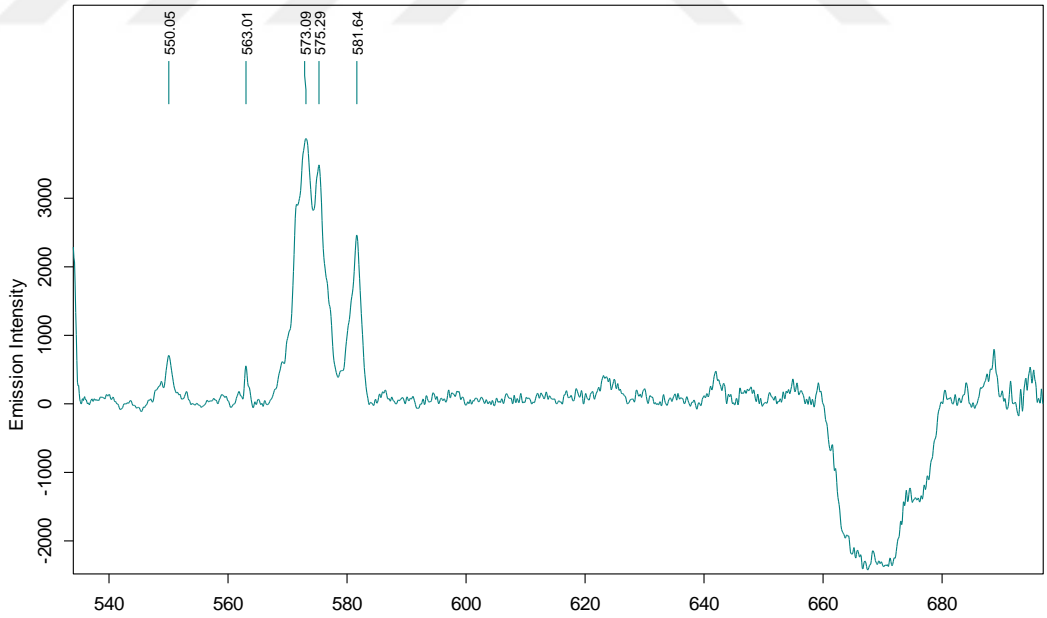
AC 50W ile DC 50W güçlerde üretilen örneklerin Raman sonuçlarına bakılırsa, örneklerin 550, 1200-1500, 2750-2950 nm dalga boyu aralığında elde edilen karakteristik piklerin yaklaşık aynı olduğu görülmektedir. Bu nedenle bu örneğin üretimi için AC veya DC güç kullanılmasına Raman sonuçlarına bakılarak karar verilmesi zordur. Elde edilen sonuçlar elementlerin yüzde tayininin yapıldığı EDX sonuçlarına yönelmektedir. Burada malzeme içerisindeki Oksijen yüzdesindeki değişim bize malzemelerin üretim yöntemindeki uygunluğu gösterecektir. Oksijen yüzdesi fazla olan grubun öz direncindeki artış, yöntem belirlemede etkin olacaktır.

3.2. PL Spektroskopisi Ölçümü

Fotoluminesans spektroskopisi ışık emisyon ölçümü ve ardından materyalin elektronik yapısını araştırmak için kullanılan temassız ve tahripsiz bir metottur. Fotoluminesansın yoğunluğu ve tayfsal içeriği materyalin öneme haiz çeşitli özelliklerinin direkt ölçümüdür.



Şekil 3.4. AC 50 W'lık güç altında ölçülen PL sonuçları



Şekil 3.5. DC 50 W'lık güç altında ölçülen PL sonuçları

AC 50W ile DC 50W güçlerde üretilen örneklerin PL sonuçlarına bakılırsa, örneklerin 550 – 700 nm dalga boyu aralığında saydamlıklarının yaklaşık aynı olduğu söylenebilir. Bu nedenle bu örneğin üretimi için AC veya DC güç kullanılmasına PL sonuçlarına bakılarak karar verilmesi zordur. Bu nedenle EDX sonuçlarına bakılmıştır. AC 50 W güçte üretilen örneğin yüzde olarak oksijen miktarı fazla olduğu için bu yöntemle üretilen örneklerin DC güç uygulanarak üretilen örneklerden daha yüksek özdirence sahip olacağı düşünülmektedir. Buradan yola çıkılarak örnekler DC güç uygulanarak üretilmiştir.

