

NİO, NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ve α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> İNCE FİLMLERİNİN BÜYÜTÜLMESİ, KAREKTERİZASYONU VE NİO İNCE FİLMLERİNİN GAZ SENSÖRÜ ÖZELLİĞİNİN İNCELENMESİ

**Erdal TURGUT** 

Doktora Tezi FİZİK ANABİLİM DALI Katıhal Fiziği Bilim Dalı Prof. Dr. Muhammet YILDIRIM 2017 Her Hakkı Saklıdır

## ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

## DOKTORA TEZİ

# NİO, NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ve α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> İNCE FİLMLERİNİN BÜYÜTÜLMESİ, KAREKTERİZASYONU VE NİO İNCE FİLMLERİNİN GAZ SENSÖRÜ ÖZELLİĞİNİN İNCELENMESİ

Erdal TURGUT

FİZİK ANABİLİM DALI Katıhal Fiziği Bilim Dalı

> ERZURUM 2017

Her Hakkı Saklıdır





**TEZ ONAY FORMU** 

#### NiO, NİCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ve α-FE<sub>2</sub>O<sub>3</sub> İNCE FİLMLERİNİN BÜYÜTÜLMESİ, KAREKTERİZASYONU VE NİO İNCE FİLMLERİNİN GAZ SENSÖRÜ ÖZELLİĞİNİN İNCELENMESİ

Prof. Dr. Muhammet YILDIRIM danışmanlığında, Erdal TURGUT tarafından hazırlanan bu çalışma, 10/11/2017 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Fizik Anabilim Dalı Katıhal Fiziği Bilim Dalı'nda DOKTORA tezi olarak **oybirliği** ile kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. Songül DUMAN

Üye : Prof. Dr. Muhammet YILDIRIM

Üye : Doç. Dr. Mehmet Ali YILDIRIM

Üye : Doç. Dr. Mutlu KUNDAKÇI

Üye : Doç. Dr. Tevhit KARACALI

Mysil İmza İmza Imza Imza Imza

Yukarıdaki sonuç;

C. Ruff

Prof. Dr. Cavit KAZAZ Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildiriş, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü 25240 ERZURUM Telefon: +90 (442) 2314742 Faks: +90 (442) 2314741 FORM-40

### ÖZET

#### Doktora Tezi

#### NİO, NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ve α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> İNCE FİLMLERİNİN BÜYÜTÜLMESİ, KAREKTERİZASYONU VE NİO İNCE FİLMLERİNİN GAZ SENSÖRÜ ÖZELLİĞINİN İNCELENMESİ

#### Erdal TURGUT

Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Katıhal Fiziği Bilim Dalı

#### Danışman: Prof. Dr. Muhammet YILDIRIM

Bu çalışmada ilk olarak RF Magnetron Sputtering (RF Sıçratma) büyütme tekniği ile %2,4, %6,4 ve %9,8 gibi farklı oksijen kısmi basınçları uygulanarak cam ve silisyum üzerine NiO ince filmleri büyütülmüştür. Elde edilen NiO ince filmlerinin Optik Soğurma, XRD ölçümleri ile SEM ve AFM görüntüleri alındıktan sonra oksijenin, filmlerin yapısal, optik ve elektriksel özelliklerinde meydana getirdiği etki incelenmiştir. Daha sonra oda sıcaklığında Hall ve I-V ölçümleri alınan NiO ince filmlerinin farklı konsantrasyonlardaki hidrojen gazı ortamında gaz sensörü özellikleri incelenmiştir. Çalışmanın ikinci aşamasında, yine RF Sıçratma tekniği ile %5,56, %8,19 ve %12,83 oranlarında farklı oksijen kısmi basınçları uygulanarak cam ve silisyum üzerine üçlü bileşik Nikel-Krom Oksit (NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) yarıiletken ince filmleri büyütülerek Optik Soğurma, XRD, oda sıcaklığında Van-der Pauw ölçümleri, Raman değişim grafikleri ile SEM ve AFM görüntüleri edilmiştir. Çalışmanın son aşamasında ise kimyasal püskürtme yöntemi ile hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) faza sahip ince filmler elde edilmiştir. Daha sonra kimyasal püskürtme yöntemi ile demir III oksit (a-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) içerisine Al, Cd, Ga, gibi elementler katkılanıp, RF Magnetron Sputtering büyütme tekniği kullanılarak üzerine nikel oksit (NiO) ince filmler büyütülmüş, filmlerin optik soğurma, XRD, oda sıcaklığında Hall ölçümleri ile SEM ve AFM görüntüleri elde edilmiştir.

#### 2017, 172 sayfa

Anahtar Kelimeler: Kimyasal püskürtme, Hall ölçümü, Hematit, Sensör, RF sıçratma tekniği.

#### ABSTRACT

#### Ph. D. Thesis

#### MAGNIFICATION OF NiO, NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AND α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> THİN FİLMS, CHARACTERIZATION AND INVESTIGATION OF GAS SENSOR PROPERTIES OF NİO THİN FİLMS

#### Erdal TURGUT

Atatürk University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Physics Discipline of Solid State Physics

#### Danışman: Prof. Dr. Muhammet YILDIRIM

In this study, NiO thin films were grown on glass and silicon by applying different partial pressures of oxygen such as 2,4%, 6,4% and 9,8% by RF Magnetron Sputtering (RF magnetron sputtering) magnification technique. The effect of the obtained NiO thin films on optical absorption, XRD measurements, and SEM and AFM images of oxygen, films, optical and electrical properties was investigated. Next, the gas sensor properties of NiO thin films with Hall and I-V measurements at room temperature were investigated in the hydrogen gas environment at different concentrations. In the second phase of the study, triple compound Nickel-Chromium Oxide (NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) semiconductor thin films were grown on glass and silicon by applying different oxygen partial pressures of 5,56%, 8,19% and 12,83% with RF magnetron sputtering Technique to Optical Absorption, XRD Van-der Pauw measurements at room temperature, Raman change charts, SEM and AFM images. At the last stage of the work, thin films with hematite (a-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) film were obtained by chemical spraying method. Next, elements such as Al, Cd and Ga were doped into iron III oxide ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) by chemical sputtering method and nickel oxide (NiO) thin films were grown on it by using RF Magnetron Sputtering magnification technique. Optical absorption, XRD, SEM and AFM images were obtained.

#### 2017, 172 Pages

Keywords: Chemical spraying, Hall measurement, Hematite, Sensor, RF magnetron sputtering technique.

### TEŞEKKÜR

Doktora tezi olarak sunmuş olduğum bu çalışma, Atatürk Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü'nde hazırlanmıştır. Bu çalışmanın planlanmasında ve yürütülmesinde her daim bilgi, deneyim ve tecrübelerinden yararlandığım, desteğini ve yardımını hiçbir zaman benden esirgemeyen çok değerli hocam Sayın Prof. Dr. Muhammet YILDIRIM'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tüm doktora süreci boyunca tez izleme komitesinde yer alan Sayın Doç. Dr. Tevhit KARACALI ve Sayın Doç. Dr. Mutlu KUNDAKÇI'ya teşekkür ederim.

Çalışmalarım süresince başta Sayın Doç. Dr. Emre GÜR olmak üzere görüş, öneri ve bilgilerini benden esirgemeyen hocalarıma ve tüm Fizik Bölümü'nün değerli elemanlarına teşekkürü bir borç bilirim.

Özellikle laboratuvar çalışmalarım süresince her daim yanımda olan, benden desteklerini ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen Sayın Dr. Sevda SARITAŞ'a ayrıca teşekkür ederim.

Atatürk Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü'nde çalışmalarına devam eden ve zaman zaman katkılarına başvurduğum Sayın Dr. Ali BALTAKESMEZ'e, Sayın Günay MERHAN'a, Sayın Ömer ÇOBAN'a ve emeği geçen tüm değerli çalışma arkadaşlarıma ayrı ayrı teşekkür ederim.

Ayrıca, çalışmalarım esnasında teşvikleri ve destekleri ile her zaman yanımda yer alan çok değerli aileme de sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Erdal TURGUT Kasım, 2017

# İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xviii
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER	
2.1. NiO Yarıiletken Özellikleri	
2.2. Büyütme Sırasınada Bazı Parametrelerin Değişiminin NiO Yarıiletke	en İnce
Filmlerin Optik ve Elektrik Özelliklerine Olan Etkisi	
2.3. Hematit (α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	
2.4. Hall Olayı	
2.5. Taşıyıcı Yoğunluğu ve Mobilitenin Sıcaklıkla Değişimi	
2.6. Gaz Sensörleri	41
3. MATERYAL ve YÖNTEM	
3.1. Sputtering (Sıçratma) Tekniği	
3.2. Karakterizasyon Analizi	
3.2.1. Optik Soğurma Ölçümü	
3.2.2. XRD Ölçümü	51
3.2.3. Raman Spektroskopisi	
3.2.4. AFM Ölçüm Sistemi	54
3.2.5. SEM Ölçüm Sistemi	56
3.2.6. Elektriksel Analizler ve Hall Ölçümleri	
3.2.7. Gaz Sensörü Analizi	59
3.3. Cam Numune Hazırlık İşlemi	60
3.4. Silisyum Temizleme İşlemi	61
4. ARAŞTIRMA BULGULARI	64
4.1. NiO İnce Filmlerinin Optik Soğurma Ölçümleri	64

4.2. NiO İnce Filmlerinin XRD Kırınım Desenleri	66
4.3. NiO İnce Filmlerin SEM Görüntüleri	74
4.4. NiO İnce Filmlerin AFM Görüntüleri	85
4.5. Hall Ölçümlerinin Alınması	92
4.6. Oda sıcaklığında NiO I-V Ölçümleri	94
4.7. RF Magnetron Sputtering Tekniği İle Büyütülmüş Ni $Cr_2O_4$ İnce Filmlerinin	
Soğurma Ölçümleri	95
4.8. Silisyum ve Cam üzerine RF Magnetron Sputtering Tekniği İle Büyütülen	
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> İnce Filmlerin XRD Kırınım Desenleri	97
4.9. NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> İnce Filmlerin Raman Değişimi Ölçümleri	. 105
4.10. NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> İnce Filmlerin SEM Görüntüleri	. 111
4.11. NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> İnce Filmlerin AFM Görüntüleri	. 119
4.12. Cam üzerine Saf ve Katkılı Demir III oksit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) İle Aynı Filmler	
Üzerine NiO Katkılanmış Demir III oksit İnce Filmlerin XRD Kırınım	
Deseni	. 126
4.13. Cam üzerine Saf ve Katkılı Demir III oksit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) İle Aynı Filmler	
Üzerine NiO Katkılanmış Demir III oksit İnce Filmlerin SEM Görüntüleri.	. 129
4.14. Cam üzerine Saf ve Katkılı Demir III oksit ( $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) İle Aynı Filmler	
Üzerine NiO Katkılanmış Demir III oksit İnce Filmlerin AFM Görüntüleri	. 137
4.15. NiO Gaz Sensör Uygulaması	. 149
5. TARTIŞMA ve SONUÇ	. 154
KAYNAKLAR	. 167
ÖZGEÇMİŞ	. 175

# SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

μ	Mobilite
ν	Parçacık Hızı
$F_L$	Lorentz Kuvveti
В	Manyetik İndüksiyon
E	Elektrik Alan Vektörü
Et	Toplam Elektrik Alan
R <sub>H</sub>	Hall Katsayısı
$\theta_{\rm H}$	Hall Açısı
Fe	Elektronlar Üzerine Etkiyen Kuvvet
E <sub>H</sub>	Hall Alanı
$V_{H}$	Hall Potansiyeli
J	Akım Yoğunluğu
σ	Elektriksel İletkenlik Katsayısı
Т	Sıcaklık
V	Gerilim (Volt)
А	Hall Faktörü
τ	Relaksasyon Zamanı
w	Siklotron Frekansı
ξ	Magnetorezistans Katsayısı
$K_{N}$	Boyutsal Orantı Sabiti
${j}_{ u}$	Deşarj Akım Yoğunluğu
Y(arphi)	Oksidasyona Uğramış Yüzeyin Sputtering (Sıçratma) Verimi
k <sub>dis</sub>	Oksijen Ayrılma Oran Sabiti
$A_{1g}, F_{2g}$	Atom Titreşim Modları
nm	Nanometre
μm	Mikrometre
$^{0}A$	Angstrom
Ψ	Elipsometrik Açı

Soğurma Katsayısı
Etkin Kütle
Elektron Yoğunluğu
Boşluk (Hol) Yoğunluğu
Fermi Enerji Seviyesi
Elektron İçin Çarpışmalar Arası Ortalama Serbest Zaman
Boşluklar İçin Çarpışmalar Arası Ortalama Serbest Zaman
Güç (Watt)
Oksijen Tarafından Kaplı Yüzeyden Ters Akış
Hedef Yüzey Oksidasyonunun Sputter (Sıçratma) Verimi
Oksijen Ayrılma Oran Sabiti
Işığın Dalga Boyu
Akım (Amper)
Santigrat Derece
Direnç
Boltzman Sabiti

# Kısaltmalar

XRD	X-Işını Difraksiyonu (Kırınımı)
MR	Magneto Rezistans
GMR	Giant Magneto Rezistans
TMR	Tunneling Magneto Rezistans
EMR	Extraordinary Magneto Rezistans
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
GSR ve R	Gaz Sensör Cevabı
HUMO	Yüksek İşgal Edilmiş Moleküler Orbital
LUMO	Düşük İşgal Edilmiş Moleküler Orbital
Mev	Mega Elektron Volt

# ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. NiO yarıiletkeni için optik bant diyagramı	29
Şekil 2.2. Hematitin kristal yapısı	35
Şekil 2.3. Hall sistemi	36
Şekil 3.1. Düzlemsel diyot sıçratma ile kaplama sisteminin şematik gösterimi	46
Şekil 3.2. Sputtering (sıçratma) sisteminin şematik gösterimi	48
Şekil 3.3. Optik Soğurma ölçüm sistemi	50
Şekil 3.4. XRD cihazı ölçüm sistemi	52
Şekil 3.5. Raman spektrometresinin çalışma prensibi	54
Şekil 3.6. AFM çalışma prensibi	56
Şekil 3.7. SEM çalışma prensibi	58
Şekil 3.8. Gaz sensör ölçüm sistemi	60
Şekil 4.1. %2,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering (sıçratma)	
tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerine ait $\alpha^2$ -Enerji grafiği	64
Şekil 4.2. %6,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering (sıçratma)	
tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerine ait $\alpha^2$ -Enerji grafiği	65
Şekil 4.3. %9,8 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering (sıçratma)	
tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerine ait $\alpha^2$ -Enerji grafiği	65
Şekil 4.4. %2,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde	
edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni	67
Şekil 4.5. %6,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde	
edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni	67
Şekil 4.6. %9,8 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde	
edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni	68
Şekil 4.7. %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron	
sputtering (sıçratma) tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin XRD	
kırınım desenleri	68

Şekil 4.8. Cam taban üzerine %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF	
magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin	
$O_2$ -2 $\theta$ /Rougness değişimi	69
Şekil 4.9. Si taban üzerine %2,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering	
tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni	70
Şekil 4.10. %6,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde	
edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni	71
Şekil 4.11. %9,8 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde	
edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni	71
Şekil 4.12. Si taban üzerine %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında	
RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin	
XRD kırınım desenleri	72
Şekil 4.13. Si taban üzerine farklı %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında	
RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin	
O <sub>2</sub> -2θ/Rougness değişimi	73
Şekil 4.14. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O <sub>2</sub>	
ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x200.000)	74
Şekil 4.15. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x100.000)	74
Şekil 4.16. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x50.000)	75
Şekil 4.17. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)	75
Şekil 4.18. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x200.000)	76
Şekil 4.19. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x100.000)	76
Şekil 4.20. Cam üzerine RF magnetron sputteringtekniği ile %6,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x50.000)	77
Şekil 4.21. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O <sub>2</sub>	
ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)	77

Şekil 4.22. Cam üzerine R	RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 O <sub>2</sub>	
ortamında büy	rütülmüş NiO SEM görüntüsü (x50.000)	78
Şekil 4.23. Cam üzerine R	RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 $O_2$	
ortamında büy	rütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)	78
Şekil 4.24. Silisyum üzeri	ne RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 $O_2$	
ortamında büy	rütülmüş NiO SEM görüntüsü (x200.000)	79
Şekil 4.25. Silisyum üzeri	ne RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 $O_2$	
ortamında büy	rütülmüş NiO SEM görüntüsü (x100.000)	79
Şekil 4.26. Silisyum üzeri	ne RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 $O_2$	
ortamında büy	rütülmüş NiO SEM görüntüsü (x50.000)	80
Şekil 4.27. Silisyum üzeri	ne RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 $O_2$	
ortamında büy	rütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)	80
Şekil 4.28. Silisyum üzeri	ne RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 $O_2$	
ortamında büy	rütülmüş NiO SEM görüntüsü (x100.000)	81
Şekil 4.29. Silisyum üzeri	ne sıçratma (RF magnetron sputtering) tekniği ile	
%6,4 $O_2$ ortan	nında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x40.000)	81
Şekil 4.30. Silisyum üzeri	ne sıçratma (RF magnetron sputtering) tekniği ile	
%6,4 $O_2$ ortan	nında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x20.000)	82
Şekil 4.31. Silisyum üzeri	ne RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O2	
ortamında büy	ütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)	82
Şekil 4.32. Silisyum üzeri	ne RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 O2	
ortamında büy	ütülmüş NiO SEM görüntüsü (x50.000)	83
Şekil 4.33. Silisyum üzeri	ne RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 $O_2$	
ortamında büy	rütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)	83
Şekil 4.34. Cam üzerine k	imyasal püskürtme tekniği ile büyütülmüş Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
(demir III oksi	it) SEM görüntüsü (x5.000)	84
Şekil 4.35. Cam üzerine k	imyasal püskürtme tekniği ile büyütülmüş Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
(demir III oksi	it) SEM görüntüsü (x40.000)	85
Şekil 4.36. Cam üzerine R	RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 $O_2$	
ortamında büy	rütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü	85
Şekil 4.37. Cam üzerine R	RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O <sub>2</sub>	
ortamında büy	yütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü	86

Şekil 4.38. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O <sub>2</sub>	
ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü 8	6
Şekil 4.39. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü 8	7
Şekil 4.40. Cam üzerine RF magnetron sputteringtekniği ile %9,8 O <sub>2</sub>	
ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü 8	7
Şekil 4.41. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 $O_2$	
ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü 8	8
Şekil 4.42. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü 8	8
Şekil 4.43. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü 8	9
Şekil 4.44. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü 8	9
Şekil 4.45. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 $O_2$	
ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü9	0
Şekil 4.46. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 $O_2$	
ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü9	0
Şekil 4.47. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 $O_2$	
ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü9	1
tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$ ince filmlerine ait $\alpha^2$ -Enerji grafiği	5
Şekil 4.48. Farklı oksijen kısmi basınçlarında RF magnetron sputtering	
tekniği ile büyütülmüş NiO ince filmlerinin kontak I-V karakteristikleri 9	4
Şekil 4.49. %5,56 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering	
tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$ ince filmlerine ait $\alpha^2$ -Enerji grafiği	6
Şekil 4.50. %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile	
elde edilen NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ince filmlerine ait $\alpha^2$ -Enerji grafiği	6
Şekil 4.51. %12,83 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering	
tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$ ince filmlerine ait $\alpha^2$ -Enerji grafiği	6
Şekil 4.52. %5,56, 8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron	
sputtering tekniği ile elde edilen NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ince filmlerinin $\alpha^2$ -Enerji	
grafikleri	7

Şekil 4.66. %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron
tekniği ile elde edilen $ m NiCr_2O_4$ ince filmlerinin Raman değişimi ile
referans cam Raman değişim grafiklerinin karşılaştırılması 107
Şekil 4.67. %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron
tekniği ile elde edilen NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ince filmlerinin Raman değişim
grafikleri108
Şekil 4.68. Si taban üzerine %5,56 oksijen basıncı altında RF magnetron
sputtering tekniği ile elde edilen NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ince filmlerine ait Raman
değişimi
Şekil 4.69. Si taban üzerine %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering
tekniği ile elde edilen $NiCr_2O_4$ ince filmlerine ait Raman değişimi 109
Şekil 4.70. Si taban üzerine %12,83 oksijen basıncı altında RF magnetron
sputtering tekniği ile elde edilen NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ince filmlerine ait Raman
değişimi110
Şekil 4.71. Si taban üzerine farklı oksijen %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen
basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen üç ayrı
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ince filmi ile referans silisyum yarıiletkenine ait Raman
değişim grafikleri110
Şekil 4.72. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %5,56 O <sub>2</sub>
ortamında büyütülmüş NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> SEM görüntüsü, ( <b>a</b> ) x50.000,
( <b>b</b> ) x100.000, ( <b>c</b> ) x200.000, ( <b>d</b> ) x400.000, ( <b>e</b> ) x600.000112
Şekil 4.73. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19 $O_2$
ortamında büyütülmüş NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> SEM görüntüsü, ( <b>a</b> ) x50.000,
<b>(b)</b> x100.000, <b>(c)</b> x200.000, <b>(d)</b> x400.000, <b>(e)</b> x600.000113
Şekil 4.74. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83 O <sub>2</sub>
ortamında büyütülmüş NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> SEM görüntüsü, ( <b>a</b> ) x50.000,
<b>(b)</b> x100.000, <b>(c)</b> x200.000, <b>(d)</b> x300.000114
Şekil 4.75. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile $\%5,56$ O <sub>2</sub>
ortamında büyütülmüş Ni $Cr_2O_4$ SEM görüntüsü, ( <b>a</b> ) x30.000,
<b>(b)</b> x50.000, <b>(c)</b> x80.000, <b>(d)</b> x100.000, <b>(e)</b> x200.000115

Şekil 4.76. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile $%8,19 \text{ O}_2$
ortamında büyütülmüş Ni $Cr_2O_4$ SEM görüntüsü, (a) x50.000,
( <b>b</b> ) x100.000, ( <b>c</b> ) x200.000, ( <b>d</b> ) x400.000, ( <b>e</b> ) x800.000,
( <b>f</b> ) x1.000.000117
Şekil 4.77. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83 $O_2$
ortamında büyütülmüş NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> SEM görüntüsü, ( <b>a</b> ) x50.000,
( <b>b</b> ) x100.000, ( <b>c</b> ) x200.000, ( <b>d</b> ) x400.000, ( <b>e</b> ) x600.000,
( <b>f</b> ) x800.000, ( <b>g</b> ) x1.000.000
Şekil 4.78. Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile $\%5,56 \text{ O}_2$
ortamında büyütülmüş 2D NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> AFM görüntüsü119
Şekil 4.79. Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile $\%5,56$ O <sub>2</sub>
ortamında büyütülmüş 3D NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> AFM görüntüsü
Şekil 4.80. Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19 $O_2$
ortamında büyütülmüş 2D NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> AFM görüntüsü
Şekil 4.81. Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19 $O_2$
ortamında büyütülmüş 3D NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> AFM görüntüsü
Şekil 4.82. Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83
O2 ortamında büyütülmüş 2D NiCr2O4 AFM görüntüsü 122
Şekil 4.83. Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83
O2 ortamında büyütülmüş 3D NiCr2O4 AFM görüntüsü 122
Şekil 4.84. Silisyum taban üzerine %5,56 O2 ortamında RF magnetron
sputtering tekniği ile büyütülmüş 2D NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> AFM görüntüsü
Şekil 4.85. Silisyum taban üzerine %5,56 O2 ortamında RF magnetron
sputtering tekniği ile büyütülmüş 3D NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> AFM görüntüsü
Şekil 4.86. Silisyum taban üzerine sıçratma RF magnetron sputtering tekniği ile
%8,19 O2 ortamında büyütülmüş 2D NiCr2O4 AFM görüntüsü124
Şekil 4.87. Silisyum taban üzerine sıçratma RF magnetron sputtering tekniği ile
%8,19 O <sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> AFM görüntüsü 125
Şekil 4.88. Silisyum taban üzerine sıçratma RF magnetron sputtering tekniği ile
%12,83 O <sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D Ni $Cr_2O_4$ AFM görüntüsü 125
Şekil 4.89. Saf Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve üzerine NiO büyütülmüş ince filmlerinin XRD grafikleri 127

Şekil 4.90. Al (alüminyum) katkılı $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve üzerine NiO büyütülmüş ince
filmlerinin XRD grafikleri127
Şekil 4.91. Cd (kadmiyum) katkılı $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve üzerine NiO büyütülmüş ince
filmlerinin XRD grafikleri128
Şekil 4.92. Ga (Galyum) katkılı $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ve üzerine NiO büyütülmüş ince
filmlerinin XRD grafikleri128
Şekil 4.93. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş demir III oksit ince
filmlerinin SEM görüntüleri130
Şekil 4.94. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş demir III oksit üzerine
NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri131
Şekil 4.95. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Al katkılı demir III oksit
ince filmlerinin SEM görüntüleri132
Şekil 4.96. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Al katkılı demir III oksit
üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri133
Şekil 4.97. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Cd katkılı demir III oksit
ince filmlerin SEM görüntüleri134
Şekil 4.98. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Cd katkılı demir III oksit
üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri135
Şekil 4.99. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Ga katkılı demir III oksit
ince filmlerin SEM görüntüleri136
Şekil 4.100. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Ga katkılı demir III oksit
üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri137
Şekil 4.101. Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf
demir III oksit ince filmlerin 2D AFM görüntüsü
Şekil 4.102. Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf
demir III oksit ince filmlerin 3D AFM görüntüsü
Şekil 4.103. Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf
demir III oksit üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin 2D AFM
görüntüsü139
Şekil 4.104. Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf
demir III oksit üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin 3D AFM
görüntüsü139

Şekil 4.105. (	Cam taban üzerine Al katkılanarak kimyasal püskürtme	
	yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 2D AFM	
	görüntüsü	. 140
Şekil 4.106. (	Cam taban üzerine Al katkılanarak kimyasal püskürtme	
	yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 3D AFM	
	görüntüsü	.141
Şekil 4.107. (	Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen	
	Al katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen ince filmlerin	
	2D AFM görüntüsü	. 142
Şekil 4.108.	Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen	
	Al katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen ince filmlerin	
	3D AFM görüntüsü	. 142
Şekil 4.109. (	Cam taban üzerine Cd katkılanarak kimyasal püskürtme	
	yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 2D AFM	
	görüntüsü	. 143
Şekil 4.110.	Cam taban üzerine Cd katkılanarak kimyasal püskürtme	
	yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 3D AFM	
	görüntüsü	.144
Şekil 4.111. (	Cam taban üzerine Cd katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen	
	ince filmlerin 2D AFM görüntüsü	. 145
Şekil 4.112. (	Cam taban üzerine Cd katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen	
	ince filmlerin 3D AFM görüntüsü	. 145
Şekil 4.113. (	Cam taban üzerine Ga katkılanarak kimyasal püskürtme	
	yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 2D AFM	
	görüntüsü	.146
Şekil 4.114. (	Cam taban üzerine Ga katkılanarak kimyasal püskürtme	
	yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 3D AFM	
	görüntüsü	.146
Şekil 4.115. (	Cam taban üzerine Ga katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen	
	ince filmlerin 2D AFM görüntüsü	. 147
Şekil 4.116.	Cam taban üzerine Ga katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen	
	ince filmlerin 3D AFM görüntüsü	. 148

Şekil 4.117.	Farklı oksjen gazı ortamında RF magnetron sputtering (sıçratma)	
	tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerine ait gaz sensör özellikleri	151
Şekil 4.118.	Farklı oksjen gazı ortamında RF magnetron sputtering (sıçratma)	
	tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerine ait % sensör cevabı	
	(tepkisi) değişimi	152



# ÇİZELGELER DİZİNİ

### 1. GİRİŞ

Oksit tabanlı yarıiletkenler p-n eklem diyotlardan güneş pillerine, gaz sensörlerinden elektroniğin pek çok alanında sıkça kullanılan yaygın malzemelerdir. Çalışmalarımızda, RF Magnetron Sputtering tekniği ile farklı O<sub>2</sub> ortamlarında (%2,4, %6,4 ve %9,8 O<sub>2</sub>) nikel oksit (NiO), püskürtme yöntemi kullanılarak da saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ile Al, Cd ve Ga katkılı demir III oksit ince filmleri büyütüldü ve aynı filmler üzerine RF magnetron sputtering yöntemi kullanılarak % 8,19 O<sub>2</sub> basıncı altında NiO ince filmler büyütüldü. Bu büyütme işlemlerinin ardından filmlere ait soğurma, X-ışını difraksiyonu (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ölçümleri yardımıyla yapısal ve yüzeysel özellikler incelendi. RF magnetron sputtering yöntemi ile elde edilen NiO ince filmlerinde değişik oksijen kısmi basıncının XRD, SEM ve AFM gibi özellikler üzerine olan etkisi araştırıldı. Ayrıca elde edilen NiO yarıiletken ince filmlerinin oda sıcaklığında I-V ölçümleri alındı. Bunun yanı sıra NiO, NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ve NiO/ $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yapılarının oda sıcaklığında Hall ölçüm sonuçları elde edildi.

Daha sonraki çalışmalarımızda RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak, farklı O<sub>2</sub> basınçlarında (%5,56, %8,19 ve %12,83 O<sub>2</sub>) NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> üçlü bileşik ince filmler büyütüldükten sonra tüm ince filmlerin XRD, SEM ve AFM ölçümleri yardımıyla yapısal ve yüzeysel, özellikleri incelendi. Daha sonra, aynı ince filmlerin optik, elektriksel ve Raman değişim ölçümleri yapılıp, ölçümler sonucunda filmlerin optik, elektriksel karakteristiklerinin nasıl değiştiği belirlendi.

Çalışmaların son aşamasında ise, RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği kullanılarak farklı oksijen basınçlarında büyütülen NiO ince filmlerinin gaz sensör özellikleri çalışıldı ve en uygun gaz sensörleri belirlendi. Literatürde NiO ve NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerin özellikleriyle ilgili olarak yapılan çalışmalar göz önüne alındığında, büyütme sırasında büyütme parametrelerinin değiştirilmesi, ince filmlerin yapısal ve elektriksel karakteristikleri ile gaz sensörü özelliklerinde ne gibi değişimler meydana getirdiği, aşağıdaki çalışmalarda verilmiştir.

A. Karpinski et. al. (2011), yaptıkları çalısmada NiO ince filmlerinin polikristal yapıda ve p-tipi taşıyıcı konsantrasyonuna sahip olduğunu ortaya koydular. A. Karpinski ve arkadaşları yaptıkları çalışmada; NiO ince filmlerini, 80 nm kalınlıklı Glass/SnO2:F (FTO) üzerine DC Magnetron Sputtering tekniği ile, saf nikel kullanarak Ar-O<sub>2</sub> ortamında büyüttüler. Ortam basıncı 3,10<sup>-3</sup> Torr olarak ayarlandı. Bu andaki akım 110 mA'de sabit tutuldu ve bütün işlemler yaklaşık olarak oda sıcaklığında yapıldı. Hedef ile büyütme yüzeyi arası mesafe 3 cm olarak ayarlandı. Sputter tekniği ile NiO ince filmlerinin büyütülmesinde düşük O2 ortamında kristal yapı dizilimi (111) yönelime sahipken, yüksek O<sub>2</sub> gaz ortamında yönelimin (200) ve (220) olduğunu tespit ettiler. Bununla birlikte aynı çalışmada elde ettikleri NiO ince filmlerinin yasak enerji aralıklarının 3,2 ile 3,8 eV arasında değişim gösterdiğini gözlemlediler. Film kalınlıkları 150 nm'den 250 nm'ye çıktığında yasak enerji aralığının da 3,81 eV'tan 3,94 eV'a yükseldiği, kalınlığın 350 nm olduğu durumda yasak enerji aralığının azalarak 3,82 eV'a düştüğü, kalınlığın 550 nm olduğu durumda yasak enerji aralığının tekrar yükselerek 4,27 eV olduğu gözlemlendi. Böylece film kalınlığının yasak enerji aralığında meydana getirmiş olduğu değişimi ortaya koydular.

Benzer bir çalışmayı, Romero et al. (2010) ve arkadaşları, kimyasal depozisyon tekniği ile büyüttükleri NiO ince filmlerinin yasak enerji aralığının tespiti için yaptılar ve ince filmlerin yasak enerji aralığını 4,3 eV olarak rapor ettiler.

Buna benzer başka bir çalışmayı Sanovane et. al. (2010) ve arkadaşları, elektrodepozisyon tekniği ile büyüttükleri NiO ince filmlerinin yasak enerji aralığının tespiti için yaptılar ve ince filmlerin yasak enerji aralığının 3,2 eV gibi daha düşük bir değerde olduğunu gösterdiler.

A. Mallikarjuna et. al. (2010), yapmış oldukları çalışmada, sputter gücünün artması ile ince filmlerin geçirgenlik ve yasak enerji aralıklarında artışın olduğu, bunun yanı sıra belli sputter gücü değerlerinde ise (Örneğin; 175 W ve 200 W'ta) azalma olduğunu tespit ettiler. Bunun yanı sıra film kalınlıklarındaki artışla beraber XRD ölçümlerindeki pik şiddetinde sürekli bir artışın olduğu gözlendi. Aynı çalışmada, şeffaf ince film kaplı

p-tipi yarıiletkenlerin hol aktarımının (hol injection), kullanılan optoelektronik cihazlar için uygun malzemeler olduğunu tespit ettiler.