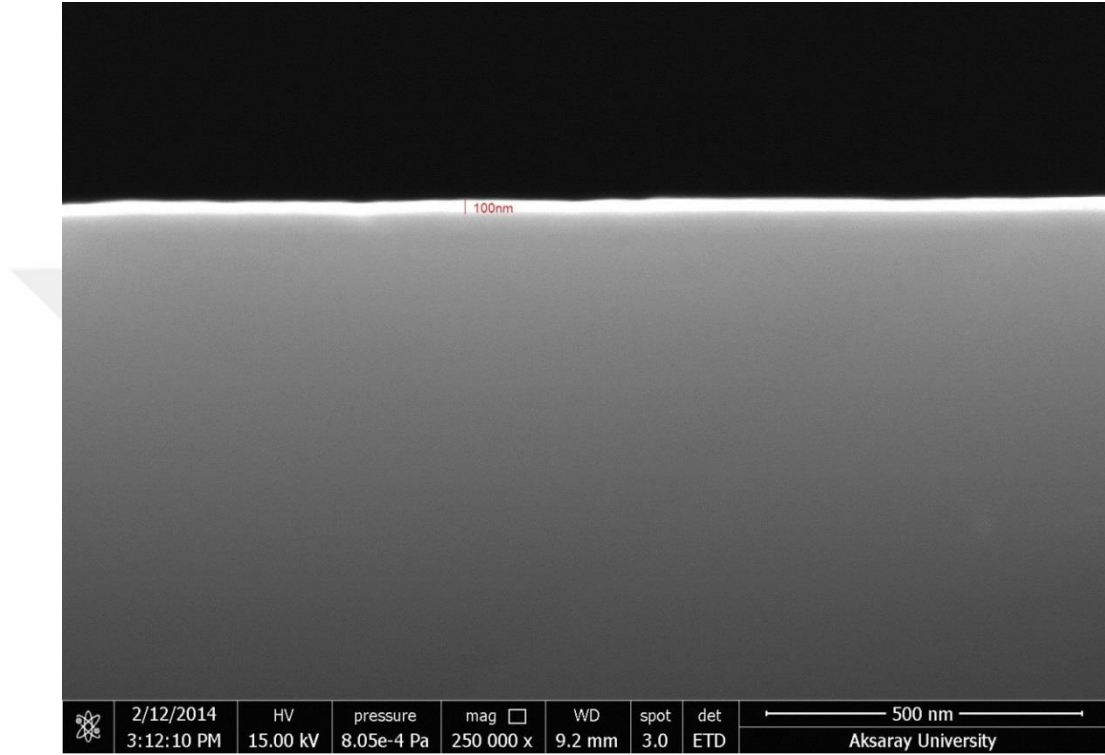
3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Ölçümleri

İncelenecek numune yüzeyine gönderilen ışınların Bragg kırınım yasasına göre yansması ve bu yansıyan ışınların enerji ve dalga boyunda meydana gelen değişikliklerin numune yüzeyi hakkında bilgi vermesi esasına dayanarak yapılan Taramalı Elektron Mikroskobunda yaklaşık 30kV potansiyel fark altında hızlandırılan elektronların meydana getirdiği X ışınları kullanılmaktadır.



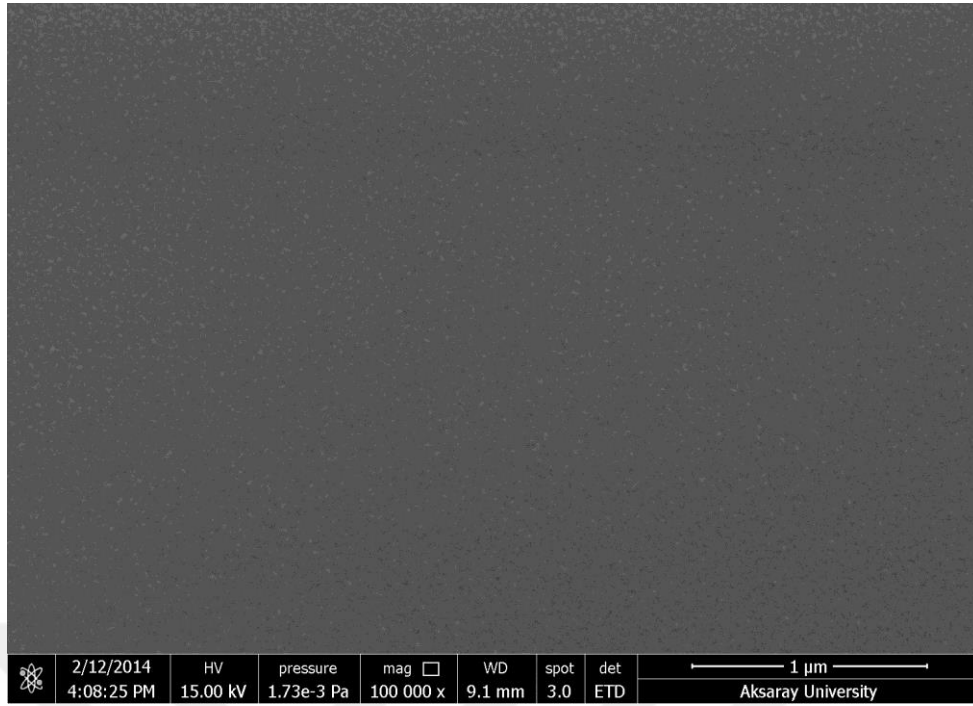
Şekil 3.6. FEI Quanta FEG 250 SEM cihazı

Aksaray üniversitesi merkezi araştırma laboratuvarı bünyesinde bulunan FEI marka Quanta FEG 250 model SEM cihazıyla 50 W AC ve DC için ikincil elektronlar kullanılarak görüntüleme işlemi yapılmıştır. Görüntüleme işleminin sonucunda alınan fotoğraflar aşağıda gösterilmiştir.

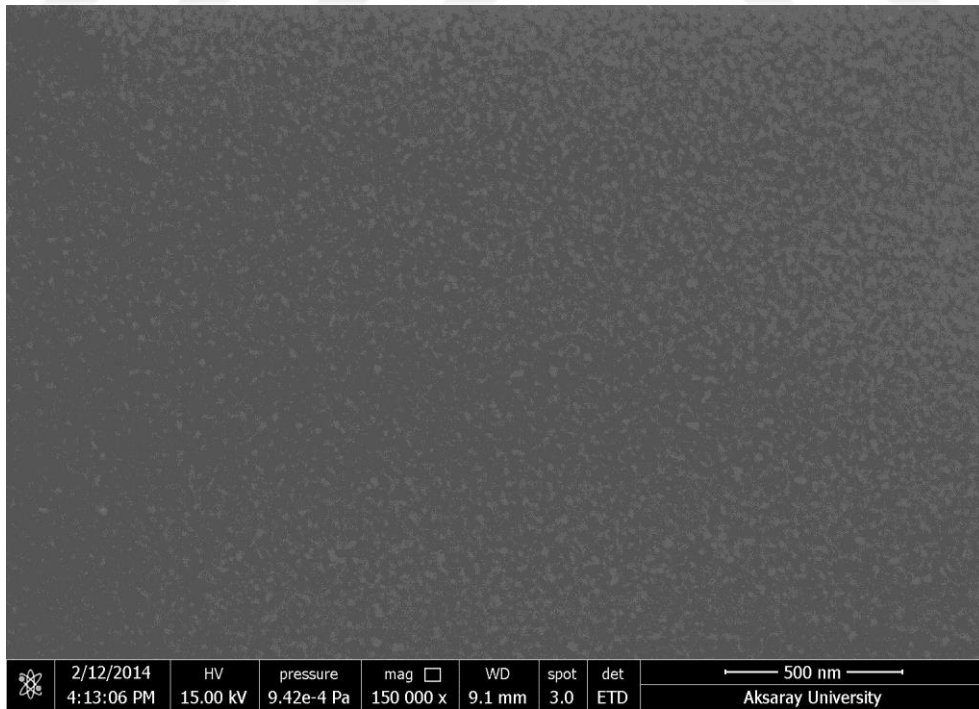


Şekil 3.7. AC 50 W güç ve 500nm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu

AC 50 W'lık güçle ürettiğimiz AZO ince film kaplama işleminde kaplamanın kalınlığı önem arz etmektedir. Yapmış olduğumuz analizde öncelikli olarak malzemenin kaplama kalınlığını belirlemeye çalışıldı. Bu işlem için malzememizin kesitinden görüntüleme sağlandı. 500 nm ölçekte 15kV hızlandırma değerinde ikincil elektronlar kullanılarak elde edilen görüntüler kaplama kalınlığımızın yaklaşık 100nm olduğu görüldü. Kaplama kalınlığındaki bu seviye literatürdeki birçok çalışmayla uyum içerisindedir.

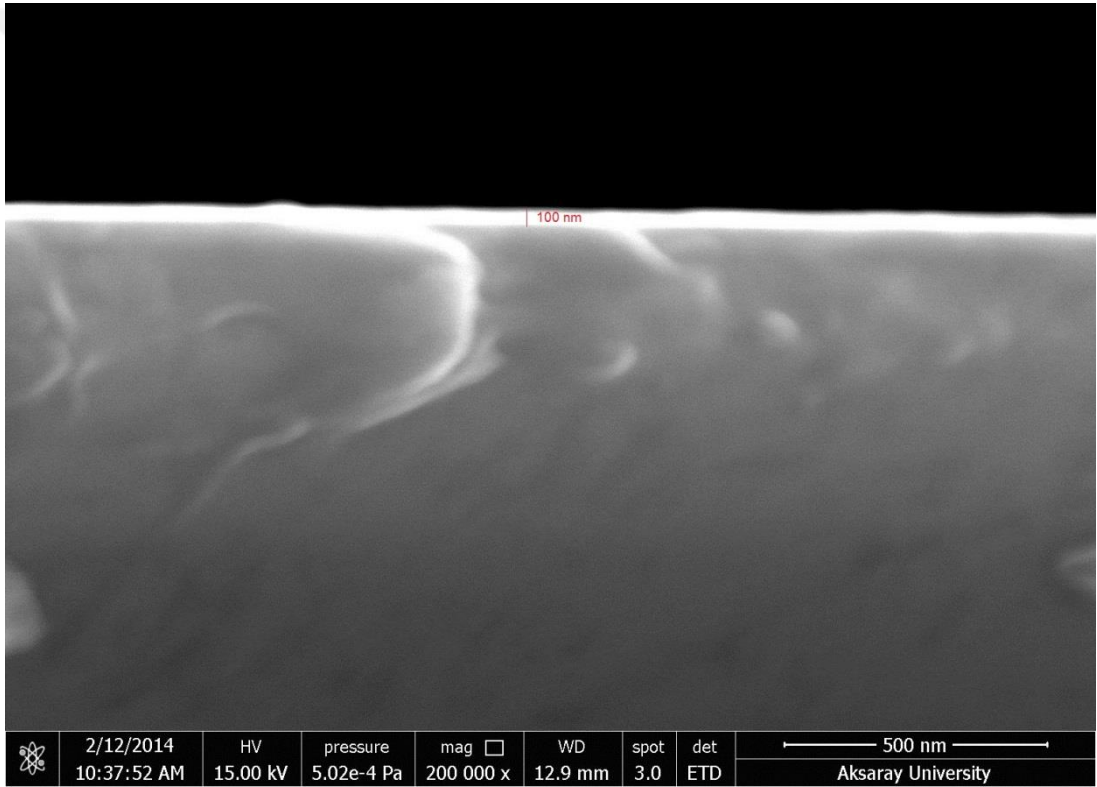


Şekil 3.8. AC 50 W güç ve 1µm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu



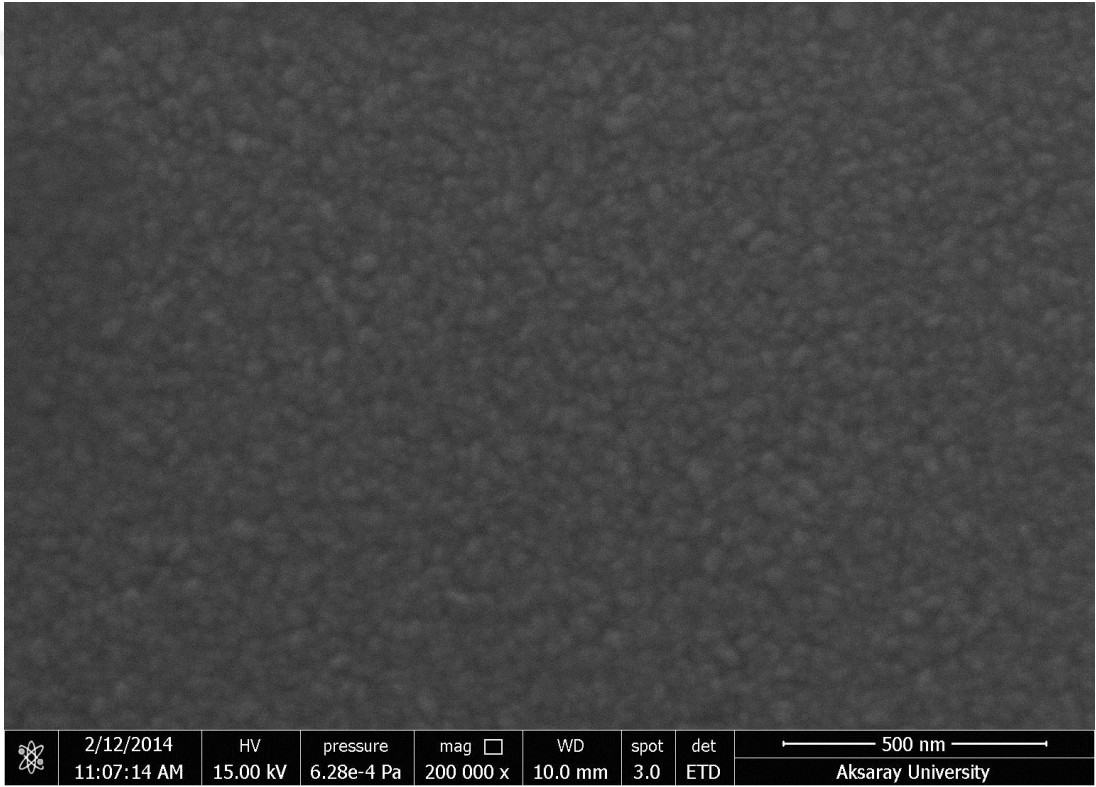
Şekil 3.9. AC 50 W güç ve 500nm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu

AZO ince film kaplama işleminde kaplama işleminde kaplama yüzeyinin pürüzlülüğü kullanım amacına göre önem arz etmektedir. Yüzey pürüzlülüğündeki pozitif etki ince filmin çalışma mekanizmasına katkı sağlamaktadır. Yapmış olduğumuz analizde 1. Görselde 1 mikro metre 2. Görselde 500 nm ölçekte 15kV hızlandırma değerinde ikincil elektronlar kullanılarak görüntüleme işlemi yapılmıştır. Burada 1 mikrometrelik ölçek değerinin yüzey pürüzlülüğünü belirlemede yeterli olmadığı görüldüğünden 500 nm'lik ölçek daha uygun bulunmuştur.