Mallikarjuna Reddy et. al. (2011), NiO ince filmlerini Corning 7059 cam taban üzerine büyüttüler. Çeşitli büyütme zamanları ile 150 nm'den 550 nm'ye kadar farklı kalınlıklardaki ince filmler, kısmi oksijen basıncı, taban sıcaklığı, sabit sputter gücü ve basıncı gibi şartlar kontrol edilerek hazırlandı. A. Mallikarjuna et. al. (2011), yaptıkları çalışmada NiO yariiletken ince filmlerinin, kaya tuzu (NaCl) kristal yapısına sahip olduğunu tespit ettiler ve filmlerin örgü parametresini 0,4176 nm olarak elde ettiler. Aynı çalışmada, NiO yarıiletken ince filmlerinin, sensörler için işlevsel tabaka, pil katodu, gaz sensörleri, elektronik görüntü cihazları, temel güneş soğurucuları, foto elektroliz gibi alanlarda antiferromanyetik olarak kullanım için cazip bir materyal olduğunu tespit ettiler. Bunun yanı sıra hazırlanan ince filmlerin özelliklerinin başlıca; taban sıcaklığı, kısmi oksijen basıncı, sputter gücü ve basıncı, uygulanan taban voltajı ve film kalınlığı gibi büyütme parametrelerine önemli ölçüde bağlı olduğunu gösterdiler. Çalışmanın başka bir aşamasında ise farklı kalınlıklardaki NiO ince filmlerinin XRD görüntülerini elde ettiler. Büyütülen NiO ince filmlerinin polikristal ve kübik yapıya sahip olduklarını gösterdiler. 150 nm kalınlığa sahip ince filmlerin (200) yönelimine sahip olduklarını gözlemlediler. Film kalınlığı artırılarak 250 nm yapıldığında pik şiddetinin ve pik genişliğinin Full Width Half Maksimum (FWHM) azaldığını gördüler. Film kalınlığı 350 nm yapıldığında yönelimin (200)'dan (220)'ye değiştiğini, 450 nm film kalınlığındaki filmlerde ise yönelimin tekrar (200) olduğunu rapor ettiler. Bunun yanı sıra film kalınlığı ve pik yoğunluğunun arttığı, fakat pik genişliğinin (FWHM) keskin bir şekilde azaldığı görüldü. Filmlerin bu yöneliminin, taban malzeme üzerindeki kümeleşme (tortu) ve atomların mobilitelerine bağlı olduğunu ortaya koydular.

NiO, kimyasal sensörler için işlevsel sensör ve elektronik kaynaklar için kullanılan, ptipi taşıyıcıya sahip, şeffaf anti ferromanyetik tabaka olarak kullanım için uygun materyaldir (I. Hotovy et al.1998). Hacimsel numunelerde NiO, NaCl gibi kübik yapıya sahip olup, I. Hotovy et. al. 1998, elde ettikleri NiO filmlerinin örgü parametresini 0,4195 nm olarak belirlediler. Arastırmada NiO, bir bosluk tipi tasıyıcıya model olarak düşünüldü. Sputtering (sıçratma) ve kimyasal buharlaştırma gibi değişik tekniklerle üretilen bu film tabakaları dayanıklı, elektriksel ve optik özellikleri oldukça iyidir. Yine de parametreler üzerine film kalınlığının etkisi hakkında az şey bilinmektedir. I. Hotovy ve arkadaşları gaz karışımı içerisinde oksijen gaz içeriğinin filmler üzerine etkilerini rapor ettiler. I. Hotovy et. al. (1998), NiO ince filmlerini, çapı 101,2 mm, kalınlığı 3 mm ve saflık derecesi % 99,9 olan bir Ni hedeften, oksijen ve argon karışımında, ısıl işleme tabii tutulmamış Si taban üzerine büyüttüler. Sputter gücü ise 600 W olarak belirlendi. Hem argon hem de oksijen akış hızı, akış kontrol elemanlarıyla kontrol altına alındı.  $P(O_2)/P(O_2+Ar)$  basınç oranı %10'dan %50'ye kadar değişen farklı değerler olarak belirlendi. Yine aynı çalışmada film kalınlığı ve büyütme oranı, alt ve üst sınır olarak dakikada 100-150 nm ve 18-30 nm olarak alındı. I. Hotovy et. al. (1998), tarafından üretilen NiO ince filmlerinde umulduğu gibi büyüme miktarı, giriş gücünün artmasıyla artarken, oksijen oranının artmasıyla büyümenin azaldığı gözlendi. Oksijen oranı %50'ye doğru adımlar halinde artırıldığında, büyüme oranında bir azalma meydana geldi, düşük oksit veriminden dolayı hedef yüzeyindeki oksidasyonun, aynı zamanda büyüme oranını azalttığı gözlendi. Çalışmada daha sonra değişik oksijen oranları içeren (%10, %20, %30) ortamlarda XRD ölçüleri aldılar ve elde ettikleri NiO ince filmlerinin amorf ve polikristal yapıya sahip olduklarını gösterdiler. %10 oksijen içeren gaz karışımında üretilen filmlerin amorf yapıya sahip olduklarını, %20 ve %30 oksijen içeren (111) yapıdaki diğer NiO numunelerdeki örgü yüzeyinden ise zayıf kırınım gözlediler. I. Hotovy (1998) ve arkadaşlarının elde ettikleri numunelerin analizleri ayrıca Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) görüntülerini elde ettiler. NiO ince filmlerinin yüzeylerinin pürüzsüz ve yoğun olduğunu gözlediler. Bu görüntülerde taneciklerin, dışarı çıkmış doğrultularda yükseldiğini gözlemlediler. Literatürde NiO ince filmlerin örgü parametresinin standart değeri 0,419 nm iken I. Hotovy (1998) ve arkadaşları bu değeri 0,4167 nm olarak hesapladılar. Gaz karışımındaki oksijen oranının artarak %30 olduğu durumda ince filmin tanecik ebadı yaklaşık 4-10 nm olan homojen polikristal hale geldiği gözlendi. Bu büyüklüğün, oksijen oranı %10 olan filmin büyütülmesindekiyle aynı olduğunu fakat %10 olan oksijen ortamında tanecik yoğunluğunun daha fazla olduğunu tespit ettiler. Aynı çalışmada, NiO filmlerinin elektriksel özelliklerinin; sputter gazı (Ar+O2)'deki oksijen miktarına bağlı olduğunu

ispatladılar. Saf Ar ortamında üretilen ince filmlerin metal renginde ve dirençlerinin yaklaşık  $10^{-4}\Omega$ .cm olduğunu gösterdiler. Gaz karışımına oksijen eklenmesiyle birlikte filmlerin dirençlerinde hızlı bir artış ve renklerinde de bir değişim gözlemlediler. Gaz karışımında oksijen içeriğinin %10 olduğu ortamda büyütülen filmlerin direnç değerinin, saf NiO ince filmdeki değerinden  $10^6$  kat daha fazla olduğunu gösterdiler. Diğer yandan gaz karışımındaki oksijen değerinin %10'dan fazla olduğu büyütme ortamında hazırlanan ince filmlerin dirençlerinde ise hızlı bir azalma olduğunu belirlediler. Bu ani azalmayı ise amorf yapıdan polikristal yapıya geçiş olarak kabul ettiler. Bu ölçüm sonuçları ile, Sato et. al. (1993) ve arkadaşları tarafından yayınlanan soğuk taban üzerine NiO ince filmleri büyütmede aldıkları sonuçlar uyum içindedir. Çalışmada son olarak; gaz karışımında değişik oksijen içerikleri ve farklı metalik Ni hedef malzemesi kullanarak, farklı NiO filmlerinin optik ve elektriksel özelliklerini gösterdiler. Nikel hedefin oksijen kaplı basit bir modelini kullanarak katkı oranını hesapladılar. Gaz karışımındaki oksijenin artışı ile birikme oranın dakikada %30'dan %18'e azaldığını ve numunelerin amorf yapıdan polikristal yapıya değiştiğini gözlemlediler. Yine araştırmalarında gaz karışımındaki oksijen içeriği %30'dan %50'ye çıktığı zaman direnci, en düşük değeri olan 160 Ω.cm'ye ve yapıyı amorf yapıdan polikristal fcc (yüzey merkezli kübük) faza değiştirdiğini gösterdiler.

Sato et. al. (2012), DC alan sıçratma tekniğini kullanarak %20 oksijen içeren gaz karışımında elde ettikleri (200) ve (111) örgü sabitlerine sahip NiO ince filmlerinden iki zayıf kırınım elde ettiler. Taban sıcaklığının 150 <sup>o</sup>C ve daha fazla olduğu bir ortamda NiO ince filmlerinin iyi bir kristal özellik gösterdiğini ve filmlerin (100) büyüme yöneliminde olduğunu gözlemlediler.

Kumagai et. al. (2005) ise yaptıkları çalışmada, kontrollü bir büyüme ile hazırlanan NiO ince filmlerinin ard arda yüzey kimyasal reaksiyonları ile amorf özellik gösterdiklerini ortaya koydular. Bütün bu sonuçlar, NiO ince film yapılarının gaz karışımındaki oksijen içeriğine ve büyütme metoduna bağlı olduğunu ortaya koydu. Elektriksel özellik olarak; katkılanmamış NiO filmlerdeki elektriksel direncin, çizgisel kusurlar ve nikel boşlukları gibi NiO kristalinde var olan mikro boyuttaki yapısal kusurlara güçlü bir şekilde bağlı olduğunu tespit ettiler. Çalışmada, NiO ince filmlerinin elektriksel özelliklerini, büyük ölçüde film kalınlığının belirlediğini ortaya koydular. Hall mobilite ölçümleri, bu filmlerin p- tipi taşıyıcıya sahip olduğunu gösterdi. Yapılan deney sonucunda 150 nm kalınlığındaki ince filmlerin özdirenci 38,10  $\Omega$ .cm, 350 nm kalınlığındaki ince filmlerin özdirenci 5,10  $\Omega$ .cm olarak minimum değerini alırken, 550 nm kalınlığındaki ince filmlerin özdirencinin keskin bir şekilde artarak 41,95  $\Omega$ .cm değerine ulaştığı gözlendi. Genelde filmlerin özdirencinde, elektron saçılma mekanizmalarının üç türünün etkili olduğunu, bunların; fonon ve nokta kusurlarının kombinasyonundan dolayı meydana gelen izotropik arka plan (background) saçılma, yüzey dışı saçılma ve tanecik sınırlarından saçılmalar olduğunu tespit ettiler. Sonuçta, film kalınlıklarının artması, tanecik sınırlarından saçılmaya katkıda bulunduğundan dolayı özdirençte değişimlerin meydana geleceğini ortaya koydular.

T.C. Peng et al. (2011), NiO ince filmlerini, n-tipi (111) silisyum malzeme üzerine büyüttüler. Büyütme esnasında hedef ile taban malzeme arasındaki mesafeyi 150 mm, sputter gücünü 120 W ve büyütme süresini ise 2 saat olarak belirlediler. Oksijen ile argon çıkış oranlarını (O<sub>2</sub>/Ar) 1/4, 1/2 ve 1/1 oranında ayarladılar ve NiO ince filmlerinin yasak enerji aralıklarını 1,5-5,0 eV arasında elde ettiler. Numuneleri 0,78 Pa toplam ortam basıncında oksijen/argon, 1/4, 1/2 ve 1/1 şeklinde farklı oranlarda büyütülerek #1-3 şeklinde numaralandırdılar. Sıçratma (sputter) tekniğinde oksijen akışı ile argon akışı arasındaki oranın 1/4 ve 1/2 olduğu durumda, nikelce zengin NiO filmlerini elde ettiler. Gaz karışımındaki oksijen miktarının artması ile filmlerin yüzeylerindeki pürüzlükte bir azalma, film kalınlıklarında bir düşüşün meydana geldiği görüldü. Bunun yanı sıra NiO ince filmlerinin endirekt bant yasak enerjisi, direkt bant yasak enerjisi, kırılma indisi (n) ve tükenim (sönme) katsayısı (k) değerlerinin, oksijen gaz basıncı etkisine önemli ölçüde bağlı olduğunu gözlemlediler. Numune yüzeyinde nikel birikiminin, NiO filmlerinde (n) ve (k) değerlerinde bir artışa sebep olduğunu tespit ettiler. Bu teknikte oksijen ve argon oranlarının 1/4, 1/2 ve 1/1 olduğu durumda büyütülen ince filmlerin direkt yasak enerji değerlerini sırasıyla 4,10, 3,03 ve 3,05 eV olarak ölçtüler. Gaz karışımında oksijen basıncının, bu numunelerde hem direkt hem de endirekt bant enerjisini etkilediğini, ayrıca nikelce zengin NiO ve saf NiO ince film

numunelerinin, hem önemli, hem de devam eden çalışmalarda farklı dirence sahip anahtarlama elemanları olarak geniş bir kullanım alanına sahip olduğunu rapor ettiler. Spektroskopik elipsometri analizleri sonucunda ise, bu numunelerin gelecekteki araştırmalarda ihtiyaç duyulan cihaz teknolojisi için bazı önemli bilgiler sağladığını ortaya koydular.

K. Y. Cheong et al. (2012), sputter tekniği kullanarak yaptıkları çalışmada kullandıkları gaz oranlarındaki değişimin, p-tipi NiO ince filmleri üzerinde yapısal, elektriksel ve optik özelliklere etkisini araştırdılar. Ar:O<sub>2</sub> gaz oranını 2:1'den 1:2 oranına değiştirdikleri zaman ince filmlerin (200) yapıya sahip olduklarını gözlemlediler. Bununla birlikte yapılan çalışmada, ortamda argon ve oksijen gazının yanı sıra N2 (nitrojen) gazı kullanarak büyütülen NiO ince filmlerinin yapısal özelliklerini incelediler. Farklı tip NiO oksit ince filmleri, literatürde uygulaması fazla olmayan N2 gazı ile katkıladıklarında film yapılarında farklı davranışlar gözlemlediler. Büyütülen numunelerin XRD sonuçları, kalınlıkları, Van-der Pauw geometrisi ve Hall ölçüm sonuçlarını elde ettiler. Bazı numunelerin ise  $50^{\circ}$ ,  $60^{\circ}$  ve  $70^{\circ}$  giriş açılarında SEM görüntülerini elde ettiler. Ayrıca numunelerin geçirgenliklerini ölçtüler. Çalışmanın diğer bir aşamasında ise; önce farklı oranlarda Ar:O2 ortamındaki ince filmleri, daha sonra da Ar:O<sub>2</sub> (2:1) oranındaki gaz karışımına N<sub>2</sub> gazı ilave edilerek ve son olarak da yalnız Ar ortamına N<sub>2</sub> gazı ilave edilerek elde ettikleri ince filmlerin yapısal ve elektriksel özelliklerini incelediler. Bu sırada hem Ar:O2 ortamına hem de yalnız Ar ortamına N<sub>2</sub> gazının ilave edilmesi ile filmlerin büyüme hızlarındaki farklılıkları gözlemlediler. Bu incelemelere göre; Ar ve O2 gaz karışımında büyütülen filmler için örneğin; yalnız argon ortamında büyüme hızı 6,1 nm/dk. iken, Ar:O2 (2:1) ortamında bu büyüme hızının 1,8 nm/dk. değerine düştüğünü belirlediler. Buna göre büyüme hızının, oksijen gazının varlığına bağlı olarak değiştiğini (azaldığını) gösterdiler. Bununla birlikte Ar:O<sub>2</sub> (2:1) ortamına N<sub>2</sub> gazının ilave edilmesi ile büyüme hızı 1,8 nm/dk.'den 2,6 nm/dk. değerine çıkmasına rağmen, yalnız Ar ortamına N<sub>2</sub> gazının eklenmesi ile büyüme hızında 6,1 nm/dk.'dan 4,4 nm/dk. değerine doğru bir azalmanın olduğunu kaydettiler. XRD ölçüm sonuçları ile belirlenen bu farklı N2 gaz oranlarına göre büyüme hızındaki değişimi, N<sub>2</sub> gazının numuneler üzerinde farklı büyüme mekanizması oluşturduğu şeklinde yorumladılar. Ar:O2 ortamında büyütülen numunelerde O2 akış hızının artmasının, taşıyıcı konsantrasyonunda bir artışa neden olduğunu ve mobilitede ise bir azalmaya neden olduğunu, ayrıca yüksek taşıyıcı konsantrasyonu nedeniyle de yapının direncinde azalma meydana geldiğini tespit ettiler. Yüksek taşıyıcı konsantrasyonuna sahip olan numunelerde yapısal özelliğin mobilite üzerine etkisi çok az olduğu için mobilitedeki bu azalışın, iyonize olmuş kirlilik atomlarından kaynaklanan saçılmalara bağlanabileceğini belirttiler. Yapılan çalışmada, yalnız Ar ve N2 ortamında büyütülen numunelerin taşıyıcı konsantrasyonu ve mobiliteleri hakkında elde edilen veriler çok dağınık ve gerçekçi olmadığı için bu konuda net bir sonuç elde edilememiştir. Yapılan çalışmada bu gerçekçi olmayan verilerin, numunelerdeki yüksek özdirençten kaynaklı olduğu belirtildi. Ar:O<sub>2</sub> (2:1) ortamına N<sub>2</sub> gazının ilave edilmesi ile birlikte filmlerin direnç değerinin düşme eğiliminde olduğunu, diğer taraftan yalnız Ar ortamına N<sub>2</sub> gazının ilave edilmesi ile de dirençte oldukça fazla bir düşüşün olduğunu gözlemlediler. Bu veriler bize, NiO filmlerin büyütülmesinde N2 gazının etkili bir büyütme gazı olmadığını göstermektedir. Soğurma ölçümleri sonucu NiO ince filmlerinin direkt bant geçişli olduğunu gözlediler. Büyütme ortamındaki Ar:O2 oranının 2:1'den 1:2 oranına değiştiği zaman numunelerin geçirgenliklerinin %58,4'den %45,5'e düştüğünü, yasak enerji aralıklarının 3,5 eV'den 3,3 eV'ye azaldığı gözlendi. Ar:O<sub>2</sub> (2:1) ortamına N<sub>2</sub> gazı ilave edildiğinde ise; görünür bölgedeki dalga boylarında geçirgenliğin %58,4'den %71,3'e yükseldiğini, bunun yanı sıra yasak enerji aralığının da 3,5 eV'den 3,6 eV'ye çıktığını belirlediler. Ayrıca, yalnız Ar gazı ortamına N2 gazının eklenmesi ile yine görünür dalga boyu bölgesinde geçirgenliğin %69,3'den %54,8'e ve %56'ya, yasak enerji aralığının ise 3,7 eV'dan 3,5 eV'ye düştüğü gözlendi. Sonuç olarak araştırmada; büyütülen NiO ince filmlerin, ortamdaki gaz karışımına bağlı olarak örgü parametrelerinin hem (200) hem de (111) yapıda olabildikleri, ortamdaki gaz karışım oranlarına bağlı olarak yine taşıyıcı konsantrasyonunda, taşıyıcı mobilitelerinde ve yasak enerji aralıklarında değişimlerin gözlemlendiğini bildirdiler. Ar:O<sub>2</sub> gaz oranlarının (2:1)'den (1:2)'ye değişmesi ile NiO (200) yapıdaki filmlerin yoğunluk-2 $\theta$  değerinde bir düşüş saptandı. Aynı ortama 0-2 sccm arasında değişen miktarlarda N<sub>2</sub> gazının ilave edilmesi ile birlikte zayıf (111) yapıya sahip NiO piklerinin kaybolarak (200) piklerinin oldukça kuvvetli biçimde oluştuğu gözlendi. Yine, yalnız Ar gazı ortamına (0, 1 ve 2 sccm) N<sub>2</sub> gazının eklenmesi ile güçlü (111) yapıdaki NiO filmlerinin piklerinde azalma gözlenirken (200) NiO piklerinde nispeten bir artışın olduğu görüldü.

N. Saito et. al. (2012), supetter tekniği ile NiO ve Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1:1 oranında) kompozit hedef kullanarak 0,3 ve 0,6 µm kalınlığında Ni-Cr Oksit ince filmleri elde ettiler. Toplam sputter gazı içerisindeki oksijen gaz basıncı oranının (R), ince filmler üzerindeki yapısal ve elektriksel etkilerini incelediler. R oranının artması ile birlikte ince filmlerin direncinin azaldığını gözlemlediler. Yapılan deneyler sonucunda; direncin sıcaklık ile ilişkisinden, kızılötesi sensörlerde termistör sabitinin (B) elde edildiğini gösterdiler. Termistör sabitinin toplam gaz içerisindeki oksijen gazı oranı (R) ile artış eğiliminde olduğunu gözlemlediler. Nispeten düşük direnç ve yüksek termistör sabiti B'nin, yaklaşık olarak oksijen oranının R%8 olduğu durumda elde edildiğini gördüler. Yapılan çalışmada başlangıçta oksijen gaz basıncı %50'ye çıkarıldı. R=%11 ve R>%11 arasında gözle görülür bir farkın olmadığı gözlendi. Bununla beraber numunelerde yapısal ve elektriksel özelliklere etki eden R oranının %0-11 arasında olduğu belirlendi. Küçük bir bakır blok kullanılarak her bir elektrotun kenarı kaplandı. İki elektrotun kenarına farklı sıcaklıklar uygulanmak için bakır bloklar arasına küçük bir ısıtıcı düzeneği kuruldu. Her bir bakır bloğun sıcaklığı -15, +15 °C arasında artan sıcaklıklarda, 30 °C'den 227 °C'ye kadar farklı sıcaklıklar uygulandı ve eş zamanlı olarak filmlerin direnci ölçüldü. X-Ray kırınım ölçümleri sonucu filmlerin kristal yapıda oldukları, bu kristal yapıda, ortamda bulunan oksijenin gaz basıncına bağlı olarak değişiklik meydana geldiği gözlendi. Kristal yapıya sahip olan numunelerin  $2\theta=23^{0}$ 'de pik verdiği görüldü. R=0 oksijen basıncı altında  $2\theta=43,3^{\circ}$ 'de pik gözlenirken,  $2\theta=63^{\circ}$ de zayıf pik elde edildi. Ayrıca bu ölcümler sonucunda NiO (200) veya NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (400) düzlemleri belirlendi. NiO (200) kırınım açısının yaklaşık  $43,27^{\circ}$  ve NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (400) için  $43,36^{\circ}$  olduğu gözlemlendi. Daha sonraki pikin NiO (220) veya NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (440) kristallerine ait olduğunu, NiO (220) için kırılma açısının  $62,91^{\circ}$  ve NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (440) için ise yaklaşık bu değerin  $63,04^{\circ}$  olduğunu ortaya koydular. En düşük oksijen gazı basıncı R=%2'de, kristallerin amorf özellik gösterdiği ve en düşük piklerin gözlendiği, bu piklerin ise  $2\theta = 43.3^{\circ}$  ve  $2\theta = 63^{\circ}$ , de meydana geldiği görüldü. Bununla birlikte R>%2 oksijen gaz basıncı ortamında ise, R=2'den farklı olarak, NiO (220) ve NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (440) tek kristal yapıya dönüştüğü

görüldü. Oksijen gaz basıncının artışı ile NiO (200) yapısından NiO (220)'ye, aynı şekilde NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (400)'den NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (440)'ye bir geçiş olduğu belirlendi. Aynı zamanda pik şiddetinin de oksijen gazı basıncına bağlı olduğu görüldü. Yüksek oksijen gaz basıncı altında büyütülen kristal yapının (220) yapıya sahip, bunun oksijen gaz basıncıyla kuvvetli bir ilişki içinde olduğu belirlendi. Bununla birlikte kırınım açısının yüksek olması Sherrer Formülü'ne göre ( $D = \frac{0.94 \lambda}{\Delta.Cos\theta}$ ), D tanecik büyüklüğünde bir artış meydana geldiği belirlendi. Burada  $\Delta$ =Meydana gelen pikin yarı maksimumdaki tam genişliğinin (FWHM) radyan değeri,  $\theta$ = Kırınım Açısı ve  $\lambda$ = Işığın Dalga Boyu. (220) yönelimine sahip kristallerde R=%5, %8 ve %11 oksijen gaz basıncı ortamında farklı tanecik boyutlarına sahip kristal yapılar elde edildi. Ayrıca yüksek oksijen basıncı ortamında büyütülen filmlerin kırınım açılarının da yüksek olduğu gözlemlendi. Bununla birlikte numunelerden alınan elektriksel ölçümler sonucunda; R oksijen basıncı oranının ve sıcaklığın artışı ile birlikte filmlerin direncinde bir azalmanın meydana geldiği gözlemlendi.

Laboratuvarda bizim yaptığımız çalışmalarımızın diğer bir bölümünde ise; değişik oksijen kısmi basınçlarında RF magnetron sputtering tekniği ile büyüttüğümüz NiO ince filmlerin yapısal analizlerini yaptıktan sonra, ince filmlerin gaz sensör özelliklerini inceledik. Yapılan incelemeler sonucunda elde edilen verilerin gayet iyi, birçok alanda olduğu gibi NiO ince filmlerin gaz sensörü uygulamalarında da rahatlıkla kullanılabilecek özellikte ve önemli bir malzeme olduğu sonucuna varıldı.

NiO'in gaz sensörü özellikleri ile ilgili olarak I. Hotovy et. al. (2002), Si taban malzeme üzerine, DC reaktif magnetron sputtering tekniğini kullanarak 100-150 nm kalınlıklarda NiO ince filmlerini elde ettiler. Filmlerin optik özelliklerinin yanı sıra SEM, AFM görüntülerini incelediler ve NiO ince filmlerinin gaz sensörü özelliklerini araştırdılar. Elde edilen NiO ince filmlerini önce 500  $^{0}$ C'de 2 saat boyunca tavladıktan sonra aynı filmlerin NO<sub>2</sub> ortamında gaz sensörü özelliklerini incelediler. Bunun için ortama, oda sıcaklığından başlayarak 400 $^{0}$ C'ye kadar farklı sıcaklıklarda ve 1, 2, 5, ve 10 ppm gibi farklı gaz miktarları uygulayarak gaz ortamında numuneden geçen I<sub>NO<sub>2</sub></sub> akım değerinin, hem kuru hava ortamındaki, hem de %50 nemli hava ortamındaki I<sub>0</sub> akım değerine

oranını belirlediler. NiO ince film gaz sensörünün NO2 gazına vermiş olduğu cevabın yaklaşık olarak 160°C'de iyi olduğu, bu sıcaklığın üzerinde, filmlerin NO2 gazına tepkisinin daha az olduğunu gördüler. Ayrıca yapılan çalışmada metal Al tabanlı yarıiletken ince filmlerinin gaza karşı vermiş olduğu cevabın, oksit tabanlı yarıiletken NiO filmlerinin cevabına göre daha yüksek olduğunu ortaya koydular. Metal tabanlı %40 O2 basıncı ortamında büyütülen NiO ince filmlerinin NO2 gazına karşı vermiş olduğu sensör cevabının, %20 O2 basıncı ortamında büyütülen NiO ince filmlerinin NO2 gazına karşı vermiş olduğu sensör cevabından daha iyi olduğunu gördüler. %40 O2 basıncı ortamında hem metal hem de oksit tabanlı ince filmlerin NO2 gazına vermiş oldukları sensör cevaplarının yaklaşık birbirine yakın ve en fazla değerde olduğunu gözlemlediler. Bunun yanı sıra Hotovy et. al. (2002), metal tabanlı ve oksit tabanlı ince filmlerin, kuru ve %50 nemli hava ortamındaki NO2 gazına vermiş olduğu sensör cevabını inceleyerek, ikisi arasında bir kıyaslama yaptılar. NO2 gazına karşı yüksek hassasiyet gösteren ve %40 O2 ortamında büyütülen metal tabanlı ve oksit tabanlı NiO ince filmlerinden, kuru hava ortamında metal tabanlı numunelerin gaza karşı göstermiş olduğu Igaz/Io değerinin yaklaşık olarak 1.45, oksit tabanlı NiO ince filmlerinin gaza karşı gösterdiği Igaz/Io değerinin 1.42 olduğunu gözlemlediler. Burada Igaz: Numune üzerine NO2 gazı uygulandığında numune üzerinden geçen akımı, I0: Ortamda NO2 gazı yok iken kuru hava veya %50 nemli hava ortamında numune üzerinden geçen akımı ifade etmektedir. I. Hotovy ve arkadaşları daha sonra aynı NiO ince filmlerini %50 nemli hava ortamında incelediklerinde, metal tabanlı ince filmlerin NO2 gazına vermiş olduğu sensör cevabının 2,60, oksit tabanlı ince filmlerin cevabının ise 2,30 olduğunu belirttiler. Bunun yanı sıra %60 oksijen ortamında büyütülen oksit tabanlı NiO ince filmlerinin NO<sub>2</sub> gazına verdikleri sensör cevabının ve sensör hassasiyetinin en iyi olduğunu, kuru hava ortamında Igaz/Io oranının yaklaşık 1,46, %50 nemli hava ortamında 2,40 ve NiO ince filmlerinin NO2 gazına karşı göstermiş oldukları hassasiyetin ise ±0,02 ppm olduğunu rapor ettiler. Çalışmanın son aşamasında ise; NiO gaz sensörlerinde su buharının ve nemli ortamın filmler üzerinde yapısal ve gaz sensörü özeliklerinde değişimler meydana getirdiğini, NiO ince filmlerinin gaz sensörü özelliklerini artırıcı yönde etki oluşturduğunu, bu etkilerin başka metal tabanlar üzerinde büyütülen NiO ince filmlerinde de incelenmesi gerektiği sonucunu ortaya koydular.

H. Steinebach et al. (2010), RF magnetron sputtering büyütme tekniğini kullanıp, farklı kalınlıklarda NiO ince filmlerini büyüterek elde ettikleri ince filmleri %80 N2 ve %20 O<sub>2</sub> ortamında 900 <sup>0</sup>C'de 5 saat tavlama işlemine tabii tuttular. Herhangi bir tavlama işlemine tabii tutulmayan NiO ince filmleri amorf yapıya sahip olmalarına rağmen, filmlerin tavlanması sonucu yapının çoğunluğunun polikristal yapıya kavuştuğu, XRD ölçümleri sonucu yapının, kübik (111)  $2\theta=37,28^{\circ}$  ve rhombohedral (101)  $2\theta=37,24^{\circ}$ olduğunu ortaya koydular. Çalışmada daha sonra aynı filmlerin gaz sensörü özelliklerini araştırdılar. İnce filmler üzerine 5000 ppm H<sub>2</sub> gazı uygulanarak NiO ince filmlerinin H<sub>2</sub> gazına karşı vermiş olduğu gaz sensör cevabını Gas Sensor Response (GSR) ifade ettiler. Buna göre GSR= $\frac{R_g-R_0}{R_0}$ x100 olduğunu belirttiler. Burada R<sub>g</sub>=NiO ince filmler üzerine H2 gazı uygulandığı durumda filmlerin gaza karşı göstermiş olduğu direnci, R0= Kuru hava ortamında filmlerin göstermiş olduğu direnci ifade etmektedir. Numuneleri, her biri 600 °C'de ve 30 dakikada 4 kez olmak üzere 5000 ppm H<sub>2</sub> gazına tabii tutarak ölçümler aldılar, daha sonra filmlerin 90 dakika boyunca %80 N2, %20 O2 olan yumuşak hava ortamında göstermiş olduğu tepkiyi gözlemlediler. NiO gibi p-tipi gaz sensörlerinde yumuşak (sentetik) hava (%80 N2 ve %20 O2) kullanıldığında NiO ile oksijen arasındaki etkileşmeden dolayı fazladan taşıyıcı hol konsantrasyonu meydana geldiği için numunenin direncinde bir azalma olduğunu belirttiler. Bunun yanı sıra numune yüzeyleri H<sub>2</sub> veya NH<sub>3</sub> gibi bir gaza tabi tutulduğunda ise ince film yüzeyinde meydana gelen reaksiyon sonucu oksijen ve elektronlar soğrularak NiO içerisine difüze olacağından ince filmlerin direncinde bir artışın meydana geleceğini vurguladılar. Sonuç olarak; NiO ince filmlerindeki hollerin sayısında bir azalma meydana geleceği için numunelerin direncinde bir artış gözlendiğini belirlediler. NiO ince filmlerinin gaz sensörü özellikleri incelenirken 300-350 °C çalışma sıcaklığı kullanılarak sıcaklığa bağlı çalışma mekanizmalarını incediler. Bununla birlikte çalışma sıcaklığının bir fonksiyonu olarak numunelerin seçicilik özelliklerini analiz ettiler. Yapılan deneylerde 50 nm kalınlığındaki tavlanmış NiO ince filmlerinin farklı sıcaklıklarda ve 5000 ppm H<sub>2</sub> gazı ortamında göstermiş olduğu gaz sensörü cevabı, 30 nm, 80 nm, ve 130 nm kalınlıklarındaki diğer ince film özelliklerinden daha iyi, direncinin ise daha düşük olduğunu gözlemlediler. Bunun nedeninin ise; 50 nm kalınlığındaki ince filmlerin yüksek taşıyıcı depolama özelliğinin olması şeklinde yorumladılar. Yapılan çalışmada  $\mathbf{R} = \rho \cdot \frac{l}{\Delta r \rho}$  ifadesini kullanarak ince filmlerinin dirençlerini tayin ettiler. Burada;  $\rho$ : İnce filmlerin özdirenci ( $\Omega$ .cm), R: Ölçülen direnç değeri ( $\Omega$ ), A: İnce filmlerin yüzey alanı (cm<sup>2</sup>), *l*: Her bir dijital elektrot arası uzunluk (mikrometre) ve n: Dijital elektrot sayısı (bu çalışma için n=10). 50 nm kalınlığındaki NiO ince filmlerinin gaz uygulanmadan önceki ilk direncini R<sub>0</sub>: 9265  $\Omega$  olarak ölçtükten sonra 600 <sup>0</sup>C'de ve 11 farklı H<sub>2</sub> gazı konsantrasyonunda numune direncinde meydana gelen değişiklikleri gözlemlediler. Örneğin; her bir H<sub>2</sub> gaz konsantrasyonun artışı ile doğru orantılı olarak direnç değerinde de bir yükselme olduğunu ve 9500 ppm H<sub>2</sub> gaz konsantrasyonunda direncin yükselerek  $560 \times 10^3 \Omega$  değerine ulaştığını gözlediler. Bu araştırmalardan sonra yüksek sıcaklıklarda NiO ince filmlerinin, hem 500 ppm H<sub>2</sub> gazı ortamında hem de özel gazlar olarak adlandırılan 50 ppm NO<sub>x</sub>, 150 ppm NH<sub>3</sub>, 1100 ppm CO<sub>2</sub> gazları kullanılarak gaz seçicilik faktörlerini: Seçicilik Faktörü(%)= $\left(1 - \left|\frac{GSR_{mix} - GSR_{H_2}}{GSR_{H_2}}\right|\right) x100$  ifadesi ile belirlediler. Burada GSR<sub>H2</sub>: H2 gazı uygulandığında gaz sensörünün cevabı, GSR<sub>mix</sub> : Özel gaz karışımında gaz sensörünün vermiş olduğu sensör cevabıdır. 500°C'de 50 ppm  $NO_x$ , 150 ppm  $NH_3$ , 1100 ppm  $CO_2$  gazları uygulandığında fazla bir olarak  $2x10^6 \ \Omega$ olduğunu ve NiO gaz sensörü özel gazların karışımına maruz bırakıldığında ise sensör direncinin yaklaşık olarak  $7x10^5 \Omega$  olduğunu gördüler. Aynı işlemi 600 <sup>0</sup>C'de yaptıklarında yine, sensöre 50 ppm NO<sub>x</sub>, 150 ppm NH<sub>3</sub>, 1100 ppm CO<sub>2</sub> gazlarını ayrı ayrı uyguladıklarında sensör dirençlerinde önemli bir değişim gözlemezken, 5000 ppm H<sub>2</sub> ortamında sensör direncini yaklaşık olarak  $3,4x10^5 \Omega$  ve yine sensöre, bu özel gazların karışımını uyguladıklarında ise direncin yaklaşık  $8 \times 10^4 \Omega$  olduğunu rapor ettiler. Yani; sıcaklığı 500 °C'den 600 °C'ye çıkardıklarında direnç değişimlerinde de önemli ve ani bir artışın olduğunu gözlediler. Yine çalışmada gaz sensörü için seçicilik numarasını  $0 \leq GSR_{mix} \leq 2xGSR_{H_{p}}$  arasında düzenlediler. Seçicilik numarasının %100 olmasının, gaz ile sensör cevabında herhangi bir değişim olmadığı anlamına geldiğini belirttiler. Bu durumda seçicilik numarasının sıfır olduğunu tespit ettiler. 600 °C'de %35,76 özel gazların karışımına tabii tutulan NiO ince film gaz sensörü numunelerinde seçicilik numarasının %21,3 olduğunu belirlediler. 5000 ppm H<sub>2</sub> ile 50 ppm NO<sub>x</sub> gazı karışımında NiO ince film gaz sensörü seçicilik oranının %36,6, 5000 ppm H<sub>2</sub> ile 150 ppm NH<sub>3</sub> gazı karışımında seçicilik numarasının %27,3 ve 5000 ppm H<sub>2</sub> ile 1100 ppm  $CO_3$  gazı karışımında ise seçicilik numarasının %100'e çıktığını gözlemlediler. Sonuç olarak; 5000 ppm H<sub>2</sub> gazı ile 50 ppm NO<sub>x</sub> veya 150 ppm NH<sub>3</sub> gazının karışımında, elde edilen gaz sensör cevabının, sadece 5000 ppm H<sub>2</sub> gazı uygulandığındaki gaz sensörü cevabına göre %50 daha az olduğunu belirlediler.

C. Luyo et. al. (2009), yüksek reaktif gaz buharlaştırma tekniğini kullanarak 9x7 mm ebatlarında alümina taban malzeme üzerine yaklaşık 5 mikrometre kalınlığında büvüttükleri NiO ince filmlerinin gaz sensörü özelliklerini incelediler. Kübik yapıya sahip numuneleri 1 saat boyunca 100- 400 °C'de tavladılar. Numuneleri tavlama işlemine tabii tutmadan önce tanecik büyüklüğünü 9,9 nm, 300 °C'de 10,7 nm ve 400 <sup>0</sup>C'de ise yaklaşık 14 nm olduğunu rapor ettiler. Gaz sensörü ölçümleri boyunca ortama toksik gazlar olan H<sub>2</sub>S ve NO<sub>2</sub> gazlarını, 300 ml kapalı hücre (chember) içerisinde, hem oda sıcaklığında hem de 25 °C'den 325 °C'ye, 12,5 °C aralıklarla artırılan sıcaklıklarda uyguladılar. Her bir gazı 10 dk. uyguladıktan sonra gazı boşaltıp ortamı 10 dk. da yumuşak hava (sentetik hava) (%80 N<sub>2</sub>, %20 O<sub>2</sub>) koşullarında tuttular. Bununla birlikte her bir gaz için gaz sensör cevap (sensörün gaza vermiş olduğu tepki) katsayısını (S);  $S = \frac{R_{H_2S}}{R_{air}}$  ve  $S = \frac{R_{air}}{R_{NO_2}}$  șeklinde elde ettiler. Gazları 5, 10, 15, 20, 25, 30 ve 35 ppm miktarlarında uyguladılar. En düşük H<sub>2</sub>S gaz miktarı olan 5 ppm'de sensör cevabının, kabul edilebilir bir değer olan 1,8'den daha büyük olduğunu gözlemlediler. Gaz sensörü için en ideal NiO ince filmlerinin 400 °C'de tavlanan numuneler olduğunu ve en iyi gaz sensörü cevabının ise, çalışma sıcaklığının, H<sub>2</sub>S için 150-162 <sup>0</sup>C, NO<sub>2</sub> gazı için ise 100-125 °C'de olduğunu gözlemlediler. Yapılan bu detaylı çalışmada NiO gaz sensörünün H<sub>2</sub>S gazına vermiş olduğu sensör cevabı katsayısının 73, NO<sub>2</sub> gazı için ise 3,4 olduğunu, bu durumda sensörün H<sub>2</sub>S gazına vermiş olduğu tepkinin, NO<sub>2</sub> gazına vermiş olduğu tepkiden daha iyi olduğunu belirlediler. Ayrıca NiO ince film yarıiletken gaz sensörlerinin, 25-325 <sup>0</sup>C arası sıcaklıklarda H<sub>2</sub>S ve NO<sub>2</sub> gazları uygulandığında sorunsuz olarak çalışabildiği gibi, bu gazların oda sıcaklığında uygulanması ile de sensörün, H<sub>2</sub>S ve NO2 gazlarına ideal bir şekilde tepki verdiğini belirlediler. Sonuç olarak; NiO gaz sensörlerinin H<sub>2</sub>S ve NO<sub>2</sub> gaz ortamlarında çalışabilen oldukça uygun gaz sensörleri olduğu görüşüne varıldı.
Y. Lu et. al. (2016), NiO ince filmlerini büyüterek yapısal karakteristiğini ve gaz sensörü özelliklerini incelediler. Numuneleri, elde edildikten sonra 60 °C'de 4 saat kurutup, 500 °C'de 2 saat tavlama işlemine tabii tuttular. Reaksiyon süresini 7, 12, 18, ve 24 saat süreyle gerçekleştirip, sırasıyla S1, S2, S3 ve S4 şeklinde adlandırdıkları numuneleri elde ettiler. Yapısal karakterizasyonu yapılan numunelerin gaz sensörü cevabı (Sr) değerlerini, Sr=Rg/Ra bağıntısını kullanarak elde ettiler. Burada Ra: Hava ortamında gaz sensörünün direnci, Rg: Gaz ortamında gaz sensörünün direncidir. Numunelerin elde edilmesi sırasında reaksiyon süresi 7 saat seçildiğinde numunelerin yapısının tortu şeklinde olduğunu, 12 saat seçildiğinde yüzeyin yavaş yavaş dikensi bir yapı aldığını, 18 saat seçildiğinde yüzey yapısının kaktüs şeklinde düzenli ve yüzey pürüzlüklerinin belirgin bir şekilde daha da dikensi bir özellik kazandığını, sürenin artarak 24 saat seçilmesi ile bu dikensi kaktüs yapıda bozulmalar ile birlikte düzensiz bir yönelim olduğunu gözlemlediler. 18 saat uygulanarak elde edilen numunelerin (S<sub>3</sub>) gaz giriş ve çıkışının ideal ve gaz sensörü özelliğinin de çok iyi olduğunu gördüler. 18 saat uygulanarak elde edilen (111) kristal yapısına sahip olan 2 numunenin  $(S_3)$ düzlemler arası mesafesini 0,241 nm, (200) kristal yapıya sahip olanınkini ise 0,208 nm olarak ölçütüler. Çalışmanın bir sonraki aşamasında, tüm numunelere (S1, S2, S3 ve S4) 100-340 °C'de 100 ppm aseton gazı uygulandığında, tüm numunelerin arasında 13,51 ile en iyi sensör cevabının elde edildiği, 260 °C'de 100 ppm aseton ortamında 18 saat büyüme işlemine tabii tutulan numunelerin (S<sub>3</sub>) gösterdiğini belirlediler. Daha sonra tüm numunelerin 100 ppm etanoik asit, sulu amonyak, metenol ve etanol gibi farklı gazlar altında gaz sensörü özelliklerini incelediler, fakat numunelerin bu gazlara vermiş olduğu cevabın 1 ile 3 arasında sınırlı kaldığını rapor ettiler. 100 ppm aseton gazına tabii tutulan (S<sub>3</sub>) numunelerinde gaza cevap verme süresini 24 saniye, numunenin normal direnç değerine ulaşma süresini ise (recovery time) 39 saniye olarak tespit ettiler.

D. Lahem et. al. (2016), termal decomposition, sol-gel nikel sülfat ve nikel malonete (çöktürme) tekniklerini kullanarak NiO ince filmlerini alümina üzerine büyüttüler. Büyütülen NiO ince filmlerini 150-280 <sup>0</sup>C aralığında değişen sıcaklıklarda 1 ppm formaldehyde gazına tabii tutulduktan sonra filmlere temiz kuru hava uyguladılar ve daha sonra NiO ince filmlerinin gaza verdiği sensör cevabını yine;  $S = \frac{R_g - R_{hava}}{R_g} x100$ bağıntısını kullanarak elde ettiler. Yüksek sıcaklıklarda nikel malonete (çöktürme) yöntemi ile büyütülen numunelerin formaldehyde gazına karşı daha iyi bir hassasiyet gösterdiğini, nikel sülfat kullanılarak büyütülen numunelerin çalışmalarının oldukça yavaş olduğunu gözlemlediler. Bunun yanı sıra tüm tekniklerde büyütülen NiO numunelerinin gaza vermiş olduğu sensör cevabının ve normal direnç değerine gelme süresinin (recovery time) oldukça kısa olduğunu tespit ettiler. Ayrıca, gaz sensörü için gazın yüzeye en iyi şekilde tutunduğu ve yüzey morfolojisinin uygun olduğu NiO filmlerinin, nikel kloroid ile sol-gel metodu kullanılarak elde edilen numunelerde olduğunu belirlediler. Yine formaldehyde gazına karşı en hassas NiO filmlerinin, 200 <sup>o</sup>C çalışma sıcaklığında 1 ppm formaldehyde gazına karşı bile iyi cevap verdiğini ve oldukça hassas olduğunu gözlemlediler.

Raied K. Jamal et. al. (2015), NiO ince filmlerini büyüterek H<sub>2</sub> ortamında gaz sensörü özelliklerini incelediler. Daha sonra büyütülen numunelerin 400 <sup>0</sup>C'de Hall ölçüm değerlerini belirlediler. Buna göre: numunelerin Hall mobilitesini 1,032 cm<sup>2</sup>/v.s, iletkenliğini ( $\sigma$ ) 1,939 1/ $\Omega$  ve Hall katsayısını da -5,322 m<sup>3</sup>/C olarak elde ettiler. Numunelerin I-V karakteristiklerini incelediler ve iletkenlikte 100<sup>0</sup>C'de ani bir artışın olduğunu, termal aktivasyon eğrisinin ise 2,7eV olduğunu hesapladılar. Hesaplanan bu aktivasyon enerjisinin, NiO ince filmlerinde kristal yapıya ve çalışma sıcaklığına güçlü şekilde bağlı olduğunu ifade ettiler. Yapılan çalışmanın son aşamasında ise püskürtme yöntemi kullanılarak büyütülen NiO ince filmlerinde, 350 <sup>o</sup>C, 375 <sup>o</sup>C ve 400 <sup>o</sup>C'de H<sub>2</sub> gazı uygulayarak sensörün gaza vermiş olduğu sensör cevabını,  $S = \frac{R_0 - R_g}{R_g}$  bağıntısını kullanarak elde ettiler. Sıcaklığın artışı ile birlikte gaz sensörünün cevap verme süresi yani direncinin artış göstermesinde ve direncin normal seviyeye inme süresinde artış meydana geldiğini gözlemlediler. Numunelerin farklı sıcaklıklarda gaza karşı göstermiş oldukları sensör hassasiyetini; 350 <sup>o</sup>C'de %0,64, 375 <sup>o</sup>C'de %0,67 ve 400 <sup>o</sup>C'de ise %2,81 olarak belirlediler.

Po-Cheng Chou et. al. (2015), RF (Radio Frequency) sputter tekniği ile safir üzerine NiO ince filmlerini büyüttüler. Büyütülen NiO ince filmlerini daha sonra 400 °C'de 2 saat boyunca tavlama işlemine tabii tuttular. Yapılan çalışmada daha sonra numuneler üzerine farklı oranlarda ve farklı sıcaklıklarda H2 gazı uygulayarak NiO ince film gaz sensörünün vermiş olduğu sensör cevabını,  $S_R = \frac{R_{H_2} - R_{hava}}{R_{hava}}$  bağıntısı ile elde ettiler. Buna göre; 250  $^{0}$ C'de ve %1 H<sub>2</sub>/hava ortamında S<sub>R</sub> değerinin 416 gibi oldukça yüksek bir değere ulaştığını gördüler. 150°C'nin altında ve 250 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda her bir H<sub>2</sub> gazı miktarı/hava miktarı oranında ise (50 ppm, 500 ppm, 1000 ppm ve %1  $H_2$ /hava)  $S_R$  değerlerinde ani bir azalışın meydana geldiğini gördüler. 50 ppm  $H_2$  gazı ortamında S<sub>R</sub>=0,23 ve sensörün gaza göstermiş olduğu tepki süresini 7 saniye, sensör direncinin normal seviyeye inme süresini (recovery time) ise 153 saniye olarak rapor ettiler. Oksit tabanlı gaz sensörlerinde genellikle  $S_R$  değeri deneysel olarak  $S_R=A(P_g)^{\alpha}$ şeklinde ifade edilebilir. Burada A: Sabit, Pg: Büyütme sırasında hedef gazın kısmi basıncı α: Pg nin kuvveti olup bu değer idealde 0,5-1,0 aralığındadır. Yapılan bu çalışmada a değerini 1,413 olarak belirlediler. a değerinin ideal değerden sapmasının nedenini; ortama gönderilen gaz türüne göre (H<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>, CO gibi), metal oksit yüzeyinde meydana gelen farklı reaksiyon olduğu şeklinde yorumladılar. Bunun yanı sıra NiO ince filmlerinin gaz sensörü uygulamalarında, sıcaklığın artışı ile birlikte sensörde ani direnç artışı yani cevap verme süresi (response time) ile sensör direncinin normal değerine inme süresi (recovery time) arasındaki fark azalırken, H2 gazı konsantrasyonunun artması ile bu farkın giderek artış eğiliminde olduğunu belirlediler.

Thi Thanh Le Dang et. al. (2015), hazırladıkları özel solüsyon aracılığıyla hidrotermal sentezleme yöntemiyle polikristal NiO nano telleri silikon üzerine büyüttüler. Numunelerin gaz sensörü uygulamasında, -5 V'tan +5 V'a kadar gerilim uygulayarak numune ile elektrot arasındaki kontakları kontrol ettiler. Bu durumda numunelerin iyi bir omik kontak özelliği gösterdiğini belirlediler. Sıcaklığı 200  $^{0}$ C'den 400  $^{0}$ C'ye doğru yükselttikçe sensörlerin direncinin 27 k $\Omega$ 'dan 3 M $\Omega$ 'a çıktığını gördüler. Daha sonra numunelerin 200, 250, 300, 350 ve 400  $^{0}$ C gibi farklı sıcaklıklarda 50, 100, 250, 500 ve 1000 ppm olmak üzere H<sub>2</sub> gazı ortamlarında gaz sensörü özelliklerini incelediler. Gaz uygulandığı durumda tüm NiO nano tellerinin direncinin artış gösterdiğini rapor ettiler.

Gazı boşaltıp numuneleri normal hava ortamına aldıklarında, yüzey üzerinde oksijen soğrulduğu için ortamda hol konsantrasyonunun ve iletkenliğin arttığını, direncin ise azaldığını gözlediler. Gazı uyguladıklarında ise, gazın soğrulmuş olan oksijen atomları ile reaksiyona girip bağ oluşturduğunda hol konsantrasyonunda bir azalmaya, dolayısıyla sensörün direncinde artışa neden olduğunu rapor ettiler. NiO sensörlerinin H<sub>2</sub> gazına karşı vermiş olduğu en iyi tepkinin ise (sensör cevabı) 200 <sup>0</sup>C ve 50 ppm değeri ile 250 <sup>0</sup>C ve diğer farklı H<sub>2</sub> konsantrasyonlarında meydana geldiğini belirlediler. Yapılan aynı deneyde NiO nano tellerinin gaza vermiş olduğu en yavaş cevabın (tepki),  $400 \,{}^{0}$ C'de %30,4 ve %81,6 olduğunu, en iyi cevabı ise 200  ${}^{0}$ C'de %56,8 ve 250  ${}^{0}$ C'de %106,9 olarak tayin ettiler. Bununla birlikte NiO sensörlerinin H<sub>2</sub> gazına karşı vermiş olduğu en iyi tepkinin (cevap) 200 °C'de 1000 ppm H2 ortamında olduğunu, en yavaş tepki değerinin ise 400 °C'de 50 ppm H<sub>2</sub> konsantrasyonunda meydana geldiğini gözlemlediler. NiO sensörlerine H<sub>2</sub> gazı uygulandığında sıcaklığın artışı ile sensörün gaza vermiş olduğu tepki sürelerinde giderek bir azalmanın olduğunu gözlemlediler. Tepki süresinin 150 °C'de 250 ppm H<sub>2</sub> gazı ortamında en uzun, 400 °C ortam sıcaklığında ve tüm H<sub>2</sub> gazı miktarlarında (50, 100, 250, 500 ppm) ise en kısa olduğunu rapor ettiler. Çalışmanın diğer bir aşamasında ise, ortam sıcaklığı 200 °C'de tutularak H<sub>2</sub> gazı uygulandığı durumda sensörün vermiş olduğu sensör cevabının %65, etenol ve NH<sub>3</sub> gazı uygulandığında sensör cevabının %20 ve LPG gazı uygulandığında ise %10 olduğunu belirlediler.

V. Nagarajan et. al. (2014) yaptıkları çalışmada, NiO ince filmlerini büyüttükten sonra numuneler üzerine CO gazı uygulayarak, CO gazının yüzeye tutunma enerjilerini ve atomlar arası bağ uzunluğunu elde ettiler. CO gazı içerisindeki karbon ve oksijen atomları arasındaki bağ uzunluğunun 1,20 A<sup>o</sup>, NiO yarıiletken yapı içerisindeki nikel ve oksijen arasındaki bağ uzunluğunun ise 1,54 A<sup>o</sup> olduğu kabulünü göz önünde bulundurarak NiO ve CO arasındaki bağ enerjisini,  $E_{ad}=E(NiO/CO)-E(NiO)-E(CO)$ ifadesini kullanarak tayin ettiler. Burada  $E_{ad}$  değerinin negatif olması durumunda ekzotermik, pozitif olması durumunda ise endotermik bağlanma olduğunu belirttiler. Yapılan bu çalışmada CO gazı içerisindeki karbon atomlarının, NiO içerisindeki oksijen atomlarıyla bağ yapması ve birbirine bağlanması durumunda karbon-oksijen arasındaki tutunma enerjisinin artarak -8,432 eV değerine çıktığını gözlediler. CO gazının NiO ile bağ yapması sonucu bağ sarmalındaki enerjisini -7,072 eV ve NiO bağ sarmalında, CO gazındaki oksijenin nikel ile tutunma enerjisini ise -4,624 eV olarak belirlediler. Bu tutunma (bağ) enerjilerinden, karbon atomlarının NiO yarıiletkenindeki oksijen ile tutunarak bağ oluşturduğunu ortaya koydular. NiO içerisindeki CO gazının elektronik tutunma özelliklerini, yüksek işgal edilmiş moleküler orbital (HUMO) ve düşük işgal edilmiş moleküler orbital (LUMO) şeklinde ifade ettiler. Saf NiO için HUMO durumunda enerjinin -4,95 eV ve LUMO durumunda -4,13 eV, fermi enerji seviyesini ise -4,54 eV olarak belirlediler. HUMO ile LUMO seviyeleri ve NiO içerisindeki oksijen ile karbon atomu arasındaki bağ enerji aralıkları karşılaştırdıklarında, yasak enerji aralıklarında %50 gibi bir değişiklik meydana geldiğini gördüler. Buna rağmen fermi enerji seviyesinin, çoğunlukla -4,54 eV olarak sabit değerde kaldığını tespit ettiler. Nikel üzerine oksijenin tutunması durumunda ortalama enerji değişimini %36,59 olarak tanımladılar. Bunun, NiO içerisindeki karbonun oksijene tutunma enerjisinin kabul edilebilir ve uygun olduğu anlamına geldiğini belirttiler. Örgü sarmalında nikel atomları ile oksijenin tutunma enerji aralığındaki ortalama değişimin düşük olduğunu belirttiler ve bu değeri %19,51 olarak hesapladılar. Tüm durumlarda, yüzeydeki oksijen atomları üzerinde karbon atomlarının tutunması dışında fermi enerji seviyesindeki değişim ile saf NiO ince film yarıiletkeninin fermi enerji seviyesinin karşılaştırılmasının oldukça önemli olduğunu belirttiler. Çalışmanın bir diğer aşamasında CO gazından yüzeye ve örgü sarmalına bir elektron transferi olan Mulliken Şarjı'nı (Q) gözlediler. Negatif ortalama Mulliken Şarjı'nın, CO gazından NiO içerisindeki oksijene elektron transferi olduğuna işaret ettiler. NiO p-tipi bir yarıiletken olduğu için CO gazından transfer edilen elektronlar, NiO içerisinde çoğunluk taşıyıcı hollerin yerini alacağı ve hollerin sayısını azaltacağı için yarıiletken malzemenin direncinde bir artışın meydana geleceğini ifade ettiler. Bunun aksine, nikel yüzeyinde oksijen atomları tutunduğu zaman ortalama Mulliken Şarjı'nın pozitif olduğunu belirttiler. Yukarıda birçok tutunma enerjisi varyasyonu açıklanmasına rağmen yine de CO gazı ile NiO yarıiletkeni arasında şarj transferinin önemsiz olduğundan bahsedilebileceğini ifade ettiler. Daha sonra çalışmada iletkenlik ile yasak enerji aralığındaki ilişkiyi ele aldılar. ( $\sigma$ )  $\alpha$  exp(-E<sub>g</sub>/2kT) bağıntısına göre, daha geniş yasak enerji aralığının, iletkenliği azaltacağını tespit ettiler. Burada σ: İletkenlik, Eg: Yasak enerji aralığı, k: Boltzman Sabiti ve T:

sıcaklığı ifade etmektedir. Buna göre çalışmada, karbon atomunun yüzeydeki oksijen atomuyla bağ yaparak ona tutunmasından dolayı yasak enerji aralığını genişleteceğini belirlediler. Bu açıklamalar ışığında oksijen ile zenginleştirilerek hazırlanacak olan NiO ince film yarıiletken gaz sensörü uygulamalarında, sensör hassasiyetinin artacağını ortaya koydular.

Amir M. Soleman Pour et. al. (2013) yaptıkları çalışmada, yapısal karakteristiğini ve gaz sensörü özelliklerini araştırmak amacıyla cam taban üzerine sol-gel büyütme tekniğini kullanarak NiO ince filmlerini elde ettiler. Elde edilen filmler son halini aldıktan sonra aynı filmleri, 550 °C'de 3 saat tavlama işlemine tabii tuttular. Yaklaşık 22 nm kalınlığında (± %5), yüzey pürüzlük oranı %25, (111) (2 $\theta$ =37,4<sup>0</sup>) ve (200)  $(2\theta=43,4^{\circ})$  yönelimine sahip NiO ince filmlerinin üzerine, termal buharlaştırma ve optik litografi yöntemiyle, 20 µm kalınlığında, aralarında 200 µm boşluk olan, iç içe geçmiş elektrotlar yerleştirdiler. Daha sonra NiO ince film yarıiletkenlerinin farklı sıcaklıklarda iki prob yöntemiyle pozitif ve negatif gerilim uygulayarak I-V ölçümlerini aldılar. Sıcaklık arttıkça iletkenliğin arttığını, numunelerin aktivasyon enerjilerinin 417 ( $\pm$  %5) meV olduğunu gözlemlediler. Çalışmanın son aşamasında ise farklı miktar ve sıcaklıklarda NiO ince filmler üzerine, H<sub>2</sub> CH<sub>4</sub> ve NH<sub>3</sub> gazlarını ayrı ayrı, daha sonra da bu özel gazların karışımından oluşan gaz karışımı uygulayarak filmlerin gaz sensörü özelliğini incelediler. Yapılan deneylerde en iyi sensör cevabını, 175 °C'de, 3000 ppm H<sub>2</sub> ve CH<sub>4</sub> gazları uygulandığı durumda elde ettiler. Bunun aksine çalışmada, toksik tehlikesi göz önüne alınarak NH<sub>3</sub> gazını 75 ppm olarak daha az miktarda uyguladılar. NiO ince filmlerinin NH<sub>3</sub> gazına verdiği en iyi cevabı, 75 ppm gaz miktarı ile 150 <sup>o</sup>C olduğu durumda elde ettiler. Bunun yanı sıra sensörün tüm gazlara vermis olduğu en ivi cevap değerinin, 150-175 <sup>0</sup>C çalışma sıcaklığında gerçekleştiğini gözlemlediler. Ayrıca tüm gazlar için gaz miktarlarının artışı ile gaz sensörü cevabının da doğru orantılı olarak arttığını belirlediler. 25 ppm ve aynı sıcaklıklar altında gaz sensörünün vermiş olduğu tepkileri birbirleriyle karşılaştırdıklarında; H<sub>2</sub> gazı için yaklaşık %3, NH<sub>3</sub> için %31 ve CH<sub>4</sub> için ise %10 olduğunu gördüler. Uygulanan gaz miktarının artması ile sensör cevabinin artmasinin yanında, sensör cevap süresi (response time) ile sensör direnci normalleşme süresinin (recovery time) kısaldığını gördüler. Bu sürenin en keskin ve ani olarak azalma durumunu,  $NH_3$  gazı uygulandığında elde ettiler. 25 ppm gaz konsantrasyonlarında sensörün HN3 gazına vermiş olduğu cevap süresi 260 saniye, CH4 gazına vermiş olduğu cevap süresi 150 saniye ve H<sub>2</sub> gazına vermiş olduğu cevap süresi 120 saniye iken, 75 ppm gaz konsantrasyonlarında sensörün HN<sub>3</sub> gazına vermiş olduğu cevap süresini 140 saniye, CH<sub>4</sub> gazına vermiş olduğu cevap süresini 60 saniye ve H<sub>2</sub> gazına vermiş olduğu cevap süresini ise 80 saniye olarak hesapladılar. Aynı şekilde 25 ppm gaz konsantrasyonu altında sensör direncinin normal değere gelme süresinin (recovery time), HN<sub>3</sub> gazı için 910 saniye, CH<sub>4</sub> gazı için 430 saniye ve H<sub>2</sub> gazı için ise 400 saniye olduğunu, 75 ppm gaz konsantrasyonları altında sensör direncinin normal değere gelme süresinin, HN3 gazı için yaklaşık olarak 500 saniye, CH4 gazı için 420 saniye ve H<sub>2</sub> gazı için ise 150 saniye olduğunu tespit ettiler. Gaz sensörüne H<sub>2</sub> ve NH<sub>3</sub> gaz karışımı uygulandığı durumda sensör cevabının artarak %90 seviyelerine ulaştığını gördüler. Bunun yanı sıra H<sub>2</sub> gazı ile CH<sub>4</sub> gaz karışımı altında sensör cevabının azalarak %31 değerlerine düştüğünü gözlemlediler. Çalışmada bu azalışın sebebini ise; H<sub>2</sub> ve CH<sub>4</sub> gaz karışımında gaz difüzyon hızı ve gazın yüzeye tutunmasındaki azalmadan kaynaklandığı şeklinde rapor ettiler. Hassasiyet sonuçlarına göre, NH<sub>3</sub> gazı için numunenin yüksek seçicilik, CH<sub>4</sub> gazı için ise düşük seçicilik değerine sahip olduğunu ortaya koydular.

Po-Cheng Chou et. al. (2015) yaptıkları çalışmada, RF sputter tekniğini kullanarak NH<sub>3</sub> gazı altında gaz sensörü özelliklerini incelemek amacıyla NiO ince filmlerini safir taban malzeme üzerine büyüttüler. Daha sonra elde edilen numuneleri 400  $^{0}$ C'de 2 saat tavlama işlemine tabii tutarak 250  $^{0}$ C çalışma ortamında 1 V uygulayıp I-V ölçümlerini aldılar ve daha sonra da NiO ince filmlerinin gaz sensörü özelliklerini incelediler. Çalışma sıcaklığı T $\leq 250$   $^{0}$ C olmak üzere sıcaklığın artışı ile birlikte gaz sensör cevabının arttığını, 250  $^{0}$ C'de NiO ince film gaz sensörüne 5, 35, 200 ve 1000 ppm NH<sub>3</sub> gazı uygulandığındaki tüm durumlarda sensör cevabının maksimum olduğunu, bu sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda ise gaz sensör cevabının azaldığını gözlemlediler. Bu gaz miktarları arasında sensöre 250  $^{0}$ C'de 1000 ppm NH<sub>3</sub> gazı uygulandığında, sensör cevabının %289 ile maksimum değerde olduğunu rapor ettiler. Bunun yanı sıra NiO gaz sensörüne yine 250  $^{0}$ C'de bu sefer 5 ppm NH<sub>3</sub> gazı uygulandığında ise sensör cevabının

%7,2 ile minimum değerde olduğunu gözlediler. Chou et. al. (2015), yaptıkları çalışmada normal hava ortamında oksijen moleküllerinin (O<sub>2</sub>) NiO üzerine tutunmuş durumda olduğunu, yüzeye tutunan oksijen moleküllerinin NiO iletkenlik bandındaki oksijen elektronlarını yakaladığını ve sonuçta p-tipi NiO yarıiletkenindeki hol konsantrasyonunu artırıp, deplasyon tabaka kalınlığını azalttığını belirlediler. NiO yarıiletkeni üzerine NH3 gazı uygulandığında, amonyum moleküllerinin oksijen iyonları (O<sup>-</sup>) ile reaksiyona girerek NiO iletkenlik bandındaki elektronların serbest kalmasına neden olduğunu belirttiler. Bu serbest elektronların, elektron ve holler arasında rekombinasyona sebep olduğunu gözlemlediler. Böylece p-tipi NiO yarıiletkeninde hol konsantrasyonu azalırken buna bağlı olarak yarıiletken direncinde bir artışın meydana geldiğini ve buna bağlı olarak da aynı şekilde, NiO yarıiletkenin gaz sensörü uygulamalarında gazlara olan reaksiyonunu açıkladılar. Ayrıca sputter tekniği kullanılarak elde edilen numunelerin gaz sensörü cevabını ve  $S_R = K(P)^m$  ifadesinde, idealde 1 olan m değerini 0.696 olarak tayin ettiler. Yine burada K=sabit olup, P=hedef gazının kısmi basıncını, m ise P'nin kuvvetini ifade etmektedir. Ayrıca araştırmada logaritmik olarak NH<sub>3</sub> gaz miktarının artışına karşı gaz sensör cevabının (%) lineer olarak arttığını ve bu doğrusallığın 0,999 gibi değerle 1'e çok yakın olduğunu gözlemlediler. Yapılan bu çalışmada farklı miktarlarda gaz uygulayarak 1 V altında numuneden geçen akım değişimlerini gözlemlediler. Buna göre normal hava ortamında 130 µA, 5 ppm NH<sub>3</sub> gazı altında 121µA, 35 ppm NH<sub>3</sub> gazı altında 110 µA, 200ppm NH<sub>3</sub> gazı altında 79 μA ve 1000 ppm NH<sub>3</sub> gazı altında ise akımın 40 μA olduğunu rapor ettiler. Çalışmanın bir aşamasında da sıcaklığa bağlı olarak gaz sensör cevabı süresi (response time) ve normalleşme sürelerini (recovery time) elde ettiler. Sıcaklık artışı ile hem sensör cevap süresinde hem de direncin (ya da akımın) normalleşme süresinde azalmanın meydana geldiğini ortaya koydular. Buna göre 200 <sup>0</sup>C'de sensör cevap süresi 260 saniye, normalleşme süresi 662 saniye iken 350 °C'de gaz sensörü cevap süresini 31 saniye, normalleşme süresini ise 78 saniye olarak elde ettiler.

Yaohui Lv. et. al. (2014), hazırladıkları özel çözelti yardımıyla gaz sensörü özelliklerinin araştırılması amacıyla, 230 <sup>0</sup>C'de, 40 µm kalınlığında NiO yarıiletkenlerini elde ettiler. Bu numunelerden birisi (111) kristal yönelime sahip

octahedral yapıda, diğeri ise top şeklinde küresel bir yapıya sahip olan numunelerdi. Çalışmanın diğer bir aşamasında bu numunelerin, 200 °C'de ve 500, 300, 100, 50 ve 20 ppm gibi farklı miktarlarda etanol gazı ortamlarında gaz sensörü özelliklerini incelediler. (111) yönelimli octahedral ve küresel yapıya sahip iki numuneye, 20 ppm'den 500 ppm'e kadar artan miktarlarda gaz uygulandığında gaz miktarının artışı ile numunelerin üzerinde düşen çıkış geriliminin (Vout) arttığını gözlediler. Buradan elde edilen sonuçlara göre; (111) yönelimli octahedral yapıdaki NiO ince filmlerinin hassasiyetinin, küresel yapıya sahip olan NiO filmlerdeki hassasiyete göre çok daha iyi olduğunu tespit ettiler. Örneğin; 20 ppm gaz ortamında octahedral NiO filmlerinin hassasiyeti 1,1 iken küresel yapıya sahip olan NiO ince filmlerinin hassasiyetinin 1,02 olduğu, aynı şekilde 500 ppm gaz ortamında octahedral yapıdaki NiO ince filmlerinin hassasiyetinin 1,68, küresel yapıya sahip olan NiO filmlerinin hassasiyetinin ise 1,11 olduğunu rapor ettiler. Buradan; gaz sensörü uygulamalarında gazın numune yüzeyine tutunabilmesi için NiO ince filmlerinin yüzey morfolojisinin önemini, (111) kristal dizilimine sahip octahedral yapıdaki NiO ince filmlerinin yüzey yapısının uygunluğu nedeniyle gaz sensörü uygulamaları için çok daha uygun materyaller olduğunu belirttiler. Bununla birlikte yapılan çalışmada (111) kristal dizilime sahip NiO ince filmlerinin yanında, elde ettikleri (100) ve (110) yönelimli NiO ince filmlerinin hangisinin, iyonize olmuş oksijen boşluklarının tutunarak bağ yapması için uygun yapı olduğunu tespit ettiler. Buna göre, (111) yönelimine sahip olan NiO yarıiletkenlerinin iyonize olmuş oksijen boşluklarının yüzeyde tutunması için yüksek aktiviteye sahip olduğu sonucuna vardılar.