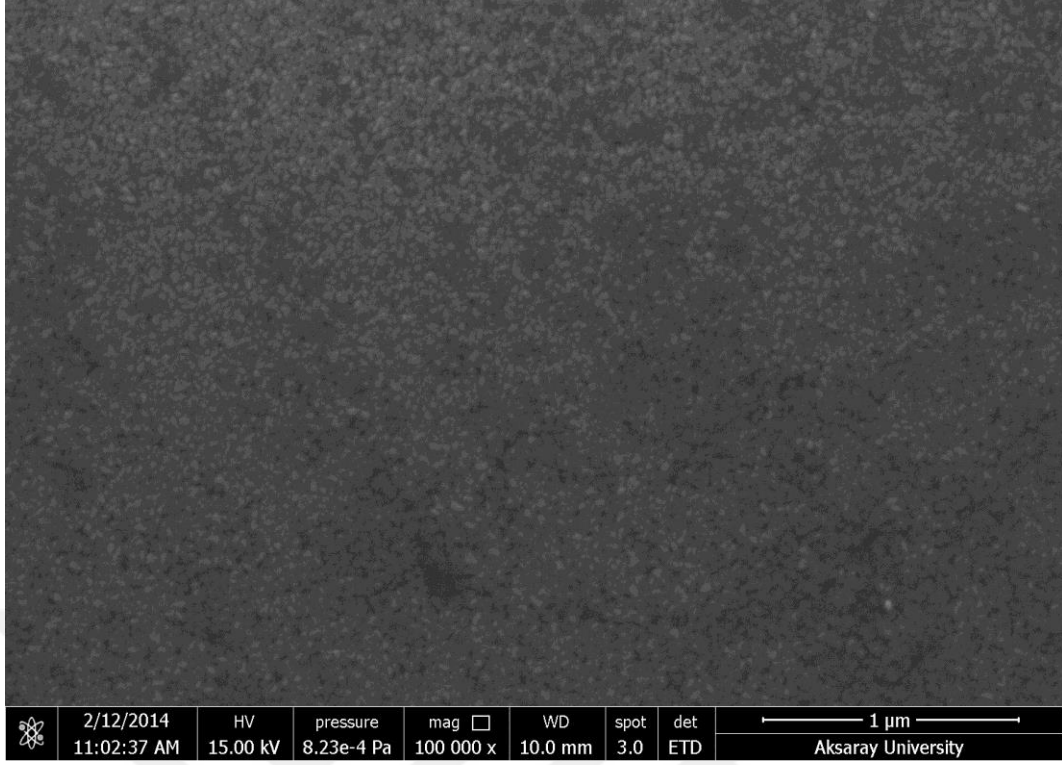


Şekil 3.10. DC 50 W güç ve 500nm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu

DC 50 W'lık güçle ürettiğimiz AZO ince film kaplama işleminde kaplamanın kalınlığı önem arz etmektedir. Yapmış olduğumuz analizde öncelikli olarak malzemenin kaplama kalınlığını belirlemeye çalışıldı. Bu işlem için malzememizin kesitinden görüntüleme sağlandı. 500 nm ölçekte 15kV hızlandırma değerinde ikincil elektronlar kullanılarak elde edilen görüntüler kaplama kalınlığımızın yaklaşık 100nm olduğu görüldü. Kaplama kalınlığındaki bu seviye literatürdeki birçok çalışmayla uyum içerisindedir.



Şekil 3.11. DC 50 W güç ve 500nm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu



Şekil 3.12. DC 50 W güç ve 1µm ölçekte yapılan SEM ölçüm sonucu

AZO ince film kaplama işleminde kaplama işleminde kaplama yüzeyinin pürüzlülüğü kullanım amacına göre önem arz etmektedir. Yüzey pürüzlülüğündeki pozitif etki ince filmin çalışma mekanizmasına katkı sağlamaktadır. Yapmış olduğumuz analizde 1. Görselde 1 mikro metre 2. Görselde 500 nm ölçekte 15kV hızlandırma değerinde ikincil elektronlar kullanılarak görüntüleme işlemi yapılmıştır. Burada 1 mikrometrelik ölçek değerinin yüzey pürüzlülüğünü belirlemede yeterli olmadığı görüldüğünden 500 nm'lik ölçek daha uygun bulunmuştur.

3.4. Kimyasal Analiz (EDS) Ölçümü

Aksaray üniversitesi merkezi araştırma laboratuvarı bünyesinde bulunan Metek marka ve octane pro model SEM – EDS cihazıyla 50 W AC ve DC için EDX yöntemi kullanılarak kimyasal analiz işlemi yapılmıştır. Yapılan karakterizasyon işleminin ardından alınan veriler aşağıdaki tabloda görülmektedir.

Çizelge 3.1. DC 50 W Kimyasal analiz sonuçları

50 DC W		
	Wt % (AĞIRLIK YÜZDESİ)	At % (ATOMİK YÜZDE)
O K	06.94	12.54
ZnL	14.17	06.26
AlK	0.71	00.76
SiK	78.18	80.44

Çizelge 3.2. AC 50 W Kimyasal analiz sonuçları

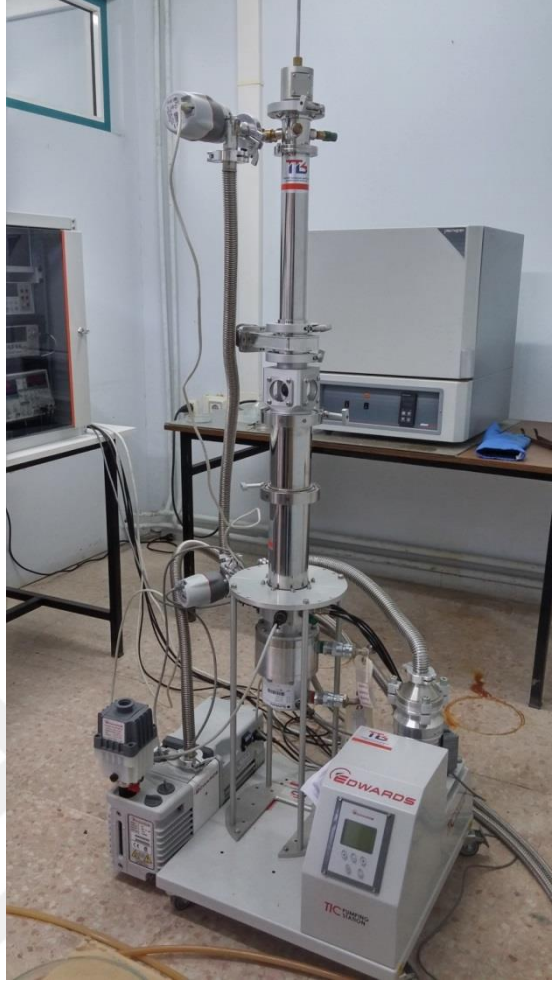
50 W AC		
	Wt % (AĞIRLIK YÜZDESİ)	At % (ATOMİK YÜZDE)
OK	07.62	13.96
ZnL	14.53	07.11
AlK	0.84	00.91
SiK	77.06	78.02

50 W AC ve DC için yapmış olduğumuz üretimlerimizde malzemenin kimyasal kompozisyonu bizim için önemlidir. Üretim aşamasında çok az düzeyde alüminyum katkısı yaptık, bu malzemede % 1'in altında alüminyum katkısı yapılmıştı. Bunun doğruluğunu yukarıdaki EDS sonucunda 0,71 değeri ile görmekteyiz. Aynı zamanda alt malzememiz silisyumdur. Bunun da yoğun bir yüzde olduğu EDS sonucunda görülmektedir.

Tablolardan örneklerdeki oksijen yüzdelerine bakıldığında, genel bir oksijen artışı gözlenmektedir. Bu durum malzemelerin iletkenliklerini olumsuz yönde etkileyen yegane temel olduğu düşünülmektedir. Al miktarı ise genel olarak korunmuş gibi görünmektedir. Zn yüzdesi de hemen hemen Al ile bağımlı olarak değişiklikler sergilemektedir. Al ve Zn nin bağımlı olarak değişmesi zaten beklenen bir sonuçtur. Sebebi ise Targetların piyasadan temin edilmiş olması ve içerisindeki Al ve Zn miktarlarının belirli olmasıdır. Oranlardaki dalgalanmalar ise şehir gerilimindeki dalgalanmalara bağlı olarak güç kaynağındaki dalgalanmalara bağlanabilir.

3.5. Özdirenç Ölçümü

Üretmiş olduğumuz AZO ince filmlerin özdirençlerini belirlemek amacıyla yukarıda görülen cihaz yardımıyla analizimizi yaptık. Oda sıcaklığında gerçekleştirilen analizimizde 1 mikroamperlik akım da karakterizasyon işlemi yapılmıştır. KKÜ merkezi araştırma laboratuvarı bünyesindeki cihazın çalışma prensibi aşağıdaki uygulamamızda anlatıldığı gibidir.



Şekil 3.13. Cryogenic Liquid Helium Cryostat

Elektriksel özdirenç ölçümleri, Şekil 3.13'te gösterilen ve Kırıkkale Üniversitesinde bulunan Cryogenic Liquid Helium Cryostat ile gerçekleştirildi.

Bizim çalışmamızda ürettiğimiz malzemelerin özdirenç ölçümlerinde standart dört nokta yöntemini kullanıldı. Numunelere, Şekil 2.20'de gösterildiği gibi ultrasonik lehim makinesi kullanılarak bakır tellerle indium lehim kontaklar yapıldı. Ölçüm hatalarını en aza indirebilmek için kontakların aynı hat üzerinde yer almalarına ve kontaklar arası mesafelerin eşit olmasına dikkat edildi.

Çizelge 3.3. Özdirenç Ölçüm Sonuçları

Power (W)	r (ohm.cm) Old	r (ohm.cm) New	n (cm⁻³)	μ (cm²/Vs)
50	1.21	1.12	8.24.10 ¹⁸	0.67
70	1.05	0.32	2.45.10 ¹⁶	791
90	0.502	0.97	1.32.10 ¹⁷	48.8
110	0.734	0.4	2.09.10 ¹⁹	0.744
130	0.059	0.0678	4.19.10 ²⁰	0.22
150	0.771	0.97	4.53.10 ¹⁸	1.42

Her iki özdirenç ölçümünde elde edilen sonuçların birbiriyle uyum içerisinde olduğu görülmektedir. Burada öz direnci etkileyen parametre EDX sonucunda açıklandığı gibi Oksijen yüzdesidir. Bu yüzdedeki artış özdirenç sonucunu etkilemektedir. Alınan sonuçlarda AC yönteminde elde edilen Oksijen yüzdesindeki fazlalık özdirenç ölçüm sonucunda açıkça görülmektedir.

Birim hacim başına elektron sayısını veren n değerinde de AC deki elektron sayısının azlığı görülmektedir. Buda özdirencin artışında önemli etkindir. Bu sonuç da AC yöntemindeki eksikliği göstermektedir.

Yarıiletkenlerde taşıyıcı sayısı kadar taşıyıcıların devingenlikleri (mobiliteler) de önemlidir ve yarıiletkenin devre elemanı olarak kullanılıp-kullanılmayacağını belirler. Bu sebepten dolayı yarıiletken malzemenin kristal yapıda ve olabildiğince saf olmaları elektronların devingenliklerini artıracaktır. Yarıiletkenlerde iletkenliğe katkı hem elektronlardan hem de deşiklerden (metallerde sadece iletim bandındaki elektronlardan gelmektedir) geleceği için akım yoğunluğunu serbest taşıyıcı yoğunlukları ve mobiliteleri nicelikleri cinsinden

$$J = q(n\mu_n + p\mu_p)E \quad (3.1)$$

Formülü ile açıklanır. Burada alınan öz direnç sonucunda AC nin mobilitesindeki azlık üretim yönteminin eksinini göstermektedir. Bu değerlerde literatürle uyum içerisindedir.



4. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

Öz direnci daha düşük, akım yoğunluğu ve verimi daha yüksek güneş pilleri üretmek amacıyla kullanılan Alüminyum çinko Oksit ince filmlerin üretilmesi ile ilgili olan tezimizde, daha az ışık ile çalışabilen, verimi yüksek bir malzeme üretmeyi hedefledik. Öz direnci düşük ve Oksijen ile bağ yapabilme özelliği sayesinde 50W AC ve DC güç ile üretilen malzemenin Oksijen miktarıyla tezinin içeriğindeki uygun metot belirleme çalışmamıza yön verdik. Malzemenin üretilmesinde uluslararası literatürde sputter metodu olarak bilinen yöntem kullanıldı. Bu malzemenin üretilmesi esnasında AC ve DC 50 W'lık güç uygulanarak hangi tür elektrik sinyalinin daha verimli olduğunun tespit edilmesi de hedeflendi. Üretilen örneklerin yüzey yapısını incelemek için *SEM*, katkıyla değişen iyon miktarlarını belirlemek için X ışınları kullanılarak *EDS*, elektriksel karakterizasyonu için öz direnç ölçümleri ve ayrıca PL ölçümleri Kırıkkale Üniversitesi ve Aksaray Üniversitesi bünyesinde bulunan laboratuvarlarda yapıldı.

AC 50W ile DC 50W güçlerde üretilen örneklerin Raman sonuçlarına bakılırsa, örneklerin 550, 1200-1500, 2750-2950 nm dalga boyu aralığında elde edilen karakteristik piklerin yaklaşık aynı olduğu görüldü. Bu nedenle bu örneğin üretimi için AC veya DC güç kullanılmasına Raman sonuçlarına bakılarak karar verilmesi zor olduğu sonucuna vardık. Elde edilen sonuçlar bizi elementlerin yüzde tayininin yapıldığı EDX sonuçlarına yöneltti. Burada malzeme içerisindeki Oksijen yüzdesindeki değişim bize malzemelerin üretim yöntemindeki uygunluğu göstereceğini düşündürdü. Oksijen yüzdesi fazla olan grubun öz direncindeki artış, yöntem belirlemede etkin olacaktır sonucuna vardık.

AC 50W ile DC 50W güçlerde üretilen örneklerin PL sonuçlarına bakıldığında ise, örneklerin 550-700nm dalga boyu aralığında saydamlıklarının yaklaşık aynı olduğu söylenebilir. Bu nedenle bu örneğin üretimi için AC veya DC güç kullanılmasına PL sonuçlarına bakılarak karar verilmesinin zor olduğu düşünülerek bir kez daha EDX sonuçlarına bakılmasının daha doğru olacağı sonucuna varıldı. AC 50 W güçte üretilen örneğin yüzde olarak oksijen miktarı fazla olduğu için bu yöntemle üretilen

örneklerin DC güç uygulanarak üretilen örneklerden daha yüksek öz dirence sahip olacağı düşünülmektedir. Buradan yola çıkılarak örnekler DC güç uygulanarak üretilmiştir.

SEM analizlerine baktığımızda ise AC ve DC 50 W'lık güçle ürettiğimiz AZO ince film kaplama işleminde kaplamanın kalınlığının önem arz ettiği anlaşıldı. Yapmış olduğumuz analizde öncelikli olarak malzemenin kaplama kalınlığını belirlemeye çalışıldı. Bu işlem için malzememizin kesitinden görüntüleme sağlandı. 500 nm ölçekte 15kV hızlandırma değerinde ikincil elektronlar kullanılarak elde edilen görüntüler kaplama kalınlığımızın yaklaşık 100nm olduğu ve kaplama kalınlığındaki bu seviyenin literatürdeki birçok çalışmayla uyum içerisinde olduğu görüldü. AZO ince film kaplama işleminde kaplama yüzeyinin pürüzlülüğü kullanım amacına göre önem arz etmektedir. Yüzey pürüzlülüğündeki pozitif etki ince filmin çalışma mekanizmasına katkı sağlamaktadır. Yapmış olduğumuz analizde 1 mikrometre ve 500 nm ölçekte 15kV hızlandırma değerinde ikincil elektronlar kullanılarak görüntüleme işlemi yapılmıştır. Burada 1 mikrometrelik ölçek değerinin yüzey pürüzlülüğünü belirlemede yeterli olmadığı görüldüğünden 500 nm'lik ölçek daha uygun bulunmuştur.