K. Arshak et. al. (2006), NiO ve  $Fe_2O_3$ 'den farklı molekül yüzdelerini kullanarak (NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (75/25, 50/50, 25/25) gaz sensörü için sırasıyla 1, 2 ve 3 numaralı üç değişik NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> aygıtlarını elde ettiler. Daha sonra bu numuneler üzerine değişik oranlarda ve oda sıcaklığında etanol, tetrahidrofuran (THF), aseton ve metanol gazlarını uygulayarak her birisi için ayrı ayrı gaz sensör cevabı ve sensör normalleşme sürelerini tayin ettiler. XRD sonuçlarına göre üçüncü numunede NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> piklerinin, (111) NiO piklerinden daha şiddetli olduğunu gözlediler. Ayrıca, 1, 2 ve 3 numaralı numunelerin kristal boyutlarını sırasıyla 37,7, 40,8 ve 49 nm olarak ölçtüler. Elde edilen numuneler

üzerine 10.000 ppm etanol, THF, aseton ve metanol gazlarını uygulayarak elde ettikleri gaz sensör cevaplarına göre; etanol uygulandığında birinci numunenin gaz sensör cevabını yaklaşık  $S_1=11,5$ , ikinci numunenin sensör cevabını  $S_2=8$  ve üçüncü numunenin sensör cevabını ise 8,2 olarak tayin ettiler. THF gazı uygulandığında ise gaz sensör cevabını sırasıyla;  $S_1$  için 11,  $S_2$  için 8,5 ve  $S_3$  için ise 9 olarak tespit ettiler. Aynı şartlarda aseton gazı ortamında gaz sensör cevabını;  $S_1$  için yaklaşık 3,5,  $S_2$  ve  $S_3$  için ise 2,5 olduğunu hesapladılar. Aynı şekilde numunelerin gaz sensör cevabını, metenol gazı altında  $S_1$  için 5,5,  $S_2$  için 3 ve  $S_3$  için ise 4 olarak buldular. Bununla birlikte her üç farklı numuneye 4000 ppm propanol gazı uygulandığında sensör cevap/normalleşme sürelerini sırasıyla  $S_1$  için 30/45,  $S_2$  için 45/55 ve  $S_3$  için 60/85 saniye olarak gözlediler. Aynı şekilde sensöre tolüene gazı uygulandığında ise yine sensör cevap/normalleşme sürelerini  $S_1$  için 40/48,  $S_2$  için 50/60 ve  $S_3$  için 55/65 saniye olarak ölçtüler.

Nikos Brilis et. al. (2007), direnci 5 k $\Omega$ , (001) p-tipi Si ve SiO<sub>2</sub> taban üzerine, 300 <sup>0</sup>C'de 200 nm kalınlığında p-tipi NiO ince filmlerini, Pulsed Laser Deposition (PLD) tekniğini kullanarak elde ettiler. Birisi p-tipi NiO üzerinden diğeri n-tipi SiO<sub>2</sub> üzerinden olmak üzere iki adet omik kontak oluşturarak p-n hetero yapı elde ettiler. Si üzerinde elde edilen NiO/SiO<sub>2</sub> hetero yapısının 1 V kaynak gerilimi altında ve 28, 60 ve 90 °C'de I-V ölçümlerini aldıktan sonra %3 H2 gazı uygulayarak 30-210 °C aralığında NiO/Si yarıiletkeninin gaz sensör cevabını incelediler. Çalışma sıcaklığının oda koşullarından 150 °C ve 210 °C'ye çıkması durumunda NiO/Si yarıiletkeninin Rgaz/R0 sensör cevabının 4'ten 40'a çıkarak 10 kat artış gösterdiğini, gaz sensör cevap süresinin 15 dakikadan 7 dakikaya düştüğünü, sensör normalleşme süresinin ise 2 dakikadan 1 dakikaya düştüğünü tespit ettiler. NiO ince filmlerinin 150 °C'de ve H<sub>2</sub> gazı ortamında göstermiş olduğu hassasiyeti %94 olarak kaydettiler. Bunun yanı sıra Si üzerine büyütülerek elde edilen NiO filmlerinin H<sub>2</sub> gazına karşı göstermiş olduğu hassasiyette 210 °C'de ani bir artışın olduğunu gördüler. Bununla birlikte SiO2 üzerine büyütülen NiO ince filmlerinin ise aynı sıcaklıkta daha düşük hassasiyet özelliği gösterdiğini belirlediler.

Chen Wang et. al. (2014), özel cözelti hazırlayarak hidrotermal reaksiyon yöntemi ile yapılan uygulamada üç boyutlu çiçek şekline benzeyen kübik yapıdaki polikristal NiO ince filmlerini elde ettikten sonra çözelti üzerinde 350 °C'de 1 saat tavlama işlemine tabii tuttular. Bu uygulamadan sonra yine çözelti hazırlayarak hidrotermal reaksiyon yöntemi ile NiO üzerine tek boyutlu 10 nm çapında, 35 nm uzunluğunda tek kristal rhombohedral α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (hematite) nano yollar sentezleyerek α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiO yapısını elde ettiler ve gaz sensör özelliğini incelediler. 300 °C'de ve 100 ppm tolüene gazı uygulandığında sensör için 18,68 ile en iyi sensör cevabını elde ettiler ve bu sıcaklığın üzerine çıkıldıkça gaz sensör cevabında hızlı bir şekilde azalma olduğunu gözlemlediler. Aynı şartlarda saf α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile NiO ince filmleri üzerine tolüene gazı uygulandığı zaman dirençlerinde yine bir artışın meydana geldiğini fakat bu artışın α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiO yapısındaki gibi yüksek değerde olmadığını gözlemlediler. Saf α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> üzerine 100 ppm tolüene gazı gönderildiğinde 250 °C'de sensör cevabını 9,84, saf NiO üzerine tolüene gazı gönderildiğinde ise 200 °C'de sensör cevabının, sadece 1,50 ile maksimum değerini aldığını tespit ettiler. Yani α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiO heteroyapı üzerine 100 ppm tolüene gazı gönderildiğinde sensör cevabı, 100 ppm tolüene gazının saf α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> üzerine gönderildiğinde alınan cevabın yaklaşık iki katı, saf NiO üzerine gönderildiğinde alınan cevabın ise 13 katı büyüklüğünde olduğunu tespit ettiler. Tolüene gazının yanı sıra heteroyapı üzerine metenol, etenol, tricholoromethane ve formaldehyde gazları uygulandığı zaman, tolüene gazına karşı sensörün vermiş olduğu cevap, diğer gazlara verdiği cevabın 1,76-3,07 katı olduğunu gözlediler. Ayrıca  $300^{\circ}$ C'de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiO heteroyapı ile saf NiO üzerine 5, 10, 20, 50, 80 ve 100 ppm tolüene gazı uygulayarak, bu iki yapının gaza vermiş oldukları sensör cevabını incelediler. Artan gaz miktarlarına karşı her iki sensörün cevabının da artış eğiliminde olduğunu, 80 ve 100 ppm tolüene gazı ortamında alınan sensör cevabı sırasıyla; 2,74, 5,74, 8,18, 12,77, 16,38 ve 18,68 iken, saf NiO üzerine aynı miktarlarda tolüene gazı uygulandığında ise alınan sensör cevabını sırasıyla; 1,07, 1,15, 1,19, 1,27, 1,35 ve 1,42 olarak belirlediler. Bu gözlem, tolüene gazına karşı α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiO sensörünün saf NiO gaz sensörüne göre çok daha hassas olduğunu ortaya koydu. Bunun yanı sıra 300°C'de 100 ppm tolüene gazı a-Fe2O3/NiO üzerine uygulandığında, gaz sensörünün cevap süresi 1 saniye, normalleşme süresi ise 12 saniye iken, aynı şartlarda saf NiO gaz sensörünün cevap süresi 5 saniye, sensör normalleşme süresi ise 17 saniye olarak rapor

edildi. Bütün bu araştırmalardan elde edilen diğer bir sonuç;  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiO hetero yapısının geniş yüzey alanı ve iyi bir geçirgenlik sağlaması olarak yorumlandı.  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiO gaz sensörü yüzey alanının (129 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>), saf NiO gaz sensörünün yüzey alanından (109,64 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>) daha büyük olduğu için daha fazla oksijenin soğrulacağı ve iyonize olacağı şeklinde yorumlandı.

#### 2. KURAMSAL TEMELLER

Tez çalışmalarına başlamadan önce özellikle gaz sensörlerinde kullanılabilecek uygun metal oksit yarıiletkenler ve bu yarıiletkenlerin yapısal, optik ve elektriksel özelliklerini, büyütülme işlemlerinin fonksiyonelliğini ve bilim dünyasına yapacağı katkıları araştırıp bulmaya çalıştık. Gelişen teknolojinin ihtiyaçlarını karşılayabilmek için sensör bilimine verilen önemin günden güne artığını, üstelik son yıllarda karışık gazların tespit edilmesine imkan sağlayan sensörlerin geliştirilmesi ile bu konudaki araştırmalarda bir ivme kazandığı, metal-oksit tabanlı yarıiletken gaz sensörlerinde diğer gaz sensörlerinden farklı olarak; elektrik direncinin, hedef gaz konsantrasyonu değişimi ile ilişkili olduğu bilinmektedir. Bu nedenle gaz sensörlerinin geliştirilmesinde yarıiletken metal-oksit malzemeler büyük bir öneme sahiptir. Ayrıca metal-oksit malzemelerin nano boyutta büyütülmesi daha küçük gaz sensörlerinin üretilmesine imkan sağlamaktadır.

**Nikel (Ni) :** Periyodik tabloda VIII. grup IV. periyot elementi olup, gümüş-beyaz renkte atom numarası 28, atom ağırlığı 8,8, ergime noktası 1455 <sup>o</sup>C, kaynama noktası 3075 <sup>o</sup>C, özgül ağırlığı ise 8,90 gr/cm<sup>3</sup> olan sert, ağır ve korozyona karşı dayanıklı metaldir.

**Oksijen (O) :** Periyodik tabloda VI-A grubu II. periyot elementi, atom numarası 8, atom ağırlığı 16 olan renksiz gazdır.

**Krom (Cr) :** Geçiş elementi olan krom metalinin atom ağırlığı 51.996, atom numarası 24, yoğunluğu 7,19 gr/cm<sup>3</sup>, ergime noktası 1907 <sup>o</sup>C, kaynama noktası 2671 <sup>o</sup>C olan, kübik merkezli atomik yapıya sahip, sert ve dayanıklı metaldir.

**Demir (Fe) :** VIII-B grubu geçiş metali olan saf demir metalinin atom ağırlığı 55,847, atom numarası 26, yoğunluğu 7,86 gr/cm<sup>3</sup>, ergime noktası 1535 <sup>0</sup>C, kaynama noktası 3000 <sup>0</sup>C olan, hacim merkezli kübik yapıya sahip metaldir.

# 2.1. NiO Yarıiletken Özellikleri

NiO, normal şartlarda (111) dizilime sahip kübik yapıdaki geçirgen yarıiletkenlerdir. Fakat sputter tekniği ile NiO yarıiletken büyütülürken belli oksijen oranlarında, farklı taban sıcaklıkları ve değişik sputter güçlerinde (200) veya (220) örgü parametrelerine sahip yarıiletkenler de büyütülebilir. NiO yarıiletkeni Şekil 2.1'de görüldüğü gibi direkt bant geçişli olup, yaklaşık 3,2 ile 4,3 eV arasında değişen geniş bir yasak enerji aralığına sahiptir. Büyütme sırasında kullanılan oksijen gazı miktarı ile bu yasak enerji aralığı ve yüzey pürüzlülüğü kontrol edilebilir. Geniş ve kontrol edilebilir yasak enerji aralığından dolayı NiO ince filmleri birçok kullanım alanına sahiptir. NiO'in kullanım alanlarından bazıları şunlardır:

- 1) Elektroniğin birçok alanında
- 2) Kontrol ve kumanda elemanlarında
- 3) Elektrokromik aygıtlarda
- 4) Güneş pillerinde
- 5) Metaloksit tabanlı yarıiletken gaz sensörlerinde
  - Hava kalite kontrolü
  - Otomotiv sanayi
  - Gıda sektörü
  - Ev ve işyerlerinde gaz kaçaklarının algılanması
  - Kimyasalların teşhisi
  - Uzay sanayi
  - Kozmetik sanayi



Şekil 2.1. NiO yarıiletkeni için optik bant diyagramı

# 2.2. Büyütme Sırasında Bazı Parametrelerin Değişiminin NiO Yarıiletken İnce Filmlerin Optik ve Elektrik Özelliklerine Olan Etkisi

RF magnetron sputtering tekniği ile ince film büyütme sırasında optik ve elektrik özelliklere doğrudan etki edecek birçok parametre mevcuttur. Bahsettiğimiz bu parametrelerle ilgili Mallikarjuna Reddy et. al. (2011) ve arkadaşları farklı yöntemlerle büyütülen NiO filmlerden elde edilen örgü parametrelerinin, standart hacimsel NiO numunelerinkinden daha yüksek olduğunu tespit ettiler. Film yüzeyinde ortaya çıkan gerilme (zorlanma), X-Ray kırınım verilerinden hesap edildi. Gerilme ifadesi (2.1)'de verilen;

$$\sigma = -E.(a - a_0)/29.a_0 \tag{2.1}$$

bağıntı yardımıyla belirlendi. Burada *E*, NiO'in Young Modülü (200 GPa), *a*, bulk malzemenin örgü parametresi,  $a_0$ , ölçülen örgü parametresi ve  $\vartheta$ , Poisson Oranı (0,31) dir. Gerilme, filmlerin katkılanması sırasında mikroskobik boşlukların birleşmesinden dolayı meydana geldi. Bu çalışmada filmlerin tanecik büyüklüğü Scherer formülü kullanılarak hesaplandı. Filmlerin tanecik büyüklüklerinin, film kalınlığının artmasıyla artış gösterdiği gözlendi. NiO ince filmlerinin kalınlığının bir fonksiyonu olarak tanecik

büyüklüğü, gerilme ve örgü parametrelerinin değisimini gösterdiler. 150 nm kalınlığındaki ince NiO ince filmlerinin (200) diziliminde, örgü parametrelerinin 0,425 nm, tanecik büyüklüğünün 8,230 nm ve gerilmesinin 5,721 GPa, 250 nm kalınlığındaki filmler için aynı sırayla; (200) yönelimli, 0,422 nm, 21,020 nm ve 3,662 GPa, 350 nm için; (220) yönelimli, 0,418 nm, 29,170 nm ve 1,000 GPa, 450 nm için; (200) yönelimli, 0,426 nm, 13,480 nm ve 6,701 GPa, 550 nm için; (200) yönelimli, 0,428 nm, 4,150 nm ve 8,075 GPa olarak elde ettiler. Elde edilen filmlerin optik özellikleri, kalınlığa bağlı olarak optik geçirgenlikleri incelendi. 150 nm kalınlığa sahip numunelerin 650 nm dalga boyunda optik geçirgenliklerinin %32, 350 nm kalınlığa sahip numunelerin optik geçirgenliklerinin artarak %60'a çıktığını fakat 550 nm kalınlığındaki filmlerin optik geçirgenliklerinin ise azalarak %10 olduğunu gözlemlediler. Düşük ve yüksek film kalınlıklarındaki düşük optik geçirgenliğin, filmlerin zayıf kristalliliğinin sebep olabileceği yüksek yüzey ışık saçılmalarından kaynaklandığını belirttiler. Soğurma şiddetinin daha düşük dalga boylarına doğru değişmesi, yasak enerji aralığının genişlemesinden dolayı film kalınlığının 250 nm'ye doğru artması şeklinde gözlendi. Yapılan çalışmada filmlerin soğurma katsayıları (2.2) bağıntısında olduğu gibi,

$$\alpha = \frac{1}{d} \cdot \ln \left[ \frac{T \cdot (n+1)^3 \cdot (n+s)^2}{16 \cdot n^2 \cdot s} \right]$$
(2.2)

formülü kullanılarak hesaplandı. A. Mallikarjuna et. al. (2011), yaptıkları çalışmada; film kalınlıklarının, optik geçirgenlik ve yasak enerji aralığına etkisini gözlemlediler. Buna göre, yaptığımız çalışmada da olduğu gibi numune kalınlığıyla geçirgenlik ve yasak enerji aralığında değişiklikler meydana geldiğini ortaya koydular (Çizelge 2.1).

Kalınlık (nm)	Geçirgenlik (%)	6) Yasak Enerji Aralığı (eV)		
150	32	3,81		
250	36	3,94		
350	60	3,82		
450	15	4,11		
550	10	4,27		

Çizelge 2.1. Film kalınlığının geçirgenlik ve yasak enerji aralığına etkisi

Yine A. Mallikarjuna et. al. (2010), sputter tekniği kullanılarak büyüttükleri NiO ince filmlerinin yapısal analizinde, sputter gücünü değiştirerek filmlerin geçirgenliği ve yasak enerji aralığında meydana getirdiği değişimi gözlemlediler. Yapılan bu çalışmaya ait elde ettikleri veriler Çizelge 2.2'de verilmiştir.

Sputter Gücü (W)	Geçirgenlik (%)	Yasak Enerji Aralığı (eV)		
100	45	3,52		
125	47	3,60		
150	62	3,82		
175	57	3,70		
200	56	3,65		

Çizelge 2.2. Sputter gücünün geçirgenlik ve yasak enerji aralığına etkisi

İnce film büyütme sırasında optik ve elektriksel özelliklere etki eden parametrelerden bir diğeri de oksijen basıncının değiştirilmesi ile filmlerin yapısında meydana gelen değişikliklerdir. Yaptığımız çalışmalarda oksijen oranının artışı ile ince filmlerdeki yasak enerji aralığının arttığını ve belirli bir artıştan sonra oksijen oranının daha fazla olması durumunda yasak enerji aralığının tekrar düştüğü görüldü. Oksijen oranına bağlı olarak yasak enerji aralığındaki bu değişim, K. Y. Cheong et. al. (2012), yapmış oldukları çalışmadaki oksijen oranının belli bir değere kadar artması ile yasak enerji aralığının arttığı, oksijenin daha fazla artışı ile ise yasak enerji aralığında bir azalma olduğu görüşleriyle uyum içindedir. Çalışmalarımızda ayrıca mobilite, taşıyıcı konsantrasyonu ve özdirençlerini belirlediğimiz NiO ince filmlerinde olduğu gibi K. Y. Cheong et al. (2012), yaptıkları çalışmada sputter tekniğinde Ar/O<sub>2</sub> gaz oran değişiminin, numunelerin mobilite, taşıyıcı konsantrasyonu ve özdirencinde meydana getirdiği değişiklikleri ortaya koydular (Çizelge 2.3).

Ar:O <sub>2</sub>	Özdirenç [Ω/cm]	Mobilite $\left[\frac{cm^2}{V.s}\right]$	Taşıyıcı Konsantrasyonu [10 <sup>19</sup> /cm <sup>2</sup> ]	Kalınlık [nm]	Yüzey Direnci [10 <sup>4</sup> Ω/ <i>sq</i> ]
2:1	2,70	0,12	1,93	90	30,00
1:1	1,18	0,03	20,30	85	13,90
1:2	0,60	0,03	34,50	75	7,95

Çizelge 2.3. Farklı Ar:O2 ortamında büyütülen numunelerin elektriksel özellikleri

Bunun yanı sıra I. Hotovy et. al. (1998) ve arkadaşları yaptıkları bir çalışmada, gaz akışı ve tahliye durumlarının, büyütme esnasında hem yüzey hem de hedef üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu ortaya koydular. Yapılan bu kapsamlı çalışmada, bir Ni hedefin oksijen atomları ile kaplanması ve daha iyi NiO üretiminin olabilmesi, etkileşim olasılığı ( $\alpha$ ) ile birlikte metalik yüzey tarafından tüketilen hedefe akan oksijen atomları miktarı ( $q_N$ )'na bağlı olduğu rapor edildi. Buna göre  $q_N$  büyüklüğü;

$$q_{N} = \frac{1}{4} . n_{N} . v.a. (l - \theta)$$
(2.3)

ile verilir.  $(l - \theta)$  kaplı olmayan bölüm,  $n_N$  oksijen atom konsantrasyonu,  $\nu$  atomların ortalama hızı,  $\theta$  numunenin oksijenle kaplı bölümü,  $q_{SN}$  oksijen tarafından kaplı yüzeyden ters akış olmak üzere  $q_{SN}$  değerini veren ifade;

$$q_{SN} = K_N \cdot j_V \cdot Y_n(\varphi) \cdot \theta$$
(2.4)

olur. Burada;  $K_N$  boyutsal orantı sabiti,  $j_v$  deşarj akım yoğunluğu,  $Y(\varphi)$  oksidasyona uğramış yüzeyin sputtering (sıçratma) verimi olmak üzere, kaplı olan hedef yüzeyi  $\theta$ ;

$$\theta = \frac{\left(q_N - q_{SN}\right) + \theta \cdot \frac{s_t}{s_{at}}}{\frac{s_t}{s_{at}}}$$
(2.5)

şeklinde belirlenebilir.  $s_t$  ve  $s_{at}$ ; hedef alanı ve ortalama bir atomun kesit alanı olmak üzere (2.3) ve (2.4) eşitlikleri kullanılarak,

$$\theta = \frac{1}{1 + B \cdot \frac{j_{\nu}}{\xi \cdot P_{tot}}}$$
(2.6)

ve

$$B = \frac{4.K_N Y_n(\varphi) k.T}{n_e .k_{dis} .9.\alpha}$$
(2.7)

olur. Burada;

$$\xi = n_{O_2} / (n_{O_2} + n_{Ar}) = n_{O_2} / n_0$$
(2.8)

$$n_0 = P_{tot} / k.T \tag{2.9}$$

bağıntıları kullanılarak hesaplanır. Buradan kaplı olmayan Ni atomlarının büyütme sonrası yüzey alanı ve akış miktarı aşağıdaki (2.10) eşitliği ile verilir;

$$q_{snt} = K_M . j_v . Y_M(\varphi) (l - \theta)$$
(2.10)

(2.7) no'lu bağıntıdaki  $K_N$ , (2.4) no'lu bağıntıdan yola çıkarak, boyutlu bir sabit olarak belirlenir.  $Y_n(\varphi)$ , hedef yüzey oksidasyonunun sputter verimi,  $n_e$ , deşarjdaki (boşalma) elektron yoğunluğu,  $k_{dis}$ , oksijen ayrılma oran sabitidir. Buradaki çalışmada numune yüzeyindeki büyüme oranının, bu akış ile orantılı olduğu sonucu çıkarılabilir.

$$R_{d} = A.j_{\nu} \left( 1 - \frac{1}{1 + B.\frac{h}{\xi.P_{tot}}} \right)$$

$$(2.11)$$

burada *A*, sputter verimine ve hedef materyale bağlı bir sabittir. Hedefin oksijen kaplama modeli, katkılama (dop) oranı ile büyütme parametreleri arasındaki bağlantıları araştırmak için kullanılabilir.

#### 2.3. Hematit (a-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

Mineral olarak hematit çelik gri renkte olup, mavimsi yansıyan ışık renklerinde ise kırmızı renge sahip bir materyaldir. Tek kristal α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kırmızı renge sahiptir (Ling et. al.2011). α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kristal yapısı rombohedral merkezli altıgen hücre olup R3c uzay grubuna ait maddedir (Petridis 2002). Şekil 2.2'de hematite ait kristal yapı görülmektedir. Hematit C3v simetri sergilerken iki farklı Fe-O bağ uzunluğu bulunur (Cornell et. al. 2003). Eşkenar dörtgen kristal yapıya sahip olan hematitin tabanı, birbirine bitişik iki adet manyetik alt tabakadan meydana gelir. Hematitin örgü sabitleri a=5,0356 nm, c=13,7489 nm olan korindon yapıya sahiptir. Yığın (bulk) haldeki ve saf α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ideal antiferromanyetik olup, manyetik moment çizgileri elektrik alan gradyanı boyunca uzanır. Yaklaşık 240 <sup>o</sup>C sıcaklıkta elektron sipinleri yaklaşık olarak 90<sup>o</sup> olarak durumdadır (Morin 1950). Hematit, Morin vönlenmis esiğinin altında antiferromanyetik, yaklaşık 950 <sup>°</sup>K'de zayıf ferromanyetik olup bu sıcaklıktan sonra faz değiştirerek paramanyetik hale geçiş yapar (Machala et. al. 2011). Hematitin manyetik özellikleri ve parçacık boyutlarını, basınç, dış manyetik alanlar, kristal kusurları, arayer atomları, yüzey morfolojisi gibi faktörler etkiler (Petridis 2012). Hematit, diğer demir III oksit fazları arasında en kararlı olanıdır ve normal şartlarda n-tipi yarıiletken olarak davranır (Wu 2006). α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> güneş pillerinde fotoelektrot olarak kullanılan önemli yarıiletkenlerden birisidir. Bunun yanı sıra fotoelektrot olarak kullanılmasının bazı avantajları vardır. Örneğin; hematitin bulk halinde yasak enerji aralığı 2,2 eV iken tek kristal haline 2,10 eV aralığına sahiptir. Ayrıca hematit ticari bakımdan fiyatı oldukça düşük ve korozyona karşı mukavemeti oldukça iyidir. Hematitin yapısı, altı adet oksijen

atomu tarafından çevrelenmiş bir tek demir atomundan oluşan hexagonal kristal yapısına sahip olabilir. Hematit, görünür ışık bölgesinde bulunan sarı ışık bölgesinden, UV bölgeye, turuncu 151k bölgesinden kızılötesi bölgeye kadar olan oldukça geniş soğurma alanına sahip bir yarıiletkendir.  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içerisinde oksit iyonları (O<sup>2-</sup>) şeklinde (001) düzlemi boyunca hexagonal yapıda dizilmişlerdir. Bunun yanı sıra oktahedral boşlukların üçte ikisi ise (001) asal düzlemleri boyunca (Fe<sup>3+</sup>) katyonları tarafından işgal edilir. Hematitteki spin dizilimi, onun optoelektronik ve yük taşıma özelliklerini etkiler. Hematit, 1550 <sup>0</sup>K'de manyetit faza dönüşür (Kumar et. al. 2013). Zayıf ferromanyetik özelliği nedeniyle hematit, oda sıcaklığında 0,4 Am<sup>2</sup>/kg ile eğimli manyetik sipin doygunluğuna sahiptir (Craik 1975). Manyetitin manyetik özellikleri, kristal boyutu, katyon yerleri gibi parametrelere bağlıdır. Kristal büyüklüğünün azalması Morin sıcaklığını düşürerek 8-20 nm büyüklüğündeki partiküllerin yok olmasına sebep olur. Bununla birlikte zayıf kristal meydana gelmesi Neel ve Morin sıcaklığının düşmesine neden olur (Craik 1975). Katkı atomlarının olmadığı durumda, Neel ve Morin sıcaklıkları arasında malzemenin elektriksel iletkenliği oldukça kötüdür. Hematit için iletkenlik anizotropiktir ve bu durum onun antiferromanyetik özellikleriyle açıklanabilir (Iwata et. al. 2009; Akbar et. al. 2015).



Şekil 2.2. Hematitin kristal yapısı

# 2.4. Hall Olayı

1879 yılında E.H. HALL, dikdörtgen pirizma şeklinde altın örnekte elektrik akımı geçirirken, aynı anda akıma dik doğrultuda manyetik alan uygulandığında, hem akıma hem de manyetik alana dik doğrultudaki paralel yüzeyler arasında akıma dik doğrultuda bir gerilim oluştuğunu keşfetmiştir. Bu olay, Hall olayı olarak tanımlanır ve manyetik alanda hareket eden elektrik yüklerine Lorentz kuvvetinin etkisi ile tanımlanır. Şekil 2.3'de bir Hall sistemi görülmektedir.



Şekil 2.3. Hall sistemi

Lorentz kuvvetinin değeri ve yönü, parçacığın hızı (v) ve manyetik indüksiyonun (B) vektör çarpımı ile belirlenir. Negatif yüklü parçacığa etki eden Lorentz kuvveti,

$$\vec{F} = q(\vec{v} \times \vec{B}) \tag{2.12}$$

şeklindedir. p-tipi bir yarıiletkene, Şekil 2.3.'de gösterildiği gibi bir manyetik alan uygulandığında, pozitif yüklü boşluklara Lorentz kuvvetinin etkisi aşağıdaki gibidir.

$$F_{L} = evB \tag{2.13}$$

Manyetik alanda, boşluklar Lorentz kuvvetinin etkisiyle örneğin; D yüzeyi yönünde hareketlenirler. Bu yüzeye karşı, C yüzeyinde ise negatif yüklü parçacıklar toplanırlar. Böylece, yarıiletkenin C ve D yüzeylerinde yük dengesi bozulur ve bu yüzeyler arası Hall potansiyeli (V<sub>H</sub>) veya Hall elektrik alanı (E<sub>H</sub>) oluşur. Pozitif yüklü boşluklara etki eden Hall alanının kuvveti F<sub>e</sub> ile Lorentz Kuvveti F<sub>L</sub> birbirine zıt yöndedir. Bu kuvvetler eşitlendiğinde başka yük taşıyıcıları toplanması C ve D yüzeylerinde son bulur ve manyetik alan başka yük taşıyıcıların hareketine etki göstermez. Denge durumunda  $F_L=F_e$  eşitliğinden yola çıkılacak olursa iki kuvvetin eşitliğinden bağıntıyı (2.14)'deki gibi yazabiliriz.

$$evB = eE_{\rm H} \tag{2.14}$$

Burada (v) boşlukların hızıdır. Hall alanı ( $E_H$ ) ile Hall potansiyeli ( $V_H$ ) arasında (2.15) bağıntısındaki gibi bir ilişki vardır. Buna göre (2.15) ifadesi;

$$E_{\rm H} = \frac{V_{\rm H}}{a} \tag{2.15}$$

şeklinde tanımlanabilir. Akım yoğunluğu ifadesi ise (2.16)'de olduğu gibi,

$$j = \frac{i}{A} = \frac{i}{ab} = pev$$
(2.16)

bağıntısı ile verilir. Burada p boşlukların konsantrasyonu, Şekil 2.3'deki numunenin yüzey alanını, a ise numunenin genişliğini ifade etmektedir. Bu denklemden hareketle, boşlukların hızını;

$$v = \frac{i}{abpe}$$
(2.17)

şeklinde tanımlamak mümkündür ve (2.15) ifadesi ile verilen Hall alanının (2.14) denkleminde yerine konulmasıyla, örneğin C ve D yüzeyleri arasındaki Hall potansiyeli bağıntısı olan (2.18) denklemi elde edilir.

$$V_{\rm H} = \frac{1}{\rm pe} \, \frac{\rm iB}{\rm b} \tag{2.18}$$

Burada b, örneğin manyetik alan yönündeki boyutudur. (2.18) denkleminde görüldüğü gibi Hall potansiyeli boşlukların konsantrasyonu (p) ve numune kalınlığı (b) ile ters orantılıdır. (2.18) denklemi aynı zamanda (2.19)'de olduğu gibi

$$V_{\rm H} = R_{\rm H} \frac{{\rm Bi}}{{\rm b}} \tag{2.19}$$

yazılabilir. Hall sabiti R<sub>H</sub> ise (2.20) bağıntısında olduğu gibi

$$R_{\rm H} = \frac{1}{\rm pe} \tag{2.20}$$

verilebilir. (2.21) ve (2.22) ifadeleri göz önüne alındığında, yarıiletkende Hall sabitinin işareti, çoğunluk yük taşıyıcılarının işareti ile belirlenir: (-) işareti n-tipi yarı iletkenliği ve (+) işareti p-tipi yarı iletkenliği göstermektedir.

Hall geriliminin çıkarılışında yük taşıyıcılarının hızı, ortalama hız olarak kabul edilmiştir. Gerçekte, elektron ve boşlukların hıza bağlı olan dağılım fonksiyonunu hesaba katmak lazımdır. Bundan başka, Hall gerilimi ve Hall sabiti ifadelerinde yük taşıyıcılarının yansıma mekanizmaları da göz önüne alınmamıştır. Bu faktörler hesaba katıldığında Hall sabitinin daha doğru ifadesi (2.21) ve (2.22) denklemlerinde olduğu gibi,

$$R_{\rm H} = \frac{r}{\rm pe} \tag{2.21}$$

$$R_{\rm H} = -\frac{r}{\rm ne} \tag{2.22}$$

verilir. Burada r Hall faktörüdür. r'nin değerleri yük taşıyıcılarının yansıma mekanizması ile bağlı olup, 1 ve 2 arasında değişmektedir: Yük taşıyıcılarının katkı iyonları ile yansımasında (düşük sıcaklıklarda) r = 1,93; örgü atomlarının ısısal titreşim ile yansımasında (yüksek sıcaklıklarda) r = 1,18; yozlaşmış yarıiletkenlerde ve metallerde r = 1'dir.

# 2.5. Taşıyıcı Yoğunluğu ve Mobilitenin Sıcaklıkla Değişimi

Hem magnetorezistans hem de Hall olayı, farklı saçılma mekanizmaları göz önüne alınarak incelenebilir. Yarıiletkenin iletkenliği, saçılma mekanizmalarına bağlı olarak değişir ve bu değişimde Hall olayı gözlemlenebilir.