50 W AC ve DC için yapmış olduğumuz üretimlerimizde malzemenin kimyasal kompozisyonu bizim için önemlidir. Üretim aşamasında çok az düzeyde alüminyum (bu malzemede % 1'in altında) katkısı yapılmıştı. Bunun doğruluğunu yukarıdaki EDS sonucunda 0,71 değeri ile görmekteyiz. Aynı zamanda alt malzeme olarak silisyum kullanıldı. Bunun da yoğun bir yüzde olduğu EDS sonucunda görülmektedir. Tablolardan örneklerdeki oksijen yüzdelere bakıldığında, genel bir oksijen artışı gözlemlendi. Bu durum malzemelerin iletkenliklerini olumsuz yönde etkileyen yegane temel olduğu öngörülmektedir. Alüminyum miktarı ise genel olarak korunduğu gözlemlendi. Çinko yüzdesi de hemen hemen Alüminyum ile bağımlı olarak değişiklikler sergilediği anlaşıldı. Alüminyum ve çinkonun bağımlı olarak değişmesi bizim için zaten beklenen bir sonuçtu, sebebi ise hedef malzemenin piyasadan temin edilmiş olması ve içerisindeki Alüminyum ve çinko miktarlarının belirli olmasıdır. Oranlardaki dalgalanmalar ise şehir gerilimindeki dalgalanmalara bağlı olarak güç kaynağındaki dalgalanmalardan kaynaklandığı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] A. Özkartal, Püskürtme Yöntemi ile ITO/Cu₂S ince Film güneş Pilleri Yapımı. Yüksek Lisans tezi, Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Van, 1996
- [2] Serway R. A. Beichner R. J. Fen ve Mühendislik için Fizik. 2. Cilt 35. Bölüm, Palme Yayıncılık, Ankara, 2007
- [3] S. Kandemir, Fotodedektörler. Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2011
- [4] Serway R. A. Beichner R. J. Fen ve Mühendislik için Fizik. 3. Cilt Palme Yayıncılık, Ankara, 2007
- [5] R. Karatepe, Güneş hücrelerinde yararlanılabilecek plazma ile zenginleştirilmiş kimyasal buhar depolama (PECVD) yöntemi ile büyütülmüş Si₃N₄ matris içerisinde silikon nanokristalli ince filmlerin elde edilmesi. Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2011
- [6] O. H. BOZ, Günümüzün Alternatif Enerji Kaynağı: Fotovoltaik güneş Pilleri. Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi, Balıkesir, Şubat 2011
- [7] Anonim, <http://www.paradoksenerji.com/gunes-enerjisi-614611> (Erişim Tarihi: 11.03.2015)
- [8] Anonim, <http://www.fizikmakaleleri.com/2013/10/ince-filmler-ve-kaplama-teknikleri>. (Erişim Tarihi: 12.03.2015)
- [9] A. Özdemir, SiO₂:Si/Ge/Si/SiO₂ İnce Filmlerde Ge Nanokristallerin Elektron Mikroskobu İle Görüntülenmesi Ve Teknolojik Uygulamaları, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2011

- [10] T. Akbal, Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD) Yöntemiyle Yapılan Alüminyum Krom Nitrür İnce Film Kaplamaların Üretimi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul 2014
- [11] D.M. Mattox. Physical vapor deposition (PVD) processes, Metal Finishing, **99**, 409-423, Society of Vacuum Coaters, Albuquerque, N.M., 2001
- [12] S. Sönmezoğlu, S. Akın, M. Koç, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, Eylül 2012
- [13] M. Eşiyok FeCl/Cu Süperörgülerin DC püskürtme Metoduyla hazırlanması, Manyetik ve Yapısal özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi, Balıkesir. 2014
- [14] http://www.mmo.org.tr/resimler/dosya_ekler/8b3eff8baf56627_ek.pdf?dergi=29 (erişim Tarihi: 10.04.2015)
- [15] P.J. Kelly, The Theory and Applications of Unbalanced Magnetron Sputtering. October 1994
- [16] W.D. Sproul, Physical Vapor Deposition Tool Coatings, Surface and Coatings Technology, 81, 1-7, 1996.
- [17] B. Rother, G.Ebersbach, H.M. Gabriel, Substrate-rotation Systems and Productivity of Industrial PVD Processes, Surface and Coatings Technology, 116-119, 694-698,1999.
- [18] D.K.Takcı, PFCVAD (Atmalı Filtreli Katodik Vakum Ark Depolama) Sistemiyle ZnO:Al Bileşiklerinin Üretilmesi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, Adana, 2011

- [19] M. Şöforoğlu, Yüzeyde güçlendirilmiş Raman Spektroskopisi tekniği kullanılarak hedef DNA dizi tayini. Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Ankara, 2013
- [20] M.S. Tokay, SiN_x ve SiO₂ Matris İçerisindeki Ge Nanokristallerin Optik ve Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, 2006
- [21] F. Kelek Bilgisayar Destekli Fotoluminesans Ölçüm Sisteminde Monokromatörün Mikrodenetleyici ve Adım Motor ile Kontrolü, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, Erzurum, 2008
- [22] B. Kuloğlu AC VE DC Püskürtme ile üretilen saydam AZO ince Filmlerin Karakterizasyonu ve Birbiri ile Karşılaştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2015
- [23] İ. Uslu, İleri Yüzey Analizi Yöntemleri ders notları, Gazi Üniversitesi Yayınları, Ankara, 2013
- [24] Serway R. A. Beichner R. J. Fen ve Mühendislik için Fizik. 2. Cilt 27. Bölüm, Palme Yayıncılık, Ankara, 2007
- [25] Boz. Z Sezyum Katkılı Yttrium (1) Baryum (2) Bakır (3) oksijen (7-8) süperiletken bileşiğinin bazı fiziksel ve yapısal özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2012