Herhangi bir katkılı p-tipi yarıiletken için iletkenlik ( $\sigma_h$ ) ve n-tipi yarıiletken için iletkenlik de ( $\sigma_e$ ) olmak üzere n-tipi ve p yarıiletkenler için iletkenlik bağıntıları;

$$\sigma_{\mathbf{h}} = \mathbf{h} \, \mathbf{e} \, \mu_{\mathbf{h}} \tag{2.23}$$

$$\sigma_{\rm e} = n \, \rm e \, \mu_{\rm e} \tag{2.24}$$

şeklinde ifade edilir. Bu denklemlerde yer alan n, h,  $\mu_e$ ve  $\mu_h$  terimleri sırasıyla, elektron yoğunluğu, boşluk yoğunluğu, elektron mobilitesi ve boşluk (hol) mobilitesini ifade eder. Katkılı yarıiletkenlerde taşıyıcı yoğunluğunun sıcaklığa bağlı değişimi yarıiletkendeki kirlilik atomlarına bağlıdır. O halde n-tipi ve p-tipi yarıiletkenlerdeki taşıyıcı yoğunluklarının sıcaklığa bağlı değişimi (2.25) ve (2.26)'de olduğu gibi;

$$n = N_{d} \exp\left[\frac{E_{f}}{\kappa T}\right]$$
(2.25)

$$h = N_{a} \exp\left[-\frac{(E_{f} + \Delta E)}{\kappa T}\right]$$
(2.26)

tanımlanabilir. Burada,  $N_d$ ,  $N_a$  ve  $E_f$  terimleri sırasıyla donor yoğunluğu, akseptör yoğunluğu ve fermi enerji seviyesini ifade etmektedir. Buradan hareketle n ve p-tipi yarıiletkenler için elektron ve boşlukların (hol) mobiliteleri sırasıyla;

$$\mu_{e} = \frac{e \tau_{e}}{m_{e}}$$
(2.27)  
$$\mu_{h} = \frac{e \tau_{h}}{m_{h}}$$
(2.28)

olarak ifade edilir. (2.27) ve (2.28)'deki bağıntılarda yer alan terimler sırasıyla,  $\tau_e$ ,  $\tau_h$ ,  $m_e$  ve  $m_h$  elektron ve boşluklar için çarpışmalar arası ortalama serbest zaman ve elektron ile boşlukların etkin kütlelerini ifade etmektedir. Yarıiletkende sıcaklığa bağlı olarak mobilite değişimi ise (2.29) bağıntına göre;

$$\mu_e = \frac{e.\,l_e}{m_e^{1/2}.\,(3KT)^{1/2}} \tag{2.29}$$

şeklinde yazılabilir. Burada  $l_{e}$  ortalama serbest yol kristal içerisindeki farklı saçılmalara bağlı iken taşıyıcı mobilitesinin sıcaklığa T<sup>-3/2</sup> ile bağlı olduğu görülür (Omar et. al. 1975).

Parametrelerden  $r_e$  ve  $r_b$  Hall faktörleri, kristalin bant yapısına, sıcaklığa ve saçılma mekanizmasına bağlı olarak değişim gösterir. Bu Hall faktörü hesaplarında ise Drude tipi yaklaşım yaygın olarak kullanılmaktadır. Drude yaklaşımında izotropik saçılma zamanı sabit küresel tek elektron ile parabolik şekilde enerji bandı kabulleri yapılmış ve  $r_e=r_b=1$  olarak alınmıştır. Ayrıca bu modelde mobilitenin sıcaklıkla değişimi, elektrik taşıyıcısı ve fonon istatistiğine bağlıdır. Fakat Mitchel et al. (1982), yaptıkları çalışmada saçılma zamanını hız ve enerjinin bir fonksiyonu olarak aldıklarında (r) faktörünün 1'den farklı değerler aldığını gösterdiler. Küresel bant yaklaşımında ise elektron ve boşluklar, küçük dalga vektörleri sayesinde akustik fononlar tarafından saçılırlar, bu durumda  $r_e = r_b = 3\pi/8$  ile ifade edilir ve bu yaklaşımların hepsinde  $r_e$  ile  $r_b$  sıcaklıktan bağımsızdır (Putlay et. al. 1960).

#### 2.6. Gaz Sensörleri

Gaz sensörü uygulamalarında oksit tabanlı yarıiletken malzemeler oldukça önemli bir yer kaplamaktadır. Gaz sensörlerinde aranan önemli parametreler başlıca şunlardır:

- Yüksek Hassasiyet: Sensörün çok az miktarda gaza maruz bırakılması halinde de sensörden bir cevap alınabilmelidir.
- Çalışma Sıcaklığı: Sensör istenen sıcaklıkta çalıştırılabilmeli, sıcaklık, sensörü fazla etkilememeli ya da sensörün yüksek sıcaklıkta çalışması istendiğinde yarıiletken bu sıcaklığa dayanabilmelidir.
- Kararlılık: Sensörün aynı miktarda aynı şartlarda maruz kaldığı gaza farklı zamanlarda aynı tepkiyi verebilmesi gerekir.
- Seçicilik: Bir gaz karışımından sadece istenen gaz algılanabilmeli, yani yapı sadece istenen gaza has özelliğe sahip olmalıdır.
- Hızlı Reaksiyon: Yüzeye ulaşan gaz yarıiletkenle hemen etkileşip bir reaksiyon üretmelidir; yani tepki süresi kısa olmalıdır.
- Kullanım Ömrü: Sensör defalarca kullanılabilmelidir.
- Kolay Üretilebilirlik: Kullanılacak yarıiletkenin sentezlenmesi kolay olmalıdır.
- Düşük Maliyet: Sensör olarak kullanılacak malzeme düşük maliyetli olmalıdır.
- NO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, CO gibi gazlara karşı tepki hızı yüksek ve süresi kısa olmalıdır.
- Sensörün gazlara olan tepkisi tekrar edilebilir olmalıdır
- Yüksek ve düşük sıcaklıklarda kararlı çalışabilme özelliğine sahip olmalıdır.

- Farklı ortamların (sıcaklık, basınç, nem...vs.) sensör yapısında uzun süre değişiklik meydana getirememesi ve bu ortamlarda göstermiş olduğu kararlılığı iyi olmalıdır.
- Sensör verimlilik faktörü yüksek olmalıdır.
- n-tipi bir yarıiletken gaz sensörü için oldukça fazla taşıyıcı elektrona, p-tipi bir yarıiletken gaz sensörü için ise fazla taşıyıcı hollere sahip olmalıdır.
- Gaz sensörü yarıiletkeni yüzey atomlarının, ortamda bulunan diğer gazlarla ya da sıvılarla tepkimeye girerek taşıyıcı konsantrasyonunu azaltacak şekilde bir özelliğe sahip olmamalıdır.

Bu özellikler göz önünde bulundurulduğunda oksit tabanlı yarıiletken gaz sensörlerinden NiO yarıiletken gaz sensörleri, gaz tepkime hızı, tepki süresi, kararlılığı oldukça yüksek olan, genellikle p-tipi büyüyen, taşıyıcı yükleri holler olan ve elektrikelektronik aygıtlarda sık bir kullanım alanına sahip önemli bir malzemedir.

Bu bilgiler ışığında literatür çalışmalarında bir çok araştırmacı, farklı ortam ve sıcaklıklarda değişik kristal yapıya sahip NiO ince filmlerini büyüterek gaz sensörü uygulamalarında farklı gazlar kullanarak NiO ince filmlerinin bu gazlara vermiş olduğu tepkiyi analiz ettiler, uygulanan gazların, yarıiletken üzerindeki yapısal ve elektriksel parametreleri nasıl değiştirdiklerini gözlemlediler. Bu gözlemler sonucunda ince film NiO yarıiletkeninin gaz sensörlerinde kullanımının önemine dikkat çektiler.

# **3. MATERYAL ve YÖNTEM**

#### 3.1. Sputtering (Sıçratma) Tekniği

Sıçratma tekniği, hedef atomların plazma iyon bombardımanı yardımıyla koparılarak taban yüzeyine biriktirme yöntemi olarak tanımlanabilir. Bombardıman işlemi, ince bir film gibi bir taban üzerine yoğunlaşabilen hedef atomların saçılmasına neden olur. İkincil elektronlar da iyon bombardımanın bir sonucu olarak hedef yüzeyinden yayılır. Bu metot da genellikle argon (Ar) gazı kullanılır. Bu gaz iyonize edilmiş ve hedef malzemeye doğru hızlandırılmış olduğundan hedef atomlara çarparak enerji ve momentum aktarımı sonucu hedefteki atomları kopartarak iyonizasyon gerçekleştirilir.

Hızlandırılmış iyonlar ile katı malzeme yüzeylerinin bombardıman edilmesi suretiyle malzemelerin katı halden buharlaştırılması olan temel sıçratma işlemi yıllardır bilinmekte ve kullanılmaktadır. Birçok malzeme bu yöntemle kaplanmasına rağmen bu tekniğin eksik noktaları da vardır. Bu eksiklikler başlıca; kaplama oranının düşüklüğü, plazmada düşük iyonlaşma verimi ve taban malzemenin aşırı ısınması olarak sıralanabilir. Bunun yanı sıra, bu dezavantajlar, değişken manyetik alanda sıçratma ve kararlı manyetik alanda sıçratma ile giderilmeye çalışılmıştır. Bu tekniğin yanında farklı teknikler kullanılabilir. Bu tekniklerden bazılarını aşağıdaki gibi sıralayabiliriz.

- 1- DC Diyot Sıçratma
- 2- AC Sıçratma
- 3- RF (Radio Frequency) Sıçratma
- 4- DC Magnetron (DC Manyetik Alan ) Sıçratma
- 5- DC Darbeli Magnetron Sıçratma
- 6- İyon ve Plazma Işın Sıçratma

DC Magnetron (DC Manyetik Alan ) Sıçratma yöntemde, iyonlaşmış argon atomlarını hızlandırmak için kullanılan elektrik alana dik doğrultuda bir DC manyetik alan uygulanır ve bu manyetik alan ile hedef üzerinde iyon konsantrasyonu artırılmış olur.

Manyetik alan etkisi, hedeften kopan elektronların yüzey etrafında dolanmasına neden olur. Dolanan bu elektronlar, yüzey üzerinde yüksek yoğunluklu bir plazma oluşturarak DC magnetron sıçratma sürecini başlatır.

Başka bir ifadeyle DC magnetron sıçratma yöntemi ile kaplama, her şeyden önce bir vakum-kaplama prosesidir. Bu yöntemde parıltılı bir boşalma için düşük basınçlara kadar inilir. Plazma içerisindeki iyonlar yardımıyla, kaplama malzemesi olan hedeften, atom ya da moleküller sökülür. Plazma oluşturulurken, hedef (katot) ve taban malzeme (anot) elektrotları arasına DC gerilim uygulanır. Hedef ile taban malzemenin her ikisi de elektriksel olarak iletken ise DC güç kaynağı kullanılırken, hedef iletken ya da yalıtkan ve taban malzeme yalıtkan (polimer ya da seramik) ise RF güç kaynağı kullanılır. Elektrotlar arasında parıltılı bir boşalma plazmasının oluşabilmesi için vakum ortamına Ar gibi inert gaz gönderilir. Sıçratma terimi, hedef yüzeyinden atomik seviyede parçacık çıkarma prosesini tanımlar. Hedef, plaka şeklinde olabileceği gibi, taban malzeme de hedefe paralel şekilde konumlandırılmış plaka şeklinde olabilir. Hedef ile taban malzeme boyutları hemen hemen birbirine eşittir ve kaplanacak malzeme için soğutma düzeneği de mevcuttur. Plazma bölgesi, hedeften çıkan birincil elektronlar, bu elektronlar sayesinde gazın iyonizasyonu sonucu sökülen atom ve moleküller ve taban malzemeye çarpması sonucunda ortaya çıkan ikincil elektronlar, yeniden sıçratılmış iyonlar, saçılan atomlar ve fotonlardan meydana gelir. Hedef ile taban malzeme arasına verilen DC gerilim neticesinde, hedeften çıkan elektronlar argon gazını iyonize edecek, iyonize olan bu pozitif (+) yüklü parçacıklar da negatif (-) yüklü hedefe çarpıp oradan atom ya da molekül sökecek, sıçratma işlemi başlamış olacaktır. Sökülen bu atomlar taban malzemeye doğru yönlenecek ve taşıdıkları kinetik enerjiye göre taban malzeme üzerine birikmeye başlayacaktır. Böylece kaplama olayı yavaş yavaş gerçekleşmeye başlayacaktır. Bu esnada (+) yüklü iyonlar, hedeften atom ya da molekül çıkarmanın yanı sıra, elektron da sökerler. Hedeften çıkan bu elektronlar, daha önce oluşturulmuş plazmanın sürekliliği açısından oldukça önemlidir, fakat bu elektronlar taban malzemeye ulaşıp yüzeyden elektron sökebilecek derecede bir enerjiye sahip olurlarsa, taban malzemede ikincil elektronların yayılmasına neden olabilirler. Bu ise filmin büyümesini yavaşlatır ya da tamamen durdurabilir. Ayrıca (+) yüklü iyonların çok fazla

enerjiye sahip olması durumunda, taban malzemeye ulaşıp atom mobilitesini artırarak yeniden sıçratma olayına yol açması da söz konusudur. Bu olay; kaplamanın yeniden sökülmesi olayıdır ki, bu kesinlikle istenmeyen bir durumudur. Bu nedenle, kaplama hızı mümkün oldukça yeniden sıçratmaya yol açmayacak şekilde düşük seviyede tutulur. Öyle ki, sıçratma proseslerinde dakikada yaklaşık olarak birkaç <sup>o</sup>A'luk bir kaplama yapılırken, buharlaştırma proseslerinde bu oran daha da büyük tutulabilir (Budinski et. al. 1988).

Sıçratma tekniğinin en önemli üstünlüklerinden birisi de; reaktif olarak sıçratma işleminin yapılabilmesidir. Bu proseste, plazmanın oluşumunda azot, amonyak, oksijen ya da karbondioksit gibi aktif gazlarda kullanılabilir. Hedeften sıçratılan kaplama atomları ya da molekülleri, bu aktif gazlarla reaksiyona girerek taban malzeme üzerinde bir bileşik oluştururlar. Örneğin; hedef malzeme titanyum, plazma gazı da azot ya da amonyak ise taban malzeme üzerinde titanyum nitrür oluşur. Yine aynı şekilde hedef malzeme alüminyum, reaktif gaz ise oksijen olması durumunda ortaya çıkan kaplama alüminyum oksit tabasıdır. Bahsettiğimiz bu tabakalar, aşınmaya dirençli kaplamalardır. Oluşan bu kaplamalara, reaktif kaplama adı verilir ve bu şekilde çok sayıda reaktif kaplamalar elde edilebilir. Fakat burada önemli olan ve göz önünde bulundurulması gereken faktör, hedeften sökülen kaplama malzemesi ile kullanılan reaktif gaz arasındaki uyum ya da ilgidir. Kısacası, sıçratma sisteminde vakum odasına gönderilen gazın iyonize edilmesi, bu iyonize edilen gaz atomlarının hedefe çarparak atom ya da molekül sökmesi olayıdır. Yani buharlaştırma olayı fiziksel olarak yapılmaktadır. Dolayısıyla gerek işlev gerekse yöntem bakımından termal buharlaştırmadan farklı bir büyütme tekniğidir.

Şayet sıçratma sistemi Şekil 3.1.'deki gibi ise, sistem düzlemsel diyot (planar diode) adını alır. Diyotlardan biri olan anot, genellikle taban malzemelerin bağlandığı plakalardır. Bu plakalar metal ise, taban malzemelerin de iletken olması zorunlu değildir. Diyot sıçratma için genellikle elektrotlar arasında 500-5000 Volt kadar bir gerilim üretecek kapasitede DC güç kaynakları kullanılır. Şayet hedef yalıtkan (plastik ya da seramik) ise, 500-5000 W gücünde bir RF kaynağı kullanılır.



Şekil 3.1. Düzlemsel diyot sıçratma ile kaplama sisteminin şematik gösterimi

Kaplama morfolojisinde gaz basıncı oldukça önemli bir parametredir. Düzlemsel diyot prosesinde, hedef ile taban malzeme vakum odası içerisinde istenilen mesafede yerleştirilir. Daha sonra bu iki elektrot uygun bir şekilde bağlanır ve gerilim uygulanır. Elektrotlar arasında plazma oluşuncaya kadar gerilim verilir ya da yükseltilir. Parıltılı boşalma başladığında, artık kaplama prosesi de başlamıştır. Bundan sonra istenen kaplama kalınlığına kaplama işlemine devam edilebilir.

Kaplama kalınlığında en önemli parametreler: Hedef ile taban malzeme arasındaki mesafe, güç kaynağına verilen gerilim, toplam gaz basıncı (Örneğin; Ar+O<sub>2</sub>), kaplama süresi, sistem geometrisi ve taban malzemenin yüzey kalitesi, taban malzeme üzerine

doğru yönelen atomların sapma açısı ve eğer reaktif bir gaz kullanılacaksa, bu gazın kısmi basıncıdır.

Manyetik alanda sıçratma, sıçratma işleminin geliştirilmiş halidir. Bu tip sistemde, kullanılan magnetronlar plazma içerisindeki elektronların istenilen yönlerde hareketini sağlayarak plazmanın verimini artırır. Sıçratma için proses kontrol parametreleri; katot/anot bölgesi, elektrotlar arasındaki mesafe, plazma akımı, elektrotlar arasındaki gerilim, plazmayı oluşturmak için kullanılan gazın basıncı ve cinsidir.

Kaplama tekniği için geliştirilen son gelişme; katodik ark kaplama işlemidir. Kaplanacak numuneleri taşıyan katotlar, birkaç metrekare alana sahip olabilir ve manyetik alanda sıçratma tekniğinde olduğu gibi ikincil elektron hareketini ayarlamak için bu katotlara bağlı kalıcı mıknatıslar (magnetler) vardır. Bu kaplama prosesinin tek farkı; kaplama oranını artırmak için ilave olarak bir arkın verilmesidir. Katot ile anot (numune) arasında plazma oluşturulduktan sonra farklı ekipmanlarla katot yüzeyinde ark oluşturulur. Ark bir kez oluşturulursa, katot üzerinde 100 m/s'nin üzerinde bir hızla hareket ettirilir. Katodik ark kaplama, klasik sıçratma yöntemi ile kaplama işleminden çok daha yüksek enerjili bir prosestir. Bu proses; CD, traş bıçakları, kesici takımlar ile mimaride kullanılan camların, fotoelektrik cihazların ve bir çok elektrik cihazın kaplanmasında ticari amaçlarla da kullanılmaktadır.

Bu tekniğin en önemli avantajı; yüksek yoğunluklu sıçratma işleminin, bu yoğun plazma ortamının yardımıyla gerçekleştirilebilmesidir. Öte yandan, DC magnetron sıçratma yönteminin olumsuz tarafı ise; hedef üzerinde oluşan düzgün olmayan plazmanın magnetron oluşumunu etkilemesidir. Ayrıca, üretim sürecinin düzgün gerçekleştirilmesi için tabanın hedefe göre pozisyonu iyi ayarlanmalıdır. Manyetik alanda sıçratma, nano kristal yapıda boyut, yoğunluk ve kalınlığın kontrol edilebildiği bir metottur. Son yıllarda büyütme tekniği olarak bu tekniğin kullanıldığı görülmektedir. Bunun sebebi; manyetik alanda sıçratma tekniği ile üretilen malzemelerin mikro elektronik, optik, manyetik ve optik kayıt ortamları, solar kontrol endüstrisi gibi geniş bir alana hitap etmesi olarak belirtilebilir. Bu yöntem çok tabakalı

film büyütme için de elverişli olduğu, kaplama işlemi sırasında sıcaklık, film kalınlığı, kaplama oranı ve gazın kimyasal bileşimi gibi kaplama parametrelerinin iyi bir şekilde kontrolünü sağladığı bilinmektedir. Çok tabakalı film büyütülmesinde genelde çok hedefli sıçratma sistemi kullanılır. Basit bir sputtering (sıçratma) sistemi, Şekil 3.2'de verilmiştir.



Şekil 3.2. Sputtering (sıçratma) sisteminin şematik gösterimi

Başarılı bir sıçratma ile kaplama tekniğinde  $10^{-7}$ - $10^{-8}$  Torr basıncın altındaki vakum ortamında ve  $5x10^{-3}$  Torr'dan küçük, düşük gaz basıncında yapılmalıdır. Bileşik hedef kullanılarak üretilen filmlerde, taşıma ve yoğunlaşma sırasında en uçucu elementin (SiO<sub>2</sub> ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> deki oksijen gibi) eksilme durumuyla karşılaşılabilir. Bunu önlemek için sıçratma sisteminde kullanılan gaza bu element eklenebilir. Bu sistem ile üretilen malzemenin yapısının şu etkenlerle değiştiği bilinmektedir.

- Gaz içerisindeki sıçratılmış parçacıkların enerji ve kütleleri
- Bombardıman açısı
- Bağlanma enerjisi gibi (Ni için yaklaşık 8,5 MeV) hedef maddeye ait yapısal özellikler
- Hedef yüzeyinin morfolojisi ve düzgünlüğü

Sıçratma tekniğini şu şekilde özetlemek mümkündür:

- Sıçratma ile büyütülen kaplamalar, proses sırasında ortaya çıkan sıcaklılara dayanabilecek her türlü taban malzemeye uygulanabilir. Sıcaklıklar genellikle 260-540 <sup>0</sup>C arasındadır. Bu sıcaklık aralığında, birçok malzeme bozulabilir. Plastik türü malzemelerin anot olması durumunda su soğutmasına gereksinim duyulur. Dolayısıyla taban malzemesi sıcaklığı, uygun taban malzeme seçimi açısından önemli bir parametredir.
- Termal buharlaştırma işlemlerinde, yüzey temizliği çok önemli bir prosestir. Plazma içerisindeki iyonların taban malzemeye çarptırılmasıyla temizleme işlemi yapılabilir.
- Sıçratma ile kaplanabilen malzemeler; a) Saf metaller, b) Alaşımlar, c) İnorganik bileşikler, d) polimer türü malzemelerdir.

Sıçratma ile kaplamanın, termal buharlaştırma tekniğine göre en büyük üstünlüklerinden birisi, istenen oransal bileşimde kaplamaların elde edilebilmesidir. Tek bir hedef ile üniform yapıda kaplama yapabilmek mümkündür. Ayrıca reaktif sıçratmada, taban malzeme yüzeyinde tek hedef ve inert bir gaz ile istenen oransal bileşimde ince film büyütme imkanı mevcuttur. Fakat termal buharlaştırma tekniğinde bunu yapmak için birden fazla ısıtma potasına ihtiyaç olup, istenen bileşim ve homojenlikte bir ince film elde etmek zordur. Sıçratma tekniği ile elde edilen kaplamalar, termal buharlaştırma işlemine göre yüksek enerjili bir proses olup, uygulama yönünden, termal buharlaştırma yöntemi ile büyütülmesi zor olan malzemeleri kaplamak için kullanılan etkili bir yöntemdir.

#### 3.2. Karakterizasyon Analizi

Herhangi bir numunenin fiziksel, yapısal ve kimyasal özelliklerini belirlemek amacıyla kullanılan yöntemlerin tamamına karakterizasyon analizi adı verilir. Karakterizasyon analizi bize, numunenin kullanım amacına uygun olup olmadığı hakkında oldukça detaylı bilgiler verir.

Laboratuvarda yaptığımız çalışmalarda farklı ince filmlerin yapısal, optik, morfolojik ve elektriksel özellikleri başlıca 7 grup altında incelenerek filmlerin karakter analizleri yapılmıştır.

# 3.2.1. Optik Soğurma Ölçümü

Üretilen ince filmlere ait optik özellikleri belirlemede, Atatürk Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü katıhal laboratuvarında bulunan çift ışınlı 175-1100 nm dalga boyu aralığına sahip Pelkin Elmer Bambda 45 UV-VIS spektrometre kullanıldı.

Yarıiletkenlere ait optik özelliklerin ve soğurma dalga boyunun belirlenmesinde en çok kullanılan, numuneye zarar vermeyen ve tahrip etmeyen yöntemlerden birisi soğurma ölçüm metodudur. Şekil 3.3'te soğurma ölçüm sistemi gösterilmiştir. Bir yarıiletkene ait yasak enerji aralığını ve bant tipini belirlemede bu yöntem kullanılabilir. Ölçümler sonucunda soğurma spektrumuna göre elde edilen  $(\alpha hv)^2 \sim hv$  değişim fonksiyonu ile yasak enerji aralığı tayin edilir. Fonksiyonun lineer doğrusunun, hv eksenini  $(\alpha hv)^2=0$  noktasında kestiği enerji değeri, o numuneye ait olan yasak enerji aralığını vermektedir (Bagde et. al. 2003).



Şekil 3.3. Optik soğurma ölçüm sistemi
Numune üzerine gelen ışının enerjisi hv ve numunenin yasak enerji aralığı  $E_g$  olmak üzere; hv<  $E_g$  ve  $\alpha(hv)=0$  olması durumunda soğurma yoktur. Bu varsayım dışındaki hallerde optik bant aralığı,  $\alpha hv = A(hv-E_g)^{1/n}$  eşitliği ile hesaplanabilir. Burada; n=0,5 ise numunenin bant aralığı direk, n=2 olması durumunda ise numunenin bant aralığı endirektir (Otto et. al. 2011).

Herhangi bir numunenin üzerine belli bir enerji ve dalga boyunda ışın gönderildiğinde, gönderilen ışın yansıyabilir, numuneden geçebilir ya da soğrulabilir. Gönderilen ışın, soğrulma bölgesinde numunenin atomlarının frekansıyla rezonans haline geldiği anda soğurma olayı gerçekleşir (Fox 2001). Aslında soğurma; numune içerisinde mevcut olan elektriksel yüklerin, numune üzerine düşürülen ışının elektromanyetik dalgalarıyla etkileşime girmesi sonucunda ortaya çıkan enerji kaybı veya elektromanyetik dalganın enerjisinde meydana gelen azalma olarak tanımlanabilir. d kalınlığında bir numune üzerine gönderilen elektromanyetik dalganın ilk enerji şiddeti (I<sub>0</sub>) olmak üzere, soğrulan elektromanyetik dalganın son enerji şiddetini veren ifade Beer Yasası'na göre verilir. Buna göre soğurma;

$$I = I_0.e^{-\alpha d}$$
(3.1)

eşitliği ile verilir. İfadede yer alan  $I_0$ : Numune üzerine gönderilen elektromanyetik dalganın ilk enerji şiddeti, I: d kalınlığına sahip olan numuneden geçen elektromanyetik dalganın geçtikten sonraki son enerji şiddeti,  $\alpha$ : Numuneye ait soğurma katsayısını ifade etmektedir.

### 3.2.2. XRD Ölçümü

Laboratuvarda büyüttüğümüz ince filmlerin yapısal analizlerini yapmak için Atatürk Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü kristal büyütme laboratuvarında bulunan Bruker D2 Phaser Sistem kullanıldı. X-ışınları kırınım tekniği (XRD), numuneye ait olan tanecik boyutu, tanecik yönelimi, kimyasal bileşimi ve örgü sabiti gibi büyüklüklerin analizinde kullanılan oldukça etkili bir tekniktir. Şekil 3.4'te XRD cihazı ölçüm sistemi verilmiştir. XRD, özellikle rastgele yönelimli polikristal numunelerin analizinde oldukça kullanışlı bir yöntemdir (Cullity 1978). Bu teknik, numune üzerine farklı  $\theta$  açılarında, dalga boyu ( $\lambda$ ) sabit olan monokromatik X-ışını göndererek kırınıma uğrayan X-ışınlarını bir dedektör yardımıyla sayma işlemidir. Burada, gönderilen ışınlarının dalga boyu ( $\lambda$ ) sabit,  $\theta$  açısı değişken olduğundan, ışın demetinin kristal düzlemi ile uygun  $\theta$  açısı yakalandığı durumda maksimum yansıma (pik) meydana gelir.



Şekil 3.4. XRD cihazı ölçüm sistemi

#### 3.2.3. Raman Spektroskopisi

Numunelere ait Raman analizleri, Atatürk Üniversitesinde kurulu olan, Doğu Anadolu İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (DAYTAM) bünyesinde bulunan WITec Alpha 300 Series Raman High-Resulation Optical and Scanning Probe Microscopy Systems ölçüm cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Herhangi bir madde üzerine foton düşürüldüğü zaman bu foton maddeden saçılabilir, madde tarafından soğrulabilir ya da madde ile hiçbir etkileşme olmadan geçebilir. Gelen fotonun enerjisinin, molekülün tabanı ile uyarılmış enerji seviyesi arasındaki farka eşit olması durumunda foton soğrulur. Fotonun molekülden saçılması halinde ise foton enerjisinin, molekülün iki seviye arasındaki farka eşit olmasına gerek yoktur (Simith et. al. 2005). 1928 yılında Raman, Raman etkisi olarak bilinen başka bir saçılma çeşidini bulmuştur (Colthup et. al. 1990).

Numunelerin Raman analizleri, görünür bölge (GB) veya monokromatik ışından oluşan güçlü bir lazer kaynağıyla ışınlanmasıyla saçılan ışının belirli bir açıdan ölçümüne dayanır. Moleküllerin şiddetli bir monokromatik ışın demeti ile etkileşmesi sırasında ışık absorpsiyonu olayı gerçekleşmiyorsa ışık saçılması olayı meydana gelir. Işık saçılması sırasında saçılan ışığın büyük bir kısmının enerjisi madde ile etkileşen ışığın enerjisine eşit olur ve bu tür elastik saçılma olayına Rayleigh saçılması denir. Elastik saçılma olayının yanı sıra saçılan ışığın çok az bir kısmı elastik olmayan saçılmaya uğrar bu olay ise Raman saçılması adını alır. Rayleigh saçılması olayında Raman saçılmasına göre  $10^4$  -  $10^5$  kez daha şiddetli bir saçılmış ışık oluşur. Ancak Rayleigh saçılması tek bir pik verir ve titreşim geçişleri hakkında bilgi vermez. Raman saçılması sırasında saçılan ışığın enerjisinde molekül ile etkileşen ışığınkine göre oluşan fazlalık veya azlık ışıkla etkileşen molekülün titreşim enerji düzeyleri arasındaki enerji farkları kadardır. Bu nedenle Raman saçılmasının spektroskopik incelenmesi ile de moleküllerin titreşim enerji düzeyleri hakkında bilgi edinilebilir. Bu tür bir spektroskopik yöntem Raman spektroskopisi adını alır. Bu yöntemde molekül ile etkileşen ışığın dalgaboyuna göre saçılan ışığın dalgaboyunda oluşan farklar ölçülür. Bu farklar Raman kayması olarak adlandırılır. Moleküller ile etkileştirilen ışığın kaynağı olarak özellikle son yıllarda genellikle lazer türü kaynaklar kullanıldığından bu yönteme Lazer Raman Spektroskopisi adı da verilir. Şekil 3.5'te bir Raman spektroskopisine ait basit şema ve çalışma prensibi gösterilmiştir.

 $hv_0$  enerjili ve molekülün absorplamadığı bir foton molekül ile etkileştiğinde saçılmadan önce çok az sayıda foton enerjilerinin bir kısmını moleküllere aktarır veya moleküllerden çok az sayıda fotona bir miktar enerji aktarılır. Bu enerji aktarımı olayı sonucu moleküller fotonla etkileştikten sonra farklı titreşim enerji düzeylerinde bulunurlar. Gönderilen fotonun enerjisinin bir kısmı moleküle aktarılıyorsa Stokes, molekülden bir miktar enerji fotona aktarılıyorsa Antistokes hatları oluşur. Moleküllerin infrared fotonunu absorplayabilmesi, yani molekülün bu fotonla rezonansa girebilmesi için molekül titreşirken dipol momentinde periyodik ve fotonun frekansına eşit frekanslı bir değişmenin olması gereklidir.

Bir molekülün bir fotonla Raman türü saçılma etkileşmesine girebilmesi için molekülün titreşimi sırasında etkileştiği fotonun elektrik alanı tarafından periyodik ve fotonun frekansına eşit frekanslı olarak polarlanabilmesi yani periyodik ve geçici bir dipol momentinin oluşması gereklidir. Raman hatlarının şiddeti, titreşen molekülün fotonla etkileşirken oluşan polarlanabilme değişim hızının karesi ile orantılıdır.



Şekil 3.5. Raman spektrometresinin çalışma prensibi

## 3.2.4. AFM Ölçüm Sistemi

AFM'yi, 1985 yılında Binnig, Quate ve Gerber icat ettiler. Orijinal AFM'leri, bir altın folyo şeridine tutturulmuş bir elmas parçasından oluşuyordu. Elmas ucu doğrudan

etkileşim mekanizması sağlayan inter-atomik Van der Waals kuvvetleri ile yüzeye temas ettirdiler. Konsolun dikey hareketinin algılanması ikinci bir uçla gerçekleştirildi.

Atomik kuvvet mikroskobu (AFM), katı bir materyalin yüzeyini atom seviyesine kadar analiz eden bir tekniktir. AFM'de, yüzey özelliklerini 100 milyon kata kadar büyütmek için mekanik bir sonda kullanılarak yüzeyin 3 boyutlu görüntüleri üretilir. Teknik, tarama tünelleme mikroskopisi (STM) olarak adlandırılan benzer teknolojiden türetilmiştir. AFM, veri depolama, telekomünikasyon, biyotıp, kimya ve havacılık da dahil olmak üzere birçok alanda kullanılmaktadır.

Atomik kuvvet mikroskopisi, örnekleri nano ölçekte incelemek için tartışmasız çok yönlü ve güçlü mikroskopi teknolojisidir. Çok yönlüdür, çünkü atomik bir kuvvet mikroskopu sadece üç boyutlu topografyada görüntü oluşturmaz, aynı zamanda bilim insanlarının ve mühendislerin ihtiyaçlarına çeşitli yüzey ölçümleri de sağlar. Bir AFM, angstrom gibi küçük ölçekli alanlarda yüksek çözünürlüklü görüntüler üretebilir. Şekil 3.6'da bir AFM'ye ait çalışma prensibi gösterilmiştir.

Bir AFM, numune yüzeyinde tarama yapmak için çok keskin uca sahip konsol şeklinde bir kol kullanılır. Uç yüzeye yaklaştıkça, yüzey ile uç arasındaki itici-çekici kuvvet, konsolun yüzeye doğru sapmasına neden olur. Bir lazer ışını, yüzeye doğru veya yüzeyden uzakta konsol (manivela) sapmalarını tespit etmek için kullanılır. Bu değişiklikleri izlemek için konuma duyarlı foto diyot (PSPD) kullanılabilir. Böylece bir AFM, ucu yükseltilmiş bir yüzey özelliğinin üzerinden geçerse, ortaya çıkan konsol sapması (ve ardından yansıyan ışının yönündeki değişimi) PSPD tarafından kaydedilir. AFM cihazı, bir alanın üzerini manivela vasıtasıyla tarama yaparak numune yüzeyinin topografisini görüntüler. Numune yüzeyindeki kaldırılmış ve indirilmiş özellikler konsolun PSPD tarafından izlenen sapmasını etkiler. Yüzey üzerinde uç yüksekliğini kontrol etmek için bir geri besleme döngüsü kullanarak (sabit lazer konumunu korur) AFM, yüzey özelliklerinin doğru bir topografik haritasını oluşturabilir.



Şekil 3.6. AFM çalışma prensibi

# 3.2.5. SEM Ölçüm Sistemi

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), katı numunelerin yüzeyinde çeşitli sinyaller üretmek için, odaklanmış yüksek enerjili elektronlardan oluşan bir demet kullanır. Elektron-numune etkileşimlerinden elde edilen sinyaller, dış morfoloji (doku), kimyasal bileşim ve numuneyi oluşturan kristal yapı gibi konularda numune hakkında bilgi verir. Çoğu uygulamada, numune yüzeyinin seçilen bir alanı üzerinden veriler toplanır ve bu özelliklerin mekansal varyasyonlarını gösteren 2 boyutlu bir görüntü oluşturulur. Genişliği yaklaşık 1 cm ile 5 mikron arasındaki alanlar, klasik SEM teknikleri kullanarak bir tarama modunda görüntülenebilir. SEM, aynı zamanda numune üzerinde seçilen noktasal yerlerin analizlerini yapabilir; Bu yaklaşım, kimyasal bileşimleri, kristal yapıyı ve kristal yönelimleri, niteliksel veya yarı niceliksel olarak belirlemekte özellikle yararlıdır. Şekil 3.7'de SEM ölçüm sistemine ait çalışma prensibi gösterilmiştir. SEM'deki hızlandırılmış elektronlar önemli miktarda kinetik enerji taşırlar ve bu enerji, katı örnekte elektronları yavaşladığında, elektron-numune etkileşimleri tarafından üretilen çeşitli sinyaller gibi yayılır. Bu sinyaller, ikincil elektronları, geri saçılan elektronları, kırınmış geri saçılan elektronları, fotonları, görünür ışık ve ısı büyüklüklerini içerir. İkincil elektronlar ve geri saçılan elektronlar, görüntüleme numuneleri için yaygın olarak kullanılır. İkincil elektronlar, morfolojiyi ve topografiyi numuneler üzerinde göstermek için en değerli olanlardır ve geri yansıyan elektronlar, çok fazlı numunelerde kompozisyonun kontrastlarını (hızlı faz ayrımcılığı için) göstermek için en değerlidir.

SEM nesnelerin şekilleri için yüksek çözünürlüklü görüntüler üretmek ve kimyasal kompozisyonlarda lokal varyasyonları göstermek, kalitatif kimyasal analiz ve / veya kristal yapıya dayalı fazları tanımlamak için rutin olarak kullanılır. Bunun yanı sıra SEM özellikle;

1) EDS kullanarak elemente ait haritalar veya nokta kimyasal analizler elde etmek,

2) Atomların ortalama sayısına dayalı fazların ayrımcılığını yapmak,

**3**) Tipik olarak geçiş metali ve nadir toprak elementleri arasındaki farklılıklara dayalı kompozisyon haritalarını oluşturmak amacıyla kullanılan etkili bir yöntemdir.



Şekil 3.7. SEM çalışma prensibi

#### 3.2.6. Elektriksel Analizler ve Hall Ölçümleri

Üretilen yarıiletken ince filmlerin elektriksel analizleri Atatürk Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü, Kristal Büyütme Laboratuvarı'nda bulunan kapalı devre helyum kryostat (4-600K) ve tam otomasyonlu 0-3,5T elektromagnet kullanılarak alınmıştır.

Hall Etkisi ölçümleri ile numuneye ait taşıyıcı yoğunluklarının yanı sıra yarıiletkenintipi belirlenebilir. Ayrıca, Hall ölçümleri ile iletkenlik ölçümü (Van-der Pauw) birleştirilerek aynı anda yarıiletkenin-tipi, taşıyıcı yoğunluğu (elekton ya da hol) ve Hall mobilitesi saptanabilir.

#### 3.2.7. Gaz Sensörü Analizi

Numunelere ait gaz sensör özellikleri, Atatürk Üniversitesi Fen Fakültesi, Fizik Bölümü, katıhal laboratuvarında bulunan ve kendi tasarımımız olan gaz sensör ölçüm cihazı kullanılarak belirlendi.

Farklı yöntemler kullanılarak üretilen gaz sensörleri gerekli kontak işlemleri yapıldıktan sonra, taban sıcaklığı ayarlanabilen akım ölçümlerinin yapılacağı ortama yerleştirilir. Akış miktarları ayarlanabilen ve farklı gaz giriş uçları bulunan hücre içerisine örneklerin yerleştirilmesiyle ortam vakum altına alınır. Ortamda bulunan yabancı atom ve kirliliklerden arındırmak, numune yüzeyini temizlemek amacıyla, belirli sıcaklık (örneğin, 200-250  $^{0}$ C) ve süreyle ortama N<sub>2</sub> gazı gönderilir. Numuneler üzerine yapılan kontaklar yardımıyla sabit gerilim uygulanarak, numunelerin üzerinden bir akım geçişi sağlanır ve belirlenen süre boyunca akım değeri ölçülür. Sonrasında diğer gaz girişinden N2 gazının uygulanma süresi kadar H2 gazı uygulanıp numunelerin üzerinden geçen akım değişimi ölçülür. Aynı şekilde ortamdan H<sub>2</sub> gazı boşaltıldıktan sonra, yine ilk baştaki süre dikkate alınıp, aynı süreyle N2 gazı uygulanarak ortam yabancı gaz ya da kirliliklerden arındırıldıktan sonra numunelerin gazsız ortamda üzerinden geçen akımdaki normalleşme gözlenir. Bu sürenin sonunda ortama, ilk uygulanan H<sub>2</sub> gazı miktarından farklı miktarda ve aynı süre boyunca gaz uygulanarak akımda meydana gelen değişim gözlenir. Yine ortam N2 gazı ile temizlenip sensörün vermiş olduğu tepki sonucu akımın normalleşmesi gözlendikten sonra, çok farklı miktarlarda istediğimiz kadar deneme yaparak H<sub>2</sub> gazı uygulayıp, her seferinde akımda meydana gelen değişiklikler belirlenir. Şekil 3.8'de basit bir gaz sensörü ölçüm sistemi gösterilmiştir.



Şekil 3.8. Gaz sensör ölçüm sistemi

#### 3.3. Cam Numune Hazırlık İşlemi

- a) Camlar uygun büyüklükte kesildi.
- b) Kesilen camlar önce sabunlu suda 10 dk. yıkamaya tabii tutuldu.
- c) Sabunlu suda 10 dk. yıkanan camlar deiyonize suda 15 dk. ultrasonik temizlemeye bırakıldı.
- **d**) Deiyonize sudan çıkartılan cam numuneler H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (5:1) karışımına konularak 1 gün boyunca çözeltide bırakıldı.
- e) 1 gün sonunda çözeltiden çıkartılan cam numuneler deiyonize suda iyice yıkandıktan sonra 1 gün de deiyonize su içerisinde bırakıldı.
- f) Deiyonize sudan çıkarılan numuneler tekrar deiyonize suda 15 dk. ultrasonik temizlemeye tabii tutuldu.
- **g**) Deiyonize suda ultrasonik temizlemeye bırakılan cam numuneler 15 dk. aseton içerisinde ultrasonik temizlemeye bırakıldı.
- h) Asetondan çıkartılan numuneler azot gazı ile kurutulduktan sonra dış ortam kirliliklerine karşı kutularında muhafaza altına alındı.

#### 3.4. Silisyum Temizleme İşlemi

- a) Silisyum numuneler uygun büyüklükte kesildi.
- **b**) Kesilen silisyum numuneler 10 dk. ultrasonik olarak temizlendi.
- c) Daha sonra 10 dk. metanolda ultrasonik temizlemeye bırakıldı.
- d) Deiyonize su ile ultrasonik temizleme yapıldı.
- e) NH<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>O (1:1:6) çözeltisi içerisine bırakılıp 15 dk. beklendi.
- f) Çözeltiden çıkartılan numuneler deiyonize su ile yıkandı.
- g) Seyreltilmiş H<sub>2</sub>O:HF (1:9) çözeltisinde 30 saniye bekletildi.
- h) HCl:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>O (1:1:6) çözeltisi içerisine bırakılıp 15 dk. beklendi.
- ı) Çözeltiden çıkartılan silisyumlar tekrar deiyonize suda yıkandı.
- i) Seyreltilmiş H<sub>2</sub>O:HF (1:9) çözeltisinde 30 saniye bekletildi.
- **j**) H<sub>2</sub>O:HF (1:9) çözeltisinden çıkartılan numuneler deiyonize suda yıkandı.
- k) Deiyonize sudan çıkartılan numuneler azot gazı ile kurutulduktan sonra dış ortam kirliliklerine karşı kutularında muhafaza altına alındı.

Laboratuvarda RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile farklı oksijen oranları kullanılarak cam ve Si üzerine büyütülen NiO ince filmleri Çizelge 3.1 ve cam ile Si üzerine büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmleri ise Çizelge 3.2'deki şartlar kullanılarak elde edildi.

İnce Film	O <sub>2</sub> Gaz Oranı	(Ar)/O <sub>2</sub> Akış Miktarı (sccm)	Ortam Basıncı (Torr)	Taban Sıcaklığı ( <sup>0</sup> C)	(Ar) Gaz Basıncı (mTorr)	Toplam Gaz Basıncı (Ar+O <sub>2</sub> ) (mT)	Büyüme Oranı (nm/s)	Kalınlık (nm)	Güç (W)	Toplam Büyütme Süresi (Dakika)
NiO	%2,4	300/15	2x10 <sup>-6</sup>	310	18,40	18,85	0,06- 0,08	306:700	80	90
NiO	%6,4	300/30	1x10 <sup>-6</sup>	310	18,40	19,65	0,02- 0,03	208:475	80	218
NiO	%9,8	300/45	1x10 <sup>-6</sup>	310	18,40	20,40	0,015- 0,020	208:475	80	233

**Çizelge 3.1.** RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile elde edilen NiO ince filmleri için büyütme şartları

İnce Film	O2 Gaz Oranı	(Ar/O2) Akış Miktarı (sccm)	Ortam Basıncı (Torr)	Taban Sıcaklığı ( <sup>0</sup> C)	Ar Gaz Basıncı (mTorr)	Toplam Gaz Basıncı (Ar+O <sub>2</sub> ) (mT)	Büyüme Oranı (nm/s)	Kalınlık (nm)	Güç (W)	Toplam Büyütme Süresi (Dakika)
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	%5,56	200/20	5x10 <sup>-7</sup>	300	20,24	21,43	0,04	328,5	80	120
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	%8,19	200/30	5,9x10 <sup>-7</sup>	300	19,75	21,50	0,04	341,3	80	120
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	%12,83	300/45	7,68x10 <sup>-7</sup>	300	17,59	20,18	0,04-0,05	332,8	80	110

**Çizelge 3.2.** RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile elde edilen  $NiCr_2O_4$  ince filmleri için büyütme şartları

Saf demir III oksit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ile birlikte, püskürtme metodu kullanılarak Al, Cd ve Ga katkılı demir III oksit yarıiletkenleri elde edildi. KP (Kimyasal Püskürtme) tekniğiyle yapılan büyütmelerde optimum şartlar sağlamak için altlık, altlık sıcaklığı, kullanılacak tuzlar, püskürtme mesafesi, çözücünün cinsi, molaritesi ve biriktirme süresi gibi birçok parametre dikkatte alındı. Çözelti için FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O,  $FeCl_2.4H_2O$ , NaOH,  $Cd(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ,  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  ve  $Ga(NO_3)_3 \cdot 2H_2O$  kimyasal tuzları kullanıldı. Çözeltiler 100 ml deiyonize suda 0,1 M olarak hazırlandı ve altlık olarak kullanılan camlar, piranha solüsyonu ile temizlendi. Film büyütme sürecinde nozzle ile altlık arasındaki mesafeler yani püskürtme mesafesi 25 cm olarak belirlendi ve yaklaşık 35 dakikalık büyütmeler yapıldı. Büyütme sistemi vakum ortamında olmadığından dolayı oksijen miktarını kontrol etmek mümkün olmadı. Püskürtme gazı olarak öncelikle kuru hava kullanıldı ve oksit miktarının fazla olmasından dolayı kristal yapıdan ziyade amorf yapı XRD sonuçlarında görüldü. Bu durum göz önünde bulundurularak püskürtme gazı olarak asal gaz olan argon gazı kullanıldı. Püskürtme yöntemine ait büyütme şartları ile büyütme için gerekli çözelti ve tuzlar Çizelge 3.3'te verilmiştir.

Film	Kullanılan Kimyasal Tuzlar	Çözelti Molar Oram	Alttaş Sıcaklığı ( <sup>0</sup> C)	Taşıyıcı Gaz	Büyütme Zamanı (dk.)
<b>α-Fe</b> <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeCl <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O+FeCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O+ NaOH	1:2:0,25	320	Hava	35
Al:α-Fe 2 O3	$FeCl_{3.}6H_{2}O+FeCl_{2.}4H_{2}O+ \\NaOH+ 6H_{2}O \\+Al(NO_{3})_{2}.9H_{2}O$	1:2:0,25:0,01	320	Hava	35
Cd:a-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\begin{array}{c} FeCl_{3.}6H_{2}O+FeCl_{2.}4H_{2}O+\\ NaOH+6H_{2}O\\ +Cd(NO_{3})_{2}\cdot9H_{2}O \end{array}$	1:2:0,25:0,01	320	Hava	35
Ga:a-Fe 2 O3	$\begin{array}{c} FeCl_3.6H_2O+FeCl_2.4H_2O+\\ NaOH+6H_2O\\ +Ga(NO_3)_2\bullet 2H_2O+ \end{array}$	1:2:0,25:0,01	320	Hava	35

Çizelge 3.3. Saf ve katkılı demir III oksit ince filmlerinin elde edilmesinde kullanılan püskürtme yöntemine ait çözelti ve tuz oranları

Çalışmalarımızın sonraki aşamasında, püskürtme (spray) yöntemiyle elde ettiğimiz saf demir III oksit yanında, Al, Cd ve Ga katkılı demir III oksit yarıiletkenleri ile aynı yarıiletkenler üzerine, RF magnetron sputtering (sıçratma) metoduyla %8,19 oksijen basıncında NiO yarıiletkeni büyütüldü.

#### 4. ARAŞTIRMA BULGULARI

### 4.1. NiO İnce Filmlerinin Optik Soğurma Ölçümleri

Cam taban malzeme üzerine farklı oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerin soğurma ölçümü sonucu elde edilen soğurma katsayısının karesine karşı enerji grafikleri aşağıdaki, Şekil 4.1, Şekil 4.2 ve Şekil 4.3'te verilmiştir.



Şekil 4.1. %2,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerine ait  $\alpha^2$ -Enerji grafiği



Şekil 4.2. %6,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerine ait  $\alpha^2$ -Enerji grafiği



Şekil 4.3. %9,8 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerine ait  $\alpha^2$ -Enerji grafiği

NiO (111)	Taban	Yasak Enerji Aralığı (Eg) (eV)
NiO % 2,4 O <sub>2</sub>	Cam	3,28
NiO % 6,4 O <sub>2</sub>	Cam	3,61
NiO % 9,8 O <sub>2</sub>	Cam	3,37

**Çizelge 4.1.** Cam taban üzerine farklı oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin yasak enerji değişimi

Farklı oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği kullanılarak cam taban üzerine büyütülen NiO ince film yarıiletkenlerine ait soğurma ölçümleri dikkate alındığında, büyütme sırasında oksijen basıncının değiştirilmesi numunelerin yasak enerji aralığında bir değişim meydana getirdiği görülmektedir (Çizelge 4.1). Elde ettiğimiz bu sonuçlar, T.C. Peng et al. (2011) ve K. Y. Cheong et al. (2012) tarafından, büyütme sırasındaki oksijen basıncının değişiminin yasak enerji aralığında değişiklikler meydana getirdiği şeklindeki çalışmaları ile uyumlu olduğu görülmektedir.

## 4.2. NiO İnce Filmlerinin XRD Kırınım Desenleri

Cam taban üzerine farklı oksijen basıncı altında RF Magnetron Sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerin XRD kırınım desenleri Şekil 4.4, Şekil 4.5, Şekil 4.6 ve Şekil 4.7'de verilmiştir.



**Şekil 4.4.** %2,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni



**Şekil 4.5.** %6,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni



**Şekil 4.6.** %9,8 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni



**Şekil 4.7.** %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım desenleri

Cam taban üzerine %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerinin, büyütme parametrelerinden birisi olan oksijen basıncına bağlı  $2\theta$  (O<sub>2</sub>-2 $\theta$ ) değişimi, Çizelge 4.2'de verilmiştir.

**Çizelge 4.2.** Cam taban üzerine %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin  $O_2$ -20 değişimi

NiO (111)	Taban	2θ Değeri
NiO % 2,4 O <sub>2</sub>	Cam	$37,66^{0}$
NiO % 6,4 O <sub>2</sub>	Cam	$37,59^{0}$
NiO % 9,8 O <sub>2</sub>	Cam	37,34 <sup>0</sup>

Cam taban üzerine %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak elde edilen NiO ince filmlerinin oksijen basıncına karşı  $2\theta$  (O<sub>2</sub>-2 $\theta$ ) değişimi ile oksijen basıncına karşı yüzey pürüzlülük (roughness) değişimi Şekil 4.8'de verilmiştir.



Şekil 4.8. Cam taban üzerine %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin  $O_2$ -2 $\theta$ /Rougness değişimi

Silisyum altlık üzerine farklı oksijen basınçlarında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerin XRD kırınım desenleri Şekil 4.9, Şekil 4.10, Şekil 4.11 ve Şekil 4.12'de verilmiştir.



**Şekil 4.9.** Si taban üzerine %2,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni



**Şekil 4.10.** %6,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni



**Şekil 4.11.** %9,8 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım deseni



**Şekil 4.12.** Si taban üzerine %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin XRD kırınım desenleri

Silisyum altlık üzerine %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerinin, büyütme parametrelerinden birisi olan oksijen basıncına bağlı olarak 20 ( $O_2$ -20)'deki değişim, Çizelge 4.3'te verilmiştir.

NiO (111)	Taban	2θ Değeri
NiO % 2,4 O <sub>2</sub>	Si	$37,51^{0}$
NiO % 6,4 O <sub>2</sub>	Si	$37,13^{0}$
NiO % 9,8 O <sub>2</sub>	Si	$36,95^{\circ}$

**Çizelge 4.3.** Si taban üzerine %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin  $O_2$ -20 değişimi

Cam taban malzeme üzerine %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak elde edilen NiO ince filmlerinin oksijen basıncına karşı 20 (O<sub>2</sub>-20) değişimi ve oksijen basıncına karşı yüzey pürüzlülük (roughness) değişimi Şekil 4.13'te verilmiştir.



Şekil 4.13. Si taban üzerine farklı %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiO ince filmlerinin  $O_2$ -2 $\theta$ /Rougness değişimi

Farklı oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği kullanılarak, gerek cam taban gerekse Si taban üzerine büyütülen NiO ince film yarıiletkenlerine ait XRD sonuçlarına göre, büyütme sırasında oksijen basıncının değiştirilmesi ile birlikte piklerin daha düşük açı değerlerine kaymasının yanı sıra yüzey pürüzlülüklerinde bir azalmanın meydana geldiği görüldü (Şekil 4.8 ve Şekil 4.13). Bu sonuçlar, K. Y. Cheong et al. (2012) tarafından, büyütme sırasındaki oksijen basıncının değişimi sonucu XRD kırınım desenlerindeki piklerin daha düşük açı değerine doğru kaydığı şeklindeki çalışmaları ile uyum halindedir. Bunun yanısıra, yapılan farklı literatür çalışmalarında NiO ince filmlerine ait (111), (220) ve (200) yönelimli kübik yapının farklı fazlarını gösteren pikler meydana gelebilir (A. Karpinski 2011). Piklerin 35-38<sup>0</sup> arasında olması ince filmlerin (111) tercihli yönelime, 40-43<sup>0</sup>arasında olması (200) ve 60-63<sup>0</sup> arasında olması ise (220) tercihli yönelime sahip olduğunu gösterir (Lv. Yaohui et. al. 2014; T.C. Peng et. al. 2011). Buradan, gerek silisyum gerekse cam taban üzerine farklı oksijen basıncı altında büyütülen NiO ince filmlerine ait XRD kırınım desenlerine bakıldığında, elde edilen filmlerin yapısının, kübik yapının bir fazı olan (111) kristal dizilimine sahip olduğu görülmektedir.

## 4.3. NiO İnce Filmlerin SEM Görüntüleri

Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 oksijen basıncı altında büyütülen NiO ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.14, Şekil 4.15, Şekil 4.16 ve Şekil 4.17'de verilmiştir.



**Şekil 4.14.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x200.000)



**Şekil 4.15.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x100.000)



**Şekil 4.16.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x50.000)



**Şekil 4.17.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)

Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 oksijen basıncı altında büyütülen NiO ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.18, Şekil 4.19, Şekil 4.20 ve Şekil 4.21'de verilmiştir.



**Şekil 4.18.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x200.000)



**Şekil 4.19.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x100.000)



**Şekil 4.20.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x50.000)



Şekil 4.21. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4  $O_2$  ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)

Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 oksijen basıncı altında büyütülen NiO ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.22 ve Şekil 4.23'te verilmiştir.



**Şekil 4.22.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x50.000)



**Şekil 4.23.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)

Silisyum altlık üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 oksijen basıncı altında büyütülen NiO ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.24, Şekil 4.25, Şekil 4.26 ve Şekil 4.27'de verilmiştir.



**Şekil 4.24.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x200.000)



**Şekil 4.25.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x100.000)



**Şekil 4.26.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x50.000)



**Şekil 4.27.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)

Silisyum taban malzeme üzerine RF magnetron Sputtering tekniği ile %6,4 oksijen basıncı altında büyütülen NiO ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.28, Şekil 4.29, Şekil 4.30 ve Şekil 4.31'de verilmiştir.



**Şekil 4.28.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x100.000)



**Şekil 4.29.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x40.000)



**Şekil 4.30.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x20.000)



**Şekil 4.31.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)

Silisyum taban üzerine RF magnetron Sputtering tekniği ile %9,8 oksijen basıncı altında büyütülen NiO ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.32 ve Şekil 4.33'te verilmiştir.



**Şekil 4.32.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x50.000)



**Şekil 4.33.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiO SEM görüntüsü (x10.000)

Farklı oksijen basıncı altında cam ve silisyum taban üzerine RF sıçratma tekniği kullanılarak büyütülen NiO ince filmlerinin SEM görüntülerinden anlaşılacağı üzere; düşük oksijen basıncında büyütülen numunelerdeki tanecik boyutunun daha büyük nano piramitler şeklinde ve yapının daha sıkı olduğu gözlenmektedir. Bunun aksine, oksijen oranının artması ile birlikte numunelerdeki tanecik yapının küçülerek daha küresel bir

hal aldığı görülmektedir. Bununla birlikte oksijen basıncı yüksek tutularak büyütülen ince filmlerin tanecikleri arasında daha fazla boşluk meydana gelmektedir. Bu durum ise özellikle gaz sensörü uygulamaları için filmlerin yüzey alanının büyümesi ve bunun sonucu olarak daha fazla gazın yüzeyde tutunması anlamına gelmektedir (V. Nagarajan ve R. Chandiramouli, 2014). Gaz sensörlerinde yüzeye tutunan gaz miktarının fazla olması sonucu sensör cevabında, hassasiyetinde ve verimliliğinde bir artış gözlenmektedir.

Farklı ölçekli NiO SEM görüntülerinin yanı sıra kimyasal püskürtme tekniği kullanılarak cam taban üzerine, oksit tabanlı malzeme olan saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yarıiletkenleri büyütüldü. Bu yarıiletkenlere ait olan farklı ölçekli SEM görüntüleri ise Şekil 4.34 ve Şekil 4.35'te gösterilmiştir.



**Şekil 4.34.** Cam üzerine kimyasal püskürtme tekniği ile büyütülmüş α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (demir III oksit) SEM görüntüsü (x5.000)



Şekil 4.35. Cam üzerine kimyasal püskürtme tekniği ile büyütülmüş  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (demir III oksit) SEM görüntüsü (x40.000)

# 4.4. NiO İnce Filmlerin AFM Görüntüleri

Cam taban üzerine %2,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 4.36 ve Şekil 4.37'de verilmiştir.



**Şekil 4.36.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü



**Şekil 4.37.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü

Cam taban üzerine %6,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 4.38 ve Şekil 4.39'da verilmiştir.



**Şekil 4.38.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü


**Şekil 4.39.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü

Cam taban üzerine %9,8 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 4.40 ve Şekil 4.41'de verilmiştir.



**Şekil 4.40.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü



**Şekil 4.41.** Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü

Silisyum taban üzerine %2,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 4.42 ve Şekil 4.43'te verilmiştir.



Şekil 4.42. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü



**Şekil 4.43.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %2,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü

Silisyum taban üzerine %6,4 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 4.44 ve Şekil 4.45'de verilmiştir.



**Şekil 4.44.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü



**Şekil 4.45.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %6,4 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü

Silisyum taban üzerine %9,8 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 4.46 ve Şekil 4.47'de verilmiştir.



**Şekil 4.46.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D NiO AFM görüntüsü



**Şekil 4.47.** Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %9,8 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiO AFM görüntüsü

İki ve üç boyutlu AFM görüntülerine bakıldığında, aynı büyütme şartları altında cam taban üzerine büyütülen numunelerin renklerinde koyulaşma gözlenirken silisyum taban üzerine büyütülen filmlerin renginin daha şeffaf olduğu görüldü. Ayrıca, gerek cam taban üzerine büyütülen NiO filmlerine, gerekse silisyum taban üzerine büyütülen NiO yarıiletken ince filmlerine bakıldığında, oksijen basıncının artması ile birlikte oksijenin etkisinden dolayı yüzeyde daha fazla oksitlenme meydana geldiği için ince filmlerin renklerinde gözle görülür bir koyulaşmanın olduğu tespit edildi.

Bunun yanı sıra hem cam taban hem de silisyum taban üzerine büyütülen filmlerde oksijen oranının artması ile birlikte numunelerdeki yüzey pürüzlülük oranının giderek azaldığı tespit edildi. Elde ettiğimiz bu sonuçlar M. Guziewicz et al. (2012) elde ettikleri sonuçlarla uyum içindedir. NiO ince filmlerinin AFM görüntülerinde oksijen oranının artışı ile yüzey pürüzlülük oranlarında bir azalmanın olduğu, aynı oksijen oranlarında Si taban malzeme üzerine büyütülen ince filmlerdeki pürüzlülüğün, cam üzerindeki ince filmlerin pürüzlülüğüne göre daha az ve daha düzgün olduğu görüldü.

### 4.5. Hall Ölçümlerinin Alınması

Laboratuvarda, filmlerin elektriksel özelliklerinin tespit edilmesi için kullandığımız akım, voltaj, manyetik alan değerleri ve bu büyüklüklerin işaretlerini belirleyen notasyonlar Çizelge 4.4'te, numunelerin bir takım elektriksel verilerinin hesaplanmasında kullanılan bağıntılar ve parametreler Çizelge 4.5'te verilmiştir.

**Çizelge 4.4.** Deneysel çalışma sırasında uygulanan ve ölçülen akım, voltaj ve manyetik alan değerini ve işaretini belirten notasyonlar

I <sub>akım</sub> (+)			I <sub>akım</sub> (-)		
B=0 T	B=+2,5 T	B=-2,5 T	B=0 T	B=+2,5 T	B=-2,5 T
VE <sub>0+</sub> (V)	VE1(V)	VE2(V)	VE <sub>0-</sub> (V)	VE3(V)	VE4(V)

**Çizelge 4.5.** Deneysel çalışma sırasında elde edilen voltaj değerleri için yapılan hesaplamalar ve elde edilen parametreler

Enine sıfır voltaj: (Esv)	Esv=1/2(VE <sub>0+</sub> (V) - VE <sub>0-</sub> (V))
Enine manyetik alanda voltaj: (Emv)	Emv=1/4[(VE1(V)+ VE2(V))-( VE3(V)+ VE4(V))]
Hall voltajı (Enine): (HEv)	HEv =1/4[(VE1(V)- VE2(V))-( VE3(V)- VE4(V))]
Hall katsayısı: (Hk)	$H_{K} = \frac{HE_{v} * d}{(B * I) * 10^{-3}}$
Elektron Taşıyıcı konsantrasyonu: (n)	$n = \frac{r}{H_k * e} * 10^{-6}$
İletkenlik: (σ)	$\sigma = n * e * H_m * 10^6$
Hall Mobilitesi: (H <sub>m</sub> )	$H_m = \frac{H_k * I * L}{A * E_{sv}} * 10^{-3}$
Boşluk Taşıyıcı Konsantrasyonu: (p)	$p = \frac{r}{H_k * e} * 10^{-6}$
Özdirenç: ( <b>p</b> )	$\rho = \frac{1}{n * e * H_m * 10^6} ,  \Delta \rho = \rho(B_Z) - \rho(0)$

Elektriksel ölçümlerden elde edilen önemli parametreler Van-der Pauw tekniği kullanarak 2,5 T' lık manyetik alan altında NiO, NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ve  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> üzerine NiO büyütüldükten sonra alınan Hall ölçüm sonuçları aşağıdaki Çizelge 4.6, Çizelge 4.7 ve Çizelge 4.8'de ayrı ayrı verilmiştir.

Bileşik NiO	Hall Mobilitesi (cm²/V.s)	Taşıyıcı Yoğunluğu (cm <sup>-3</sup> )	Özdirenç (ohm.cm)	Hall Katsayısı ( cm <sup>3</sup> \ C)
%2,4 O <sub>2</sub>	4,60x10 <sup>-1</sup>	2,60x10 <sup>13</sup>	$5,03 \times 10^7$	23,0
%6,4 O <sub>2</sub>	1,90	5,40x10 <sup>12</sup>	6,06x10 <sup>7</sup>	112
%9,8 O <sub>2</sub>	2,70	3,70x10 <sup>12</sup>	6,10x10 <sup>7</sup>	163

**Çizelge 4.6.** Farklı oksijen kısmi basınçlarında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülmüş NiO ince filmlerinin oda sıcaklığında Hall ölçüm sonuçları

**Çizelge 4.7.** Farklı oksijen kısmi basınçlarında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin oda sıcaklığında Hall ölçüm sonuçları

	Bileşik NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Hall Mobilitesi (cm²/V.s)	Taşıyıcı Yoğunluğu (cm <sup>-3</sup> )	Özdirenç (ohm.cm)	Hall Katsayısı ( cm <sup>3</sup> \ C)
4	%5,56 O <sub>2</sub>	23,0	1,06x10 <sup>11</sup>	$2,50 \times 10^8$	5778
	%8,19 O <sub>2</sub>	3,10	2,90 x10 <sup>11</sup>	6,70x10 <sup>7</sup>	2127
	%12,83 O <sub>2</sub>	2,70	3,07x10 <sup>11</sup>	3,70x10 <sup>7</sup>	2004

**Çizelge 4.8.** Püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf ve farklı element (Al, Cd, Ga) katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülerek elde edilen ince film yarıiletkenlerin oda sıcaklığında Hall ölçüm sonuçları

Bileşik	Hall Katsayısı ( cm <sup>3</sup> \ C)	Taşıyıcı Yoğunluğu (cm <sup>-3</sup> )	Hall Mobilitesi (cm²/V.s)	Özdirenç (ohm.cm)
NiO/a-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2811	2,10 x10 <sup>11</sup>	100	2,80x10 <sup>7</sup>
NiO/Al:a-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2435	$2,50 \times 10^{11}$	35,0	6,70x10 <sup>7</sup>
NiO/Cd:a-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	401	$1,50 \times 10^{12}$	2,40	1,60x10 <sup>8</sup>
NiO/Ga:a-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1468	4,20 x10 <sup>10</sup>	250	5,80x10 <sup>7</sup>

Laboratuvarda RF sıçratma tekniği kullanılarak farklı oksijen basınçları altında NiO, NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ile saf ve katkılı Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> üzerine NiO büyütülmüş ince filmlerin 2,5 T manyetik

alan altında ve manyetik alan uygulamadan Hall ölçümleri alındı. Hall ölçümleri sonucunda saf ve katkılı  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> üzerine NiO büyütülmüş ince filmlerin, NiO ve NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yarıiletken ince filmlerinin p-tipi taşıyıcı konsantrasyonuna sahip olduğu, farklı oksijen basıncı altında büyütülen numunelerin mobilitelerinde, taşıyıcı konsantrasyonlarında, özdirençlerinde ve Hall katsayılarında değişimler meydana geldiği gözlendi.

#### 4.6. Oda sıcaklığında NiO I-V Ölçümleri

Laboratuvar çalışmalarımızın bir diğer aşamasında, RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği kullanılarak oda sıcaklığında, %2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen basınçları altında büyütülen NiO ince film yarıiletkenlerine ait I-V karakteristikleri incelendi. Bu üç farklı oksijen basıncında elde edilen filmlerin I-V karakteristikleri Şekil 4.48'de verilmiştir.



Şekil 4.48. Farklı oksijen kısmi basınçlarında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülmüş NiO ince filmlerinin kontak I-V karakteristikleri

Oda sıcaklığında NiO yarıiletken numunelerinin I-V ölçümlerine göre, oksijen basıncının artması ile birlikte filmlerin özdirençlerinde değişiklikler meydana geldiği gözlendi. NiO ince filmlerine ait I-V eğrileri aynı zamanda bize, ölçümler sırasında filmlerin üzerine yapılan kontakların omik kontak olduğunu göstermektedir. Bu veriler ışığında kontak direnci en düşük olan filmlerin, oksijen basıncı %6,4 olan filmlerde olduğu gözlenirken, direnci yüksek olan numunelerin, oksijen basıncı %9,8 olduğu durumda elde edildi.

# 4.7. RF Magnetron Sputtering Tekniği İle Büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> İnce Filmlerinin Soğurma Ölçümleri

RF magnetron sputtering tekniği ile cam taban üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basıncı altında büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin soğurma ölçümlerinden elde edilen değerler ve enerjinin, soğurma katsayısının karesine karşı çizilen grafikleri aşağıda Şekil 4.49, Şekil 4.50, Şekil 4.51 ve 4.52'de verilmiştir.



Şekil 4.49. %5,56 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerine ait  $\alpha^2$ -Enerji grafiği



Şekil 4.50. %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerine ait  $\alpha^2$ -Enerji grafiği



Şekil 4.51. %12,83 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerine ait  $\alpha^2$ -Enerji grafiği



Şekil 4.52. %5,56, 8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin  $\alpha^2$ -Enerji grafikleri

Farklı oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği kullanılarak cam taban üzerine büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince film yarıiletkenlerine ait soğurma ölçümlerine göre, büyütme sırasında oksijen basıncının değiştirilmesi numunelerin yasak enerji aralığında, NiO ince film yarıiletkenlerde olduğu gibi bir değişim meydana getirdiği Şekil 4.52'de görülmektedir. Soğurma grafiklerinden de anlaşılacağı üzere, %5,56 ve %8,19 oksijen basıncı altında büyütülen numunelerin yasak enerji aralıkları yaklaşık birbirine eşit (2,28-2,21 eV) iken, %12,83 oksijen basıncı altında büyütülen numunelerin yasak enerji aralığında (yaklaşık 3,37 eV) bir artış meydana geldiği gözlendi.

## 4.8. Silisyum ve Cam Üzerine RF Magnetron Sputtering Tekniği İle Büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> İnce Filmlerin XRD Kırınım Desenleri

RF Magnetron Sputtering tekniği ile cam taban üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basıncı altında büyütülmüş Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinden elde edilen XRD kırınım desenleri aşağıdaki Şekil 4.53, Şekil 4.54, Şekil 4.55 ve 4.56'da verilmiştir.



Şekil 4.53. %5,56 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin XRD kırınım deseni



Şekil 4.54. %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin XRD kırınım deseni



Şekil 4.55. %12,83 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin XRD kırınım deseni



Şekil 4.56. Cam taban üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerine ait her üç numunenin XRD kırınım desenleri

Cam taban üzerine %5,56, %8,19, %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin, büyütme parametrelerinden birisi olan oksijen basıncına bağlı 2 $\theta$  (O<sub>2</sub>-2 $\theta$ ) değişimi, Çizelge 4.9'da verilmiştir.

**Çizelge 4.9.** Cam taban üzerine farklı oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin  $O_2$ -2 $\theta$  değişimi

NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (440)	Taban	2θ Değeri
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> % 5,56 O <sub>2</sub>	Cam	$43,88^{0}$
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> % 8,19 O <sub>2</sub>	Cam	$41,34^{0}$
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> % 12,83 O <sub>2</sub>	Cam	$40,75^{0}$

Cam taban üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak elde edilen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin oksijen basıncına karşı 20 (O<sub>2</sub>-20) değişimi ile oksijen basıncına karşı yüzey pürüzlülük (roughness) değişimi Şekil 4.57'de verilmiştir.



Şekil 4.57. Cam taban üzerine farklı oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin O<sub>2</sub>-2 $\theta$ /Rougness değişimi

Cam taban üzerine farklı oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin XRD kırınım desenlerinden görüldüğü gibi oksijen basıncının artması sonucu, NiO ince filmlerinde olduğu gibi NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> filmlerinin de 20 piklerinin, daha düşük açı değerlerine doğru kayma eğiliminde olduğu belirlendi (Saito et al. 2012).

RF magnetron sputtering tekniği ile silisyum taban üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basıncı altında büyütülmüş Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinden elde edilen XRD kırınım desenleri aşağıdaki Şekil 4.58, Şekil 4.59, Şekil 4.60 ve 4.61'de verilmiştir.



Şekil 4.58. %5,56 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin XRD kırınım deseni



Şekil 4.59. %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin XRD kırınım deseni



Şekil 4.60. %12,83 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin XRD kırınım deseni



**Şekil 4.61.** Si taban üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerine ait her üç numunenin XRD kırınım desenleri

Silisyum altlık üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin, büyütme parametrelerinden birisi olan oksijen basıncına bağlı 2 $\theta$  (O<sub>2</sub>-2 $\theta$ ) değişimi, Çizelge 4.10'da verilmiştir.

**Çizelge 4.10.** Si taban üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin  $O_2$ -2 $\theta$  değişimi

NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (400)	Taban	2θ Değeri
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> % 5,56 O <sub>2</sub>	Si	$43,36^{\circ}$
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> % 8,19 O <sub>2</sub>	Si	$41,27^{0}$
NiCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> % 12,83 O <sub>2</sub>	Si	$40,70^{0}$

Silisyum taban üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak elde edilen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin oksijen basıncına karşı 20 (O<sub>2</sub>-20) değişimi ile oksijen basıncına karşı yüzey pürüzlülük (roughness) değişimi Şekil 4.62'de verilmiştir.



Şekil 4.62. Si taban üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin  $O_2$ -2 $\theta$ /Rougness değişimi

Silisyum taban üzerine farklı oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin XRD kırınım desenlerine bakıldığında ise yine oksijen basıncının artması bize daha net bir şekilde, filmlerde 20 piklerinin daha kararlı olarak düşük açı değerlerine doğru kaydığını ve pik şiddetlerinde değişimler meydana geldiğini gösterdi. Silisyum taban üzerine farklı oksijen basıncı uygulanarak elde edilen üç farklı numuneden, oksijen basıncı %12,83 olan numunelerdeki 20 değerinin en düşük olduğu gözlendi. Gerek cam ve gerekse silisyum taban üzerine farklı oksijen basınçlarında büyütülen numunelerdeki 20 piklerinin belirgin şekilde düşük açı değerlerine kaymasının sebebi ise; oksijen basıncının artışı ile kristal yapıda ve tanecik boyutlarında meydana gelen değişimler olarak yorumlanabilir.

### 4.9. NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> İnce Filmlerin Raman Değişimi Ölçümleri

Cam ve silisyum taban üzerine farklı oksijen basınçları altında, RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO yarıiletken ince filmlerine ait Raman değişim eğrilerinden tam olarak istenilen sonuçlar elde edilememiştir. Bunun yerine, %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında hem cam hem de silisyum taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin Raman değişimleri incelenmiş ve istenilen değişim grafikleri elde edilmiştir. Buna göre, cam malzeme üzerine farklı oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlering tekniği ile büyütülen ve istenilen değişim grafikleri elde edilmiştir. Buna göre, cam malzeme üzerine farklı oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerin Raman değişim grafikleri Şekil 4.63, Şekil 4.64 ve Şekil 4.65'te verilmiştir.



Şekil 4.63. %5,56 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerine ait Raman değişimi



Şekil 4.64. %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerine ait Raman değişimi



Şekil 4.65. %12,83 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerine ait Raman değişimi

Farklı oksijen basınçları (%5,56, %8,19 ve %12,83) altında büyütme tekniği olarak RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerinin Raman değişimi ile referans camın Raman değişim grafiklerinin karşılaştırılması Şekil 4.66'da verilmiştir.



Şekil 4.66. %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerinin Raman değişimi ile referans cam Raman değişim grafiklerinin karşılaştırılması

Farklı oksijen basınçları (%5,56, %8,19 ve %12,83) altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen üç farklı Ni $Cr_2O_4$  ince filmleri ile referans cam malzemenin birlikte Raman değişim grafikleri Şekil 4.67'de verilmiştir.



Şekil 4.67. %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerinin Raman değişim grafikleri

Cam taban üzerine farklı oksijen basınçları altında RF sıçratma tekniği kullanılarak büyütülen ince filmlerinin Raman değişim eğrilerinden yola çıkarak NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ait olan  $A_{1g}$  titreşim modunun yaklaşık olarak 665 cm<sup>-1</sup> de meydana geldiği gözlenmiştir. Bunun yanısıra Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e ait olan pik 363 cm<sup>-1</sup>'de ve ince film yapısında bulunan Cr<sup>III</sup> ve Cr<sup>VI</sup> türevlerine ait titreşim modunun ise 852 cm<sup>-1</sup> civarlarında oluştuğu görülmüştür. Bu değerler, literatürde J. Kim ve I. Hwang (2005) tarafından yapılan çalışmada elde edilen sonuçlar ile yaklaşık uyum içindedir.

Silisyum taban üzerine farklı oksijen basınçları (%5,56, %8,19 ve %12,83) altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerin Raman değişim grafikleri Şekil 4.68, Şekil 4.69, Şekil 4.70 ve Şekil 4.71'de verilmiştir.



**Şekil 4.68.** Si taban üzerine %5,56 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerine ait Raman değişimi



Şekil 4.69. Si taban üzerine %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerine ait Raman değişimi



Şekil 4.70. Si taban üzerine %12,83 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerine ait Raman değişimi



**Şekil 4.71.** Si taban üzerine farklı oksijen %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği ile elde edilen üç ayrı Ni $Cr_2O_4$  ince filmi ile referans silisyum yarıiletkenine ait Raman değişim grafikleri

Si taban üzerine farklı oksijen basınçları altında RF sıçratma tekniği kullanılarak büyütülen ince filmlerinin Raman değişim eğrilerine göre NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ait olan iki adet A<sub>1g</sub> ve bir  $F_{2g}$  piki gözlenmiştir. A<sub>1g</sub> titreşim moduna ait olan pik 665 cm<sup>-1</sup>'de meydana gelirken NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>'e ait  $F_{2g}$  moduna ait pik ise 580 cm<sup>-1</sup>'de gözlenmiştir. Ayrıca Si taban üzerine farklı oksijen basınçlarında büyütülen filmlerin Raman değişim grafiğinde 360 cm<sup>-1</sup>'de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e ait olan piklerin meydana geldiği görülmüştür. Cr<sup>III</sup> ve Cr<sup>VI</sup> türevlerine ait titreşim modunun ise 852 cm<sup>-1</sup> civarlarında oluştuğu gözlendi. Çalışmalarımızda elde ettiğimiz bu sonuçlar, Z. Wang et. al. (2003) ile uyum içindedir.

## 4.10. NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> İnce Filmlerin SEM Görüntüleri

Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %5,56 oksijen basıncı altında büyütülen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.72'de verilmiştir.





Şekil 4.72. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %5,56  $O_2$  ortamında büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> SEM görüntüsü, (a) x50.000, (b) x100.000, (c) x200.000, (d) x400.000, (e) x600.000

Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19 oksijen basıncı altında büyütülen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.73'te verilmiştir.



Şekil 4.73. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> SEM görüntüsü, (a) x50.000, (b) x100.000, (c) x200.000, (d) x400.000, (e) x600.000

Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83 oksijen basıncı altında büyütülen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.74'te verilmiştir.



Şekil 4.74. Cam üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83  $O_2$  ortamında büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> SEM görüntüsü, (a) x50.000, (b) x100.000, (c) x200.000, (d) x300.000

Silisyum taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %5,56 oksijen basıncı altında büyütülen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.75'te verilmiştir.



**(e)** 

Şekil 4.75. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %5,56 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> SEM görüntüsü, (a) x30.000, (b) x50.000, (c) x80.000, (d) x100.000, (e) x200.000

Silisyum taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19 oksijen basıncı altında büyütülen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.76'da verilmiştir.



(c)

(d)



Şekil 4.76. Silisyum üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> SEM görüntüsü, (a) x50.000, (b) x100.000, (c) x200.000, (d) x400.000, (e) x800.000, (f) x1.000.000

Silisyum taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83 oksijen basıncı altında büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.77'de verilmiştir.



(a)







(g)

DAYTAN

Silisyum ve cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %5,56, %8,19 ve %12,83  $O_2$  ortamında büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmine ait SEM görüntülerine bakıldığında,  $O_2$  basıncının artması ile birlikte tanecik boyutlarının artarak daha küresel yapıya dönüştüğü, pürüzlülük oranında ise azalmanın meydana geldiği gözlendi (N. Saito et. al. 2012). Şunu belirtmek gerekir ki; film büyütme sırasında  $O_2$  oranın değiştirilerek elde edilen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> numunelerinin tanecik büyüklükleri ve pürüzlülük oranı gibi yapı değişimleri arasındaki fark küçük olup, NiO ince filmlerinde olduğu kadar belirgin değildir.

### 4.11. NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> İnce Filmlerin AFM Görüntüleri

Cam taban üzerine %5,56 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile birlikte pürüzlülük değerleri Şekil 4.78 ve Şekil 4.79'da verilmiştir.



**Şekil 4.78.** Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %5,56 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü



**Şekil 4.79.** Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %5,56 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü

Şekil 4.78 ve Şekil 4.79'da cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile  $\%5,56 \text{ O}_2$  ortamında büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmine ait iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntüleri verilmiştir. Şekillerden de görüldüğü gibi yüzeyde belli bir düzende dizilmiş olan kristal bir yapı ile birlikte yer yer çukurlar meydana gelmiş olup, kratere benzer sivri uçlu yapılar meydana gelmiştir. Bunun yanı sıra meydana gelen yükseltilerin boyları nispeten büyüktür. Pürüzlülük değeri yaklaşık 7 nm olup, maksimum yükseklik yaklaşık 20 nm ve maksimum derinlik 22 nm'dir. Ortalama pürüzlülük değeri olarak kabul edebileceğimiz  $R_q/RMS$  değeri ise 8,8 nm olup, bu değer çizgisel pürüzlülük değeri ile uyum içindedir.

Cam taban üzerine %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile birlikte pürüzlülük değerleri Şekil 4.80 ve Şekil 4.81'de verilmiştir.



**Şekil 4.80.** Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü



**Şekil 4.81.** Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü

Şekil 4.80 ve Şekil 4.81'de cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmine ait iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntüleri verilmiştir. Burada, yüzeyde belli bir düzende dizilmiş olan kristal bir yapı ile birlikte yer yer çukurlar ve yükseltiler meydana gelmiş, %8,19 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş olan numunelerdekine göre biraz daha sivri uçlu yapılar meydana gelmiştir. Oluşan yükseltilerin boyları da daha büyüktür. Pürüzlülük değeri yaklaşık 8 nm, maksimum yükseklik yaklaşık 21 nm ve maksimum derinlik 28 nm'dir. Ortalama

pürüzlülük değeri olarak kabul edebileceğimiz R<sub>q</sub>/RMS değeri ise 10 nm olup, bu değer çizgisel pürüzlülük değeri ile uyum içindedir.

Cam taban üzerine %12,83 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ve pürüzlülük değerleri Şekil 4.82 ve Şekil 4.83'te verilmiştir.



Şekil 4.82. Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83  $O_2$  ortamında büyütülmüş 2D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü



**Şekil 4.83.** Cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü
Şekil 4.82 ve Şekil 4.83'de cam taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmine ait iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntülerinden elde ettiğimiz sonuçlara göre; yüzeyde oluşan düzenli bir kristal yapı ile birlikte, %5,56 ve %8,19 O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş olan numunelerdekine göre daha yuvarlak tanecikler meydana gelmiş ve yüzey pürüzlülük değerinde bir azalma görülmüştür. Oluşan yükseltilerin boyları da daha kısadır. Pürüzlülük değeri yaklaşık 6,8 nm, maksimum yükseklik yaklaşık 19 nm ve maksimum derinlik 19,7 nm'dir. Ortalama pürüzlülük değeri R<sub>q</sub>/RMS ise yaklaşık 8 nm olup, çizgisel pürüzlülük değeri ile uyum sağlamaktadır.

Silisyum taban üzerine %5,56 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ve pürüzlülük değerleri Şekil 4.84 ve Şekil 4.85'te verilmiştir.



**Şekil 4.84.** Silisyum taban üzerine %5,56 O<sub>2</sub> ortamında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülmüş 2D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü



**Şekil 4.85.** Silisyum taban üzerine %5,56 O<sub>2</sub> ortamında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülmüş 3D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü

Silisyum taban üzerine %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen  $NiCr_2O_4$  ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ve pürüzlülük değerleri Şekil 4.86 ve Şekil 4.87'de verilmiştir.



Şekil 4.86. Silisyum taban üzerine sıçratma RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü



Şekil 4.87. Silisyum taban üzerine sıçratma RF magnetron sputtering tekniği ile %8,19O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 3D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü

Silisyum taban üzerine %12,83 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin iki boyutlu AFM görüntüleri ve pürüzlülük değerleri Şekil 4.88'de verilmiştir.



Şekil 4.88. Silisyum taban üzerine sıçratma RF magnetron sputtering tekniği ile %12,83
O<sub>2</sub> ortamında büyütülmüş 2D NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AFM görüntüsü

Silisyum taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği ile %5,56, %8,19 ve %12,83  $O_2$  ortamında büyütülmüş tüm NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerine ait iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntülerine bakıldığı zaman, cam taban üzerine farklı  $O_2$  ortamlarında

büyütülen ince filmlerde olduğu gibi, yüzeyde belli bir düzende dizilmiş olan kristal yapı ile birlikte yer yer çukurlar ve yükseltilerin olduğu, O<sub>2</sub> basıncının yüksek olduğu numunelerde tanecik yapısının daha küresel, sivri uçların daha toparlak bir hal aldığı, pürüzlülük oranında azalmanın meydana geldiği gözlendi. Cam ve silisyum taban üzerine RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak farklı O<sub>2</sub> basınçlarında elde edilen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinde, O<sub>2</sub> oranının artması sonucu tanecik boyutunun artış göstererek pürüzlülük oranının azalması, N. Saito et. al. (2012)'de yaptıkları çalışma ile uyum içindedir.

## 4.12. Cam üzerine Saf ve Katkılı Demir III Oksit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) İle Aynı Filmler Üzerine NiO Katkılanmış Demir III oksit İnce Filmlerin XRD Kırınım Deseni

Cam üzerine kimyasal püskürtme yöntemi ile saf demir III oksit (Hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)) ve Al, Ga, Cd katkılı demir III oksit ince filmlerinin yanı sıra, aynı filmler üzerine RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak %8,19 O<sub>2</sub> basıncı altında NiO büyütüldükten sonra elde edilen yarıiletken ince filmlerin birlikte XRD kırınım desenleri Şekil 4.89, Şekil 4.90, Şekil 4.91 ve Şekil 4.92'de ayrı grafikler halinde verilmiştir.



Şekil 4.89. Saf  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve üzerine NiO büyütülmüş ince filmlerinin XRD grafikleri



Şekil 4.90. Al (alüminyum) katkılı  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve üzerine NiO büyütülmüş ince filmlerinin XRD grafikleri



**Şekil 4.91.** Cd (kadmiyum) katkılı α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve üzerine NiO büyütülmüş ince filmlerinin XRD grafikleri



Şekil 4.92. Ga (Galyum) katkılı  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve üzerine NiO büyütülmüş ince filmlerinin XRD grafikleri

Kırınm desenlerinden görüldüğü gibi saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ile Al katkılı demir III oksit üzerine %8,19 O<sub>2</sub> ortamında NiO büyütülmüş ince filmlerin pik açılarında herhangi bir kayma meydana gelmez iken, pik şiddetlerinde bir artış gözlenmektedir. Bununla birlikte Ga ve Cd katkılı demir III oksit üzerine %8,19 O<sub>2</sub> ortamında NiO büyütülmüş ince filmlerin pik açılarının az da olsa düşük açı değerlerine kaydığı ve pik şiddetlerinde yine bir artışın olduğu gözlenmektedir.

Saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), Al, Cd ve Ga katkılı demir III oksit ile aynı yarıiletkenler üzerine %8,19 oksijen basıncında NiO büyütülmüş yarıiletken ince filmlerine ait 20/Şiddet değerlerinin birlikte gösterimi Çizelge 4.11'de verilmiştir.

Çizelge 4.11. XRD kırınım desenlerine göre saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), Al, Cd ve Ga katkılı demir III oksit ile aynı yarıiletkenler üzerine %8,19 oksijen basıncında NiO büyütülmüş ince filmlere ait 2 $\theta$ /Şiddet değişimi

Bileşik	α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (104) (2θ/Şiddet)	NiO/α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (220) (2θ/Şiddet)
Saf	31,629/541	31,611/886
Al	31,583/570	31,611/886
Cd	31,317/328	31,030/645
Ga	32,310/506	31,590/618

## 4.13. Cam üzerine Saf ve Katkılı Demir III oksit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) İle Aynı Filmler Üzerine NiO Katkılanmış Demir III oksit İnce Filmlerin SEM Görüntüleri

Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf demir III oksit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.93'te verilmiştir.



Şekil 4.93. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ince filmlerinin SEM görüntüleri

Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemi ile büyütülmüş saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) üzerine, RF sputter tekniği ile %8,19 O<sub>2</sub> basıncı altında NiO büyütülen yarıiletken ince filmlerin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.94'te verilmiştir.





Şekil 4.94. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri

Kimyasal püskürtme yöntemiyle cam alttaş üzerine büyütülmüş saf demir III oksit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ve aynı demir III oksit üzerine NiO katkılanmış ince film SEM görüntüleri karşılaştırıldığında, saf demir III oksit yapısında var olan poruslu yapının NiO katkısı ile bir miktar kapandığını söyleyebiliriz. Ayrıca NiO katkılama sırasında filmlerin ısıtılmasından dolayı mikron boyutunda çatlaklar oluştuğu görülmektedir.

Kimyasal püskürtme yöntemi ile cam taban üzerine büyütülmüş Al katkılı demir III oksit yarıiletken ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.95'te verilmiştir.





**Şekil 4.95.** Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Al katkılı demir III oksit ince filmlerinin SEM görüntüleri

Kimyasal püskürtme yöntemi ile cam taban üzerine büyütülmüş Al katkılı demir III oksit üzerine, RF sputter tekniği ile %8,19 O<sub>2</sub> basıncı altında NiO büyütülen yarıiletken ince filmlerinin farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.96'da verilmiştir.





Şekil 4.96. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Al katkılı demir III oksit üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri

Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Al katkılı demir III oksit ve Al katkılı demir III oksit üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri karşılaştırıldığında, NiO katkısı yok iken yapının tanecikleri seyrek ve küçük olup, NiO katkısı ile tanecik boyutları büyümüş ve yapı daha yoğun bir hal almıştır. Tanecikler birleşerek daha büyük yapılar oluşturmuştur.

Kimyasal püskürtme yöntemi ile cam taban üzerine büyütülmüş Cd katkılı demir III oksit yarıiletken ince filmlerine ait farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.97'de verilmiştir.





Şekil 4.97. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Cd katkılı demir III oksit ince filmlerin SEM görüntüleri

Kimyasal püskürtme yöntemi ile cam taban üzerine büyütülmüş Cd katkılı demir III oksit üzerine, RF sputter tekniği ile %8,19 O<sub>2</sub> basıncı altında NiO büyütülen yarıiletken ince filmlerine ait farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.98'de verilmiştir.





Şekil 4.98. Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Cd katkılı demir III oksit üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri

Kimyasal püskürtme yöntemiyle cam alttaş üzerine büyütülmüş Cd katkılı demir III oksit ve Cd katkılı demir III oksit üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri karşılaştırıldığında, NiO katkısı olmayan filmlerin yaprak şeklinde oldukça seyrek dağıldığı görülmekte fakat NiO katkısı ile yapının yoğun iç içe geçmiş tanecikler oluştuğu görülmektedir.

Kimyasal püskürtme yöntemi ile cam taban üzerine büyütülmüş Ga katkılı demir III oksit yarıiletken ince filmlerine ait farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.99'da verilmiştir.





**Şekil 4.99.** Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Ga katkılı demir III oksit ince filmlerin SEM görüntüleri

Kimyasal püskürtme yöntemi ile cam taban üzerine büyütülmüş Ga katkılı demir III oksit üzerine, RF sputter tekniği ile %8,19 O<sub>2</sub> basıncı altında NiO büyütülen yarıiletken ince filmlerine ait farklı ölçekli SEM görüntüleri Şekil 4.100'de verilmiştir.





**Şekil 4.100.** Kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş Ga katkılı demir III oksit üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri

Kimyasal püskürtme yöntemiyle cam alttaş üzerine büyütülmüş Ga katkılı demir III oksit ve Ga katkılı demir III oksit üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin SEM görüntüleri karşılaştırıldığında, NiO katkısı olmayan filmlerde, demir III oksite ait küp şeklindeki nano piramitler ve aradaki Ga katkısı görülmekte olup yapının seyrek olduğunu söyleyebiliriz. Fakat yapıya NiO katkısı ile aradaki boşluklar dolmuş olup daha sıkı ve düzenli bir yapı görülmektedir.

# 4.14. Cam üzerine Saf ve Katkılı Demir III oksit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) İle Aynı Filmler Üzerine NiO Katkılanmış Demir III oksit İnce Filmlerin AFM Görüntüleri

Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemi ile büyütülmüş saf demir III oksit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 101 ve Şekil 4.102'de verilmiştir.



Şekil 4.101. Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ince filmlerin 2D AFM görüntüsü



**Şekil 4.102.** Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf demir III oksit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ince filmlerin 3D AFM görüntüsü

Şekil 4.101 ve Şekil 4.102'de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ince filminin iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntüleri verilmiştir. Şekillerden de görüldüğü üzere yüzeyde yer yer çukurlar meydana gelmiş olup, kratere benzer sivri uçlu yapılar meydana gelmiştir. Bunun yanı sıra oluşan çukurların derinlikleri nispeten büyüktür. Pürüzlülük değeri yaklaşık 34 nm olup, maksimum yükseklik 120 nm ve maksimum derinlik 88 nm'dir. Ortalama pürüzlülük değeri olarak kabul edebileceğimiz R<sub>q</sub>/RMS değeri ise 42 nm olup, bu değer hemen hemen çizgisel pürüzlülük değeri ile uyum içindedir.

Kimyasal püskürtme yöntemi ile cam taban üzerine saf demir III oksit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ince filmleri büyütüldükten sonra, aynı filmler üzerine %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak NiO büyütülmüş numunelere ait iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 4.103 ve Şekil 4.104'te verilmiştir.



Şekil 4.103. Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin 2D AFM görüntüsü



Şekil 4.104. Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülmüş saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) üzerine NiO katkılanmış ince filmlerin 3D AFM görüntüsü

Şekil 4.103 ve Şekil 4.104'de saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) üzerine %8,19 oksijen basıncında büyütülmüş NiO filmlerinin iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntüleri verilmiştir. Bu şekillerden de görüldüğü gibi daha önceden yer yer meydana gelmiş olan çukurların ortadan kalktığı, kratere benzer sivri uçlu yapıların dairesel bir şekil aldığı, mevcut krater şeklindeki engebeli yapıların nispeten düzelmekte olduğu görülmektedir. Bunun sebebi; boşlukların NiO ile dolduğu şeklinde ifade edilebilir. Bu durumda elde edilen filmlerde pürüzlülük değeri yaklaşık 8,1nm olup, maksimum yükseklik 26 nm ve maksimum derinlik 17 nm'dir. Ortalama pürüzlülük değeri olarak kabul edebileceğimiz  $R_q/RMS$  değeri 10 nm olup, bu değer hemen hemen çizgisel pürüzlülük değeri ile uyumludur. Saf demir III oksit yapısındaki pürüzlülüğün azalmasının nedeninin, demir III oksit üzerine NiO ince filminin büyümesinden kaynaklandığını söyleyebiliriz.



Şekil 4.105. Cam taban üzerine Al katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 2D AFM görüntüsü

Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemi ile büyütülmüş Al katkılı demir III oksit ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 105 ve Şekil 4.106'da verilmiştir.



Şekil 4.106. Cam taban üzerine Al katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 3D AFM görüntüsü

Şekil 4.105 ve Şekil 4.106'da Al katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerinin iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntülerine bakıldığı zaman, yüzeyde büyük taneciklerden oluştuğu, yüzeyinde tortu şeklinde yığılmaya benzer şekilde daha sıkı bir yapının meydana geldiği görülmektedir. Pürüzlülük değeri yaklaşık 100 nm, maksimum yükseklik 160 nm ve maksimum derinlik 209 nm olarak hesaplanmıştır. Ortalama pürüzlülük değeri olarak kabul ettiğimiz R<sub>q</sub>/RMS değeri 114 nm'dir. Ayrıca burada kalınlığın artması ile birlikte mikron boyutlarında yapıların oluştuğu gözlenmiştir.

Kimyasal püskürtme yöntemi ile cam taban üzerine Al katkılanmış demir III oksit ince filmleri büyütüldükten sonra, aynı filmler üzerine %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak NiO büyütülmüş numunelere ait iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 4.107 ve Şekil 4.108'de verilmiştir.



**Şekil 4.107.** Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen Al katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen ince filmlerin 2D AFM görüntüsü



**Şekil 4.108.** Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen Al katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen ince filmlerin 3D AFM görüntüsü

Şekil 4.107 ve Şekil 4.108'de Al katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle elde edilen demir III oksit ince filmlerinin üzerine RF sputter tekniği ile %8,19 oksijen basıncında büyütülen NiO filminin iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntüleri verilmiştir. Daha önce Al katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemi ile büyütülen demir III oksit ince filmlerinin yapısının oldukça büyük yapılardan oluştuğu, yüzeyinde tortu şeklinde yığılmalar şeklinde daha sıkı yapıların gözlendiğini söylemiştik. Aynı filmler üzerine RF sputter tekniği kullanılarak NiO ince film büyütüldüğü zaman film pürüzlülüğünün azaldığı gözlenmiştir. Pürüzlülük değeri yaklaşık 41 nm, maksimum yükseklik 111 nm ve maksimum derinlik 135 nm'dir. Ortalama pürüzlülük değeri R<sub>q</sub>/RMS 53 nm'dir. Kalınlığın artması ile birlikte mikron boyutlarında yapılar meydana gelmiştir.

Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemi ile büyütülmüş Cd katkılı demir III oksit ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 109 ve Şekil 4.110'da verilmiştir.



**Şekil 4.109.** Cam taban üzerine Cd katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 2D AFM görüntüsü



Şekil 4.110. Cam taban üzerine Cd katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 3D AFM görüntüsü

Şekil 4.109 ve Şekil 4.110'da Cd katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerinin iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntülerine bakıldığı zaman, yüzey pürüzlülük değeri yaklaşık 41 nm, maksimum yükseklik 98 nm, maksimum derinlik 80 nm, ve ortalama pürüzlülük değeri  $R_q/RMS$  de 47 nm olup, bu değerler çizgisel pürüzlülük değerleriyle uyum içerisindedir. Buradaki görüntülerde, sivri olmamakla birlikte çukurlar ve tepeler mevcuttur.

Kimyasal püskürtme kullanılarak cam taban üzerine Cd katkılanmış demir III oksit ince filmleri büyütüldükten sonra, aynı filmler üzerine %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak NiO büyütülmüş numunelere ait iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 4.111 ve Şekil 4.112'de verilmiştir.



**Şekil 4.111.** Cam taban üzerine Cd katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen ince filmlerin 2D AFM görüntüsü



**Şekil 4.112.** Cam taban üzerine Cd katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen ince filmlerin 3D AFM görüntüsü

Şekil 4.111 ve Şekil 4.112'de Cd katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle elde edilen demir III oksit ince filmlerinin üzerine RF sputter tekniği ile %8,19 oksijen basıncında büyütülen NiO filminin iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntülerinde tepe ve çukurlar nispeten ortadan kalkmış fakat pürüzlülük oranı artmıştır. Yüzey pürüzlülük değeri yaklaşık 79 nm, maksimum yükseklik 144 nm, maksimum derinlik 175 nm, ve ortalama pürüzlülük değeri R<sub>q</sub>/RMS ise 90 nm'dir.

Cam taban üzerine kimyasal püskürtme yöntemi ile büyütülmüş Ga katkılı demir III oksit ince filmlerinin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 113 ve Şekil 4.114'te verilmiştir.



Şekil 4.113. Cam taban üzerine Ga katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 2D AFM görüntüsü



Şekil 4.114. Cam taban üzerine Ga katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerin 3D AFM görüntüsü

Şekil 4.113 ve Şekil 4.114'te Ga katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle büyütülen demir III oksit ince filmlerinin iki boyutlu ve üç boyutlu AFM görüntülerine bakıldığı zaman, yüzey pürüzlülük değeri yaklaşık 27 nm, maksimum yükseklik 58 nm, maksimum derinlik 41 nm, ve ortalama pürüzlülük değeri R<sub>q</sub>/RMS de 30 nm olup, bu değerler çizgisel pürüzlülük değerleriyle uyum içerisindedir. Ga katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle elde edilen demir III oksit ince filmlerinde de yine yer yer çukurlar meydana gelmiş, yüzeyde kratere benzer şekilde sivri uçlu yapılar oluşmuştur ve oluşan bu çukurlarda derinlikler nispeten daha büyüktür. Bunun yanı sıra Ga katkılı demir III oksit ince filminin yüzey pürüzlülük değeri, saf demir III oksit ince filminin yüzey pürüzlülük değeri, saf demir III oksit ince filminin

Kimyasal püskürtme kullanılarak cam taban üzerine Ga katkılanmış demir III oksit ince filmleri büyütüldükten sonra, aynı filmler üzerine %8,19 oksijen basıncı altında RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak NiO büyütülmüş numunelere ait iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ile pürüzlülük değerleri Şekil 4.115 ve Şekil 4.116'da verilmiştir.



**Şekil 4.115.** Cam taban üzerine Ga katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen ince filmlerin 2D AFM görüntüsü



**Şekil 4.116.** Cam taban üzerine Ga katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen ince filmlerin 3D AFM görüntüsü

Ga katkılanarak kimyasal püskürtme yöntemiyle elde edilen demir III oksit ince filmlerinin pürüzlülük oranının, Ga katkılı demir III oksit üzerine RF supetter tekniği ile %8.19 oksijen basıncında NiO büyütülen filmlerin pürüzlülük oranına göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Çizelge 4.12'de görüldüğü gibi; Ga katkılı demir III oksit ince filmlerinin pürüzlülük oranı 27,05 nm iken aynı film üzerine NiO ince filmi büyütüldüğü zaman pürüzlülük oranı 23,44 nm değerine düştüğü gözlenmiştir.

Saf demir III oksit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), Al, Cd ve Ga katkılı demir III oksit ile aynı yarıiletkenler üzerine RF supetter tekniği kullanılarak, %8,19 oksijen basıncında NiO büyütülmüş ince filmlere ait AFM sonuçlarına dayanan yüzey pürüzlülük değişimi Çizelge 4.12'de gösterilmiştir. **Çizelge 4.12.** AFM sonuçlarına göre saf demir III oksit, Al, Cd ve Ga katkılı demir III oksit ile aynı yarıiletkenler üzerine %8,19 oksijen basıncında NiO büyütülmüş ince filmlere ait yüzey pürüzlülük değişimi

Bileşik	a-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Roughness) (nm)	NiO/α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Roughness) (nm)
Saf	34,270	8,173
Al	104,800	41,470
Cd	41,080	79,590
Ga	27,050	23,440

### 4.15. NiO Gaz Sensör Uygulaması

Gaz sensörü uygulamalarında normalde n-tipi bir yarıiletken için H<sub>2</sub> gazı, sensör için önemli olan çoğunluk taşıyıcı serbest elektronlara katkı sağlayarak üzerinden geçen akımda bir artışa, dolayısıyla direncinde azalmaya neden olurken, p-tipi yarıiletken için çoğunluk taşıyıcı holler olduğu için durum bunun tam tersidir (H. Steinebach et. al. 2010). Gaz uygulandığında sensör üzerinden geçen akımın artma/azalma miktarına sensör cevabı adı verilirken, akımın artıp/azalıp doyuma ulaştığı (saturasyon) süreye de sensör cevap süresi denir. Gaz uygulamaya devam edilse bile saturasyon noktasına ulaşan bir gaz sensörü üzerinden geçen akımda ya da sensör direncinde artış/azalış meydana gelmez, o noktada sabit kalır. Bunun yanı sıra ortama gönderilen gaz miktarı ile sensör cevabı doğru orantılı olarak değişim gösterir. NiO yarıiletkeni de p-tipi bir yarıiletken malzeme olduğu için, Şekil 4.117'de görüldüğü gibi H<sub>2</sub> gazının uygulanması ile birlikte numune üzerinden geçen akım azalırken, buna bağlı olarak direncinde artış meydana geldi. Akımda ya da dirençte değişimin olmadığı doyum(saturasyon) noktasından sonra ortama N2 gazı gönderilip H2 gazı ortamdan uzaklaştırıldıktan sonra sensör akımının ya da direncinin normal seviyeye geldiği gözlendi. Bu konuda Thi Thanh Le Dang et. al. (2015), yaptıkları çalışmada, NiO yariiletkeninin p-tipi malzeme olması dolayısıyla üzerine gaz uygulandığı durumda NiO direncinin artış gösterdiğini, ortamın gazı boşaltılıp normal hava ortamına alındığında yüzey üzerinde oksijen soğrulacağı için ortamda hol konsantrasyonunun ve iletkenliğin artmasına, direncin ise azalmasına sebep olduğunu ortaya koymuşlardır. Ortama gaz uygulandığı zaman ise, gazın, soğrulmuş olan oksijen atomları ile reaksiyona girip bağ oluşturmasından dolayı hol konsantrasyonunun azalmasına, dolayısıyla sensörün direncinin artışına neden olduğu ortaya konulmuştur.

Yaptığımız çalışmaların bir diğer aşaması ise; farklı oksijen kısmi basınçlarında RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerinin gaz sensörü özelliklerinin incelemesini oluşturmaktadır. Büyütülen NiO ince filmler tavlandıktan sonra üzerlerine termal olarak In buharlaştırılıp nokta omik kontaklar yapıldı.

Üretilmiş olan gaz sensörleri, taban sıcaklığı ayarlanabilen akım ölçümlerinin yapılacağı ortama yerleştirildi. Akış miktarları ayarlanabilen ve farklı gaz giriş uçları bulunan hücre içerisine örneklerin yerleştirilmesiyle ortam vakum altına alındı. Daha sonra, literatür çalışmalarında en uygun gaz sensörü verileri genellikle 200-250 °C aralıklarında elde edildiği için yaptığımız çalışmada da ortam 200 °C sabit sıcaklıkta tutularak, kirliliklerden arındırmak ve filmlerin yüzeyini temizlemek amacıyla, ortama 1200 saniye süreyle N2 gazı gönderildi. Omik kontaklar yardımıyla numuneler üzerine sabit 10 volt gerilim uygulanarak bir akım geçişi sağlandı. Bu 1200 saniye boyunca akım değeri ölçüldü. Sonrasında diğer gaz girişinden ortama 1200 saniye 10 ppm H<sub>2</sub> (10/1.000.000) gazı uygulanıp numunelerin üzerinden geçen akım değişimi 1200 saniye boyunca ölçüldü. Aynı şekilde ortam H<sub>2</sub> gazından arındırıldıktan sonra 1200 saniye boyunca N2 gazı uygulanarak ortam yabancı gaz ya da kirliliklerden arındırılıp numunelerin gazsız ortamda üzerinden geçen akımdaki normalleşme gözlendi. 1200 saniyenin sonunda bu sefer ortama 50 ppm H<sub>2</sub> gazı uygulanarak akımda meydana gelen değişim gözlendi. Daha sonra ortam 1200 saniye N2 gazı ile temizlendikten sonra, yine 1200 saniye süreyle 100, 500 ve 1000 ppm miktarlarında H<sub>2</sub> gazı uygulanarak farklı gaz ortamlarında numuneler üzerinden geçen akımın değişimi gözlendi ve farklı oksijen ortamında büyütülen üç ayrı NiO numunesi için gaz sensörü özelliği belirlendi.



Şekil 4.117. Farklı oksjen gazı ortamında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerine ait gaz sensör özellikleri

%2,4, %6,4 ve %9,8 oksijen ortamlarında büyütülen farklı NiO yarıiletkenlerinde en iyi ve en hassas gaz sensörü özelliği gösteren numunelerin, 9,8% oksijen oranında büyütülen numunelerde olduğu gözlenmiştir. Bunun sebebi ise; artan oksijen basıncıyla beraber, filmlerin tanecik boyutlarının küçülmesi sonucunda film yüzeyine daha fazla gaz atomunun tutunmasıdır. %2,4 oksijen oranında büyütülen numunelerdeki sensör cevabının çok daha düşük olduğu, ortama uygulanan gazın giderek artması ile birlikte sensör özelliğinin gittikçe azaldığı gözlenmiştir. %2,4 oksijen oranında büyütülen numunelerde 10 ppm H<sub>2</sub> gazı ortamında sensör cevabının (tepki) %53, 1000 ppm H<sub>2</sub> gazı ortamında ise giderek azalıp %17 seviyelerine indiği gözlenmiştir. %6,4 oksijen oranında büyütülen numunelerde 10 ppm H<sub>2</sub> gazı ortamında sensör cevabının %15'den, 1000 ppm H<sub>2</sub> gazı ortamında artarak %57'ye yükseldiği izlenmiştir. Bunun yanı sıra %9,8 oksijen oranında büyütülen numunelerde ise 10 ppm H<sub>2</sub> gazı ortamında sensör cevabı %7 seviyelerinde iken 1000 ppm H<sub>2</sub> gazı %75 değerine ulaştığı görülmüştür. Bu veriler ışığında en kararlı gaz sensörü özelliğini gösteren numunelerin, üç ayrı numune arasından oksijen oranı %9,8 ile en yüksek olan numunelerde gözlenmiştir.



Şekil 4.118. Farklı oksjen gazı ortamında RF magnetron sputtering (sıçratma) tekniği ile büyütülen NiO ince filmlerine ait % sensör cevabı (tepkisi) değişimi

Normal şartlar altında iyi bir gaz sensöründe, düşük H<sub>2</sub> gazı ortamında sensör cevabının düşük düzeyden başlayarak artan gaz miktarı ile orantılı olarak artması beklenir. Bu özellik %6,4 ve %9,8 oksijen kısmi basıncında büyütülen numunelerde gözlenirken, aynı durum %2,4 oksijen kısmi basıncında büyütülen numunelerde gözlenmemektedir. Bu ise gaz sensörlerinde istenmeyen bir aygıt özelliğidir. %2,4 oksijen kısmi basıncı altında büyütülen NiO ince filmlerinde düşük H<sub>2</sub> gazı ortamında sensör cevabının yüksek olmasının, H<sub>2</sub> gazının artması ile sensör cevabının artması beklenirken azalmasının nedeni; ortamdan H<sub>2</sub> gazının uzaklaştırılması sırasında yüzeyde tutunan H<sub>2</sub> atomlarının tamamının uzaklaştırılamaması yani yüzeyden süpürülememesinden kaynaklanmaktadır. Çalışmalarımızda oksijen oranı farklı üç NiO gaz sensörü için sensör cevabı değişimi, % $GSR = \frac{I_{ilk} - I_{son}}{I_{ilk}}$ .100 bağıntısı yardımıyla elde edilmiştir. Farklı oksijen oranlarında büyütülen NiO ince filmlerine ait gaz sensör cevabı (tepkisi) Şekil 4.118'deki grafikte gösterilmiştir.

### 5. TARTIŞMA ve SONUÇ

Laboratuvar çalışmalarımızda, RF magnetron suputtering tekniği ile %2,4, %6,4 ve %9,8 gibi farklı oranlarda oksijen ortamında cam ve silisyum üzerine NiO ince filmleri büyütüldü. RF magnetron suputtering tekniği ile büyütme sırasında %99,995 saflıkta, 2 cm çapında ve 0,125 inch kalınlığında Ni hedef kullanıldı. Sputter gücü olarak 80 W seçildi. Taban sıcaklığı 250-310  $^{0}$ C arasında alındı. Bu teknik ile büyütülen ince filimlerin sputter gücü ve taban sıcaklığı istenilen değerde tutularak farklı özelliklerde numunelerin elde edilmesi de mümkündür. Ortamdaki basınç, %2,4 O<sub>2</sub> oranlı numunelerde 2x10<sup>-6</sup> Torr, %6,4 ve %9,8 O<sub>2</sub> oranlı numunelerde ise 1x10<sup>-6</sup> Torr olarak belirlendi. Tüm büyütme şartlarında Ar gazı basıncı 18,40 mTorr alındı. Yine ortamdaki birinci seri NiO ince filmleri için toplam basınç (Ar+O<sub>2</sub>) 18,85 mTorr, ikinci seri için toplam basınç ise 20,40 mTorr olarak belirlendi (Çizelge 3.1).

Gerek cam gerekse silisyum taban üzerine NiO ince filmlerini büyütme işlemi yaparken oksijen basıncının artması ile birlikte taban malzeme yüzeyine biriken NiO miktarında bir azalma olduğu görüldü. Örneğin; %2,4 O<sub>2</sub> gazı ortamında büyütülen numunelerdeki büyüme hızı 0,06-0,08 nm/s iken %6,4 O2 gazı ortamında büyütülen numunelerin büyüme hızının 0,02-0,03 nm/s, %9,8 O2 gazı ortamında büyütülen numunelerin büyüme hızının ise 0,015-0,020 nm/s arasında değiştiği gözlendi. %2,4 O<sub>2</sub> basıncı altında 700 nm kalınlığındaki filmler 90 dakikada, %6,4 O2 basıncı altında 475 nm kalınlığındaki filmler 218 dakikada büyürken, %9,8 O2 basıncı altında 475 nm kalınlığındaki filmler 233 dakikada büyütüldü. Büyütme sırasında yüksek oksijen basıncı altında büyütülen ince filmlerin büyüme hızlarının daha yavaş olduğu görüldü (Çizelge 3.1). Bu durum I. Hotovy et. al. (1998), Y. M. Lu et. al. (2002) ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada belirledikleri, oksijen basıncının yüksek olması halinde büyümenin daha yavaş seyrettiği şeklindeki bulguları ile uyum içindedir. Elde ettiğimiz aynı filmlerin oksijen basıncı ile yasak enerji aralıklarında meydana gelen değişiklikler, A. M. Reddy et. al. (2011) ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada da ortaya konuldu. Bununla birlikte gerek yapılan gözlemler gerekse literatür verilerinden yola

çıkarak, RF magnetron sputtering tekniği ile büyütülen ince filmler ile ilgili şu üç önemli sonuca varıldı:

- Oksijen oranı %50'nin üzerinde olduğu zaman NiO filmlerinde daha fazla Ni boşluğu meydana geleceği için iletkenlik azalır.
- 2) Düşük sıcaklıklarda büyütülen filmler küçük tanecikli bir yapıya sahip olup, daha yüksek sıcaklıklarda tanecikler daha büyük ve güçlü (200), dikey (kolonsal) dizilime sahiptirler.
- 3) 200 W gibi yüksek RF gücünde, filmlerin fazladan metalik Ni formundan dolayı öz iletkenliği artarken, Ni faz ile NiO faz arasındaki sınırlardan meydana gelen saçılmalar nedeniyle geçirgenlikte bir azalma meydana gelir.

Yaptığımız çalışmada; cam taban üzerine %2,4  $O_2$  basıncı altında filmlerin yasak enerji aralığı yaklaşık 3,28 eV (Şekil 4.1), %6,4  $O_2$  basıncı altında filmlerin yasak enerji aralığı 3,61 eV (Şekil 4.2) ve %9,8  $O_2$  basıncı altında ise yasak enerji aralığı 3,37 eV olarak tespit edildi (Şekil 4.3). A. M. Reddy et. al. (2011) ve arkadaşları ise yaptığımız çalışmada bulduğumuz sonuçlara benzer şekilde %2  $O_2$  basıncı altında filmlerin yasak enerji aralığın 3,650 eV, %6  $O_2$  basıncı altında filmlerin yasak enerji aralığın 3,820 eV ve %10  $O_2$  basıncı altında filmlerin yasak enerji aralığını 3,690 eV olarak elde ettiler.

Aynı şartlar altında büyütülen NiO ince filmlerinin XRD kırınım desenlerinden elde ettiğimiz sonuçlara göre, oksijen basıncının, filmlerin kristal yapılarında değişiklikler meydana getirdiği, NiO filmlerinin taban yüzeyine büyümeleri, kübik yapının değişik fazları olan (111), (200) ya da (220) gibi farklı kristal diziliminde olabileceğini gösterdi. Elde ettiğimiz sonuçlarla benzer bulgular Lv. Yaohui et. al. (2014) tarafından elde edildi. Bunun yanı sıra elde edilen aynı filmlerin XRD kırınım desenlerine göre, oksijen basıncı yükseldikçe numunelerin 2θ piklerinin düşük açı değerlerine doğru kaydığı görüldü. %2,4 O<sub>2</sub> basıncı altında cam üzerine büyütülen filmlerin (111) pikine ait 2θ

değeri 37,66<sup>0</sup> (Şekil 4.4), silisyum üzerine büyütülen filmlerin (111) pikine ait 2 $\theta$  değeri 37,51<sup>0</sup> (Şekil 4.9), %6,4 O<sub>2</sub> basıncı altında cam üzerine büyütülen filmlerin (111) pikine ait 20 değeri 37,59<sup>0</sup> (Şekil 4.5), silisyum üzerine büyütülen filmlerin (111) pikine ait 20 değeri 37,13<sup>0</sup> (Şekil 4.10), %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında cam üzerine büyütülen filmlerin (111) pikine ait 2θ değeri 37,34<sup>0</sup> (Şekil 4.6), silisyum üzerine büyütülen filmlerin (111) pikine ait 20 değeri 36,95<sup>0</sup> (Şekil 4.11) olarak elde edildi. Ayrıca, değişik oksijen oranlarında cam taban üzerine büyütülen NiO ince filmlerinin XRD görüntülerinde en büyük şiddete sahip olan ince filmler %6,4 oksijen oranında büyütülen filmlerden elde edildiği sonucuna varıldı. Bunun yanı sıra, n-tipi Si üzerine farklı oksijen basınçlarında büyütülen NiO ince filmlerinde oksijen basıncının artması ile birlikte 20 açı pikleri düşük değerlere kayarken, pik şiddetinde sürekli ve daha yüksek bir artışın olduğu görüldü (Şekil 4.12). Bulunan bu değerler, I. Hotovy et. al. (1998) ve arkadaşları tarafından yaptıkları, büyütme sırasında oksijen basıncının artmasıyla XRD kırınım desenlerindeki 20 piklerinin gittikçe düşük açı değerlerine doğru kaymasıyla ilgili çalışma ile uyum içindedir. Yüksek oksijen basıncı altında büyütülen NiO ince filmlerinde 20 açısının giderek düşük değerlere doğru kayma sebebinin; normal şartlar altında (111) kübik yapının yanı sıra, NiO kristal yarıiletkende, kübik yapının (200) veya (220) gibi farklı kristal dizilimleri nedeniyle olduğu düşünülmektedir ( A. Karpinski et. al 2011). Elbette bu konunun tam anlamıyla kesinlik kazanması ve daha net anlaşılması için, RF sıçratma tekniğiyle çok farklı parametreler kullanarak fazla sayıda NiO ince filmler büyütüp daha detaylı bir araştırma yapmak faydalı olacaktır.

NiO ince filmlerin SEM görüntülerinde ise; oksijen oranının düşük olduğu ince filmlerdeki 1/200.000 görüntülerinde tanecik yapılarının daha belirgin ve büyük olduğu, oksijen oranının yüksek olduğu ince filmlerdeki taneciklerin ise giderek küçüldüğü, aynı zamanda küp şeklinden küresel bir yapı oluştuğu gözlendi. Bunun yanı sıra oksijen basıncının aynı olduğu cam ve n-tipi Si taban üzerine büyütülen ince filmlerdeki tanecik yapılarının ise birbirinden biraz daha farklı büyüklüklerde olduğu görüldü (Şekil 4.14-33). Bulduğumuz bu sonuçlarla benzer bir çalışmada, Y. A. Kumar Reddy et. al. (2014) ve arkadaşları tarafından Ag katkılı NiO yarıiletken ince filmlerinde, oksijen basıncının

artması ile kristalin tanecik boyutlarının küçülerek aralarındaki boşluklarda bir artışın meydana geldiğini gördüler.

Cam ve silisyum taban üzerine büyütülen NiO ince filmlerinin AFM görüntülerinden elde ettiğimiz sonuçlar, oksijen basıncının, filmlerin yüzey pürüzlülüklerinde ve tanecik büyüklüklerinde değişiklikler meydana getirdiği gözlendi. Örneğin; Silisyum taban üzerine %2,4 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 11,421 nm (Şekil 4.43), %6,4 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm (Şekil 4.45) iken %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 2,081 nm olduğu tespit edildi (Şekil 4.47). Elde ettiğimiz bu sonuçlar M.

NiO ince filmlerinin elektriksel ölçümlerinden elde ettiğimiz sonuçlara göre, oksijen basıncının, numunelerin elektriksel özelliklerinde değişiklikler meydana getirdiği gözlendi. %2,4 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin Hall mobilitesi 4,60x10<sup>-1</sup> cm<sup>2</sup>/V.s, taşıyıcı konsantrasyonu 2,60x10<sup>13</sup> cm<sup>-3</sup>, özdirenci 5,03x10<sup>7</sup> ohm.cm, Hall katsayısı 23,0 cm<sup>3</sup>/C; %6,4 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin Hall mobilitesi 1,90 cm<sup>2</sup>/V.s, taşıyıcı konsantrasyonu 5,40x10<sup>12</sup> cm<sup>-3</sup>, özdirenci 6,06x10<sup>7</sup> ohm.cm, Hall katsayısı 112 cm<sup>3</sup>/C; %9,8 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin Hall mobilitesi 2,70 cm<sup>2</sup>/V.s, taşıyıcı konsantrasyonu 3,70x10<sup>12</sup> cm<sup>-3</sup>, özdirenci 6,10x10<sup>7</sup> ohm.cm, Hall katsayısı 163 cm<sup>3</sup>/C, olarak elde edildi (Çizelge 4.7). Oda sıcaklığında alınmış olan ölçülerde; Hall katsayısının pozitif olması malzemenin p-tipi olduğunu göstermektedir. Oksijen basıncının artmasıyla birlikte NiO yapısındaki taşıyıcı yoğunluğunun azaldığı görülmektedir. Oksijen basıncının artmasıyla birlikte taşıyıcı yoğunluğunun azalmasıyla uyumlu olarak, numunelerin özdirenci artmış ve yine taşıyıcı yoğunluğunun artmasıyla Hall mobilitesi azalmıştır. Bu durum ise ortalama serbest yolun kısaldığını göstermektedir. Bu durumda, oksijen basıncının artması sonucu film yüzeyinde açığa çıkan elektronların, NiO ince filmlerinin hollerini kompanse (telafi) ettiğini söylemek mümkündür. Genel olarak oksijen basıncının artması ile taşıyıcı yoğunluğu düşmüştür. Aslında yapı içindeki oksijen boşlukları elektron fazlalığına neden olmaktadır. Bu durum ise p-tipi bir malzemenin taşıyıcı yoğunluğunu düşürür. Fakat bu çalışmada oksijenin NiO yapısında fazla olması Ni elementlerin yapıya girmesine engel olmuş ve taşıyıcı yoğunluğu düşmüştür. Oksijen basıncının değişimi ile birlikte NiO ince filmlerinin elektriksel özelliklerinin değişmesi, A. M. Reddy et. al. (2011) ve arkadaşları tarafından yapılan oksijen basıncının elektriksel özelliklere olan etkisi konulu çalışma ile uyum sağlamaktadır.

Çalışmalarımızın bir diğer aşamasında ise, elde ettiğimiz NiO yarıiletkenlerinin gaz sensör özellikleri incelendi. %2,4 oksijen oranında büyütülen numunelerdeki sensör cevabının çok daha düşük olduğu, ortama uygulanan gaz miktarının artması ile birlikte idealde sensör cevabının artması beklenirken, %2,4 oksijen oranında büyütülen numunelerde sensör cevabının azaldığı gözlendi. %2,4 oksijen basıncı altında büyütülen bu numunelerin 200 °C ve 10 ppm H<sub>2</sub> gazı altında sensör cevabı %53 iken, 1000 ppm H<sub>2</sub> gazı altındaki sensör cevabının azalarak %17 değerine indiği gözlendi. Normal şartlarda uygulanan gaz konsantrasyonunun artması ile birlikte gaz sensör cevabının da artması beklenirken, gaz konsantrasyonunun artması ile sensör cevabının azalmasının nedeni; %2,4 oksijen basıncı altında büyütülen numunelerin yüzeylerinde H<sub>2</sub> gazının yeterince tutunamaması şeklinde yorumlanabilir (H. Steinebach et al. 2010, Amir M. Soleman Pour et. al. 2013). %6,4 oksijen basıncında büyütülen numunelerde 200 °C, 10 ppm H<sub>2</sub> gazı ortamında sensör cevabı %15 iken, 1000 ppm H<sub>2</sub> gazı %57 değerine ulaştığı gözlendi. %9,8 oksijen basıncında büyütülen numunelerde ise 200 °C, 10 ppm H<sub>2</sub> gazı ortamında sensör cevabı %7 iken, 1000 ppm H<sub>2</sub> gazı %75 değerine ulaştı (Şekil 4.117).

Sonuç olarak; NiO ince filmlerinin gaz sensör özellikleri incelendiğinde; metal oksit yarıiletken gaz sensörlerleri arasında NiO yarıiletken gaz sensörlerinin, hassas ve oldukça kararlı gaz sensörlerinden birisi olduğu görüldü. p-tipi bir yarıiletken olan NiO üzerine gaz düşürüldüğü zaman beklendiği üzere, direncinde bir artış meydana gelmiş, üzerinden geçen akım azalmıştır (Hotovy et. al. 2002). NiO yarıiletken gaz sensörü uygulamasında üç numune arasında en iyi, sensör cevabının en yüksek ve artan gaz miktarına göre en kararlı sensörlerin, %9,8 ile oksijen basıncı en yüksek olan numunelerde olduğu gözlendi (Şekil 4.118). Gaz sensörleri için ideal olan bu özellik;
oksijen oranı yüksek olan NiO ince filmlerinin tanecik yapısı daha küresel ve daha küçük olduğu için gaz ile tepkimeye giren alanın büyümesinden kaynaklanmaktadır. Deneysel olarak farklı oksijen basınçlarında RF magnetron supetter tekniği ile elde ettiğimiz NiO ince filmlerinin gaz sensör özellikleri incelendi ve en ideal gaz sensörü belirlendi.

Yaptığımız NiO gaz sensörü uygulamasına benzer bir çalışma Thi Thanh Le Dang et. al. (2015) tarafından yapıldı. Bu çalışmaya göre, NiO nano tellerinin H<sub>2</sub> gazına verdiği en yavaş cevabın (tepki), 400  $^{0}$ C'de %30,4 ve %81,6 olduğunu, en iyi cevabın ise 200  $^{0}$ C'de %56,8 ve 250  $^{0}$ C'de %106,9 olduğunu tayin ettiler. NiO gaz sensörü ile ilgili Amir M. Soleman Pour et. al. (2013), tüm gazlar için gaz miktarlarının artışı ile gaz sensörü cevabını da doğru orantılı olarak arttığını belirlediler. 25 ppm H<sub>2</sub> gazı için sensör cevabını yaklaşık %3 olarak tayin ettiler. NiO gaz sensörü ile ilgili başka bir çalışma Nikos Brilis et. al. (2007) tarafından yapıldı. Çalışmalarında %3 H<sub>2</sub> gazı uygulayarak 30-210<sup>0</sup>C aralığında NiO/Si yarıiletkeninin gaz sensör cevabını incelediler. Çalışma sıcaklığının oda koşullarından 150  $^{0}$ C ve 210  $^{0}$ C'ye çıkması durumunda NiO/Si yarıiletkeninin R<sub>gaz</sub>/R<sub>0</sub> sensör cevabının 4'ten 40'a çıkarak 10 kat artış gösterdiğini, gaz sensör cevap süresinin 15 dakikadan 7 dakikaya düştüğünü, sensör normalleşme süresinin ise 2 dakikadan 1 dakikaya düştüğünü tespit ettiler. NiO ince filmlerinin 150  $^{0}$ C'de ve H<sub>2</sub> gazı ortamında göstermiş olduğu hassasiyeti %94 olarak kaydettiler.

Farklı oksijen basınçları altında RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak cam ve silisyum taban üzerine NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince film büyütme işlemi sırasında daha yüksek oksijen basıncında büyütülen numunelerin taban yüzeyine birikme miktarında bir artma meydana geldiği görüldü. %5,56 O<sub>2</sub> basıncı altında 328,5 nm kalınlığındaki filmler 120 dakikada, %8,19 O<sub>2</sub> basıncı altında 341,3 nm kalınlığındaki filmler yine 120 dakikada büyürken, %12,83 O<sub>2</sub> basıncı altında 332,8 nm kalınlığındaki filmler 110 dakikada büyütüldü (Çizelge 3.2). Bunun sebebinin, oksijen atomunun Ni-Cr boşlukları ile bağ yaparak daha hızlı bir şekilde numune yüzeyine birikmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Büyütme sırasında oksijen basıncına karşı numunelerin yasak enerji aralıklarında meydana gelen değişiklik ile ilgili literatürde fazla bir çalışma olmamasına

rağmen, elde ettiğimiz filmlerin oksijen basıncı ile yasak enerji aralıklarında değişiklikler meydana geldiği gözlemlendi. Buna göre yaptığımız çalışmada; cam taban üzerine %5,56  $O_2$  basıncı altında filmlerin yasak enerji aralığı yaklaşık 2,28 eV (Şekil 4.49), %8,19  $O_2$  basıncı altında filmlerin yasak enerji aralığı 2,21 eV (Şekil 4.50) ve %12,83  $O_2$  basıncı altında ise yasak enerji aralığı ise 2,37 eV (Şekil 4.51) olarak tespit edildi.

NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin XRD kırınım desenlerinden elde ettiğimiz sonuçlara göre, oksijen basıncının, filmlerin kristal yapılarında değişiklikler meydana getirdiği gözlendi. Büyütme sırasında oksijen basıncının farklı değerler alması ile birlikte NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> kristal yapısında farklı kristal dizilimlerin olduğu, (200)'dan (220) yapıya veya (400)'dan (440) yapıya değişmesi gözlenebilir (N. Saito et. al. 2012). Büyütülen filmlerin (400) dizilimine sahip NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> variiletkenine ait olduğu gözlenmiş olup, bu sonuç N. Saito et. al. (2012) ve arkadaşlarının yapmış oldukları çalışma ile uyum içindedir. Elde edilen filmlerin XRD kırınım desenlerine göre, oksijen basıncı yükseldikçe numunelerin 20 piklerinin yine düşük açı değerlerine doğru kaydığı görüldü. Buna göre; %5,56 O2 basıncı altında cam üzerine büyütülen filmlerin 20 pikleri 43,88° (Şekil 4.53), silisyum üzerine büyütülen filmlerin 20 pikleri 43,36° (Şekil 4.58), %8,19  $O_2$  basıncı altında cam üzerine büyütülen filmlerin 20 pikleri 41,34<sup>0</sup> (Şekil 4.54), silisyum üzerine büyütülen filmlerin 20 pikleri 41,27<sup>0</sup> (Şekil 4.59), %12,83  $O_2$ basıncı altında cam üzerine büyütülen filmlerin 2θ pikleri 40,75<sup>0</sup> (Şekil 4.55), silisyum üzerine büyütülen filmlerin 20 pikleri  $40,70^{\circ}$  (Sekil 4.60) olarak elde edildi. Yaptığımız çalışmalarda oksijen basıncının artması ile birlikte filmlerin XRD kırınım desenlerinden yola çıkarak, 20 piklerinin düşük açı değerlerine doğru değişim göstermesi, silisyum taban üzerine büyütülen numunelerde net ve daha belirgin olarak tespit edildi. Bunun yanı sıra pik şiddetinin en yüksek olduğu numuneler, cam ve silisyum taban üzerine %8,19 O<sub>2</sub> basıncında büyütülen numunelerde olduğu gözlendi (Şekil 4.54, Şekil 4.59). Artan oksijen basıncı ile paralel olarak 20 piklerinin düşük açı değerlerine doğru kaymasının numunelerin tanecik boyutlarından kaynaklandığı, oksijen basıncı ile birlikte filmlerdeki tanecik boyutlarının küçülerek sivri ve çıkıntılı bir yapıdan daha yassı tanecik yapıya dönüştüğünü ve kristal atom diziliminde de değişiklik meydana geldiğini söylemek mümkündür (N. Saito et. al. 2012).

RF magnetron sputtering tekniği ile cam ve silisyum taban üzerine %5,56, %8,19 ve %12,83 oksijen basınçları altında büyütülen NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin AFM görüntülerinden elde ettiğimiz sonuçlar, oksijen basıncının, filmlerin yüzey pürüzlülüklerinde ve tanecik boyutlarında değişimler meydana getirdiği gözlendi. Cam taban üzerine %5,56 oksijen basıncı altında büyütülen numunelerin pürüzlülük değeri 7,268 nm (Şekil 4.79), %8,19 oksijen basıncı altında büyütülen numunelerin pürüzlülük değeri 7,865 nm (Şekil 4.81) ve %12,83 oksijen basıncı altında büyütülen numunelerin pürüzlülük değeri 6,872 nm (Şekil 4.83) iken silisyum taban üzerine %5,56 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 6,864 nm (Şekil 4.85), %8,19 O2 basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değeri 3,417 nm (Şekil 4.87) ve %12,83 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin yüzey pürüzlülük değerinin 3,530 nm (Şekil 4.88) olduğu tespit edildi. Elde ettiğimiz bu sonuçlar ve oksijen basıncının değiştirilmesi ile filmlerin yüzeysel yapılarındaki (yüzey morfolojisi) bu değişim Saito et al. (2012) ve arkadaşlarının belirlemiş oldukları değişim sonuçları ile uyum içindedir. Cam ve silisyum taban üzerine büyütülen ince filmlerin AFM sonuçlarından elde ettiğimiz sonuçlarda oksijen basıncının artırılması, filmlerin tanecik büyüklüklerinde bir artışa neden oldu ve taneciklerin yapısının dik ve sivri olan yapıdan daha dairesel ve yassı bir yapıya kavuştuğu gözlemlendi. Bu sonuçlar yine N. Saito et. al (2012) ve arkadaşlarının, oksijen basıncının artırılması ile tanecik büyüklüklerinde bir artmanın meydana geldiği şeklindeki çalışmalarıyla paralellik göstermektedir. Burada taneciklerin büyüyerek yassı bir hal alması yüzey pürüzlülüğünü azaltmaktadır.

NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin elektriksel ölçümlerinden elde ettiğimiz sonuçlara göre, oksijen basıncının, numunelerin elektriksel özelliklerinde değişiklikler meydana getirdiği gözlendi. %5,56 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin Hall mobilitesi 23,0 cm<sup>2</sup>/V.s, hol taşıyıcı konsantrasyonu 1,06x10<sup>11</sup> cm<sup>-3</sup>, özdirenci 2,50x10<sup>8</sup> ohm.cm, Hall katsayısı 5778 cm<sup>3</sup>/C; %8,19 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin Hall mobilitesi 3,10 cm<sup>2</sup>/V.s, hol taşıyıcı konsantrasyonu 2,90 x10<sup>11</sup> cm<sup>-3</sup>, özdirenci 6,70x10<sup>7</sup> ohm.cm, Hall

katsayısı 2127 cm<sup>3</sup>/C ve %12,83 O<sub>2</sub> basıncı altında büyütülen filmlerin Hall mobilitesi 2,70 cm<sup>2</sup>/V.s, hol taşıyıcı konsantrasyonu 3,07x10<sup>11</sup> cm<sup>-3</sup>, özdirenci 3,70x10<sup>7</sup> ohm.cm, Hall katsayısı 2004 cm<sup>3</sup>/C, olarak elde edildi (Çizelge 4.7). Oda sıcaklığında alınmış olan ölçülerde; Hall katsayısının pozitif olması malzemenin p-tipi olduğunu göstermektedir. NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yapısındaki taşıyıcı yoğunluğu, oksijen basıncının artmasıyla birlikte fazla bir artış göstermemiştir. Artan oksijen basıncı ile birlikte NiCr2O4 malzemede taşıyıcı yoğunluğu ortalama 10<sup>11</sup> mertebesindedir. Bunun yanı sıra Ni ile Cr arasındaki metalik bağlanma sonucu son yörüngede bulunan elektronlar serbest haldedir. Ortamda oksijen basıncının artması ile hem ortamda açığa çıkan oksijen elektronları, hem de Ni ile Cr arasındaki metalik bağlanmadan dolayı meydana gelen serbest elektronlar yüzünden, yapıda bulunan daha fazla hol, elektronlar tarafından kompanse edileceğinden özdirenç ve Hall mobilitesi azalmıştır. Yani, oksijen basıncının artması sonucu film yüzeyinde açığa çıkan elektronların, NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince filmlerinin hollerini, NiO yapısındakine göre daha fazla kompanse (telafi) ettiğini söylemek Literatürde, oksijen basıncının değişimi ile birlikte NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ince mümkündür. filmlerinin tüm elektriksel özelliklerinin nasıl değiştiği ile ilgili fazla bir çalışma olmamasına rağmen, büyütme sırasında oksijen basıncının artması ile birlikte elde ettiğimiz numunelerin özdirencinde gittikçe bir azalmanın olduğu görülmüş olup bu sonuç, N. Saito et. al. (2012) ve arkadaşlarının bu konu ile ilgili yapmış oldukları çalışma ile uyum sağlamaktadır.

RF sıçratma tekniği ile büyütülen NiO ve Ni $Cr_2O_4$  ince film yarıiletkenlerinde oksijen oranı ayarlanarak, filmlerdeki yüzey pürüzlülük oranı, yasak enerji aralığı, 20 açısı, şiddeti, kristal yapısı, tanecik büyüklüğü, taşıyıcı konsantrasyonu, mobilitesi, Hall katsayısı, sensör özelliği gibi bir çok parametrenin değiştirilebileceği söylenebilir.

Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerinin Raman değişim eğrileri incelendiğinde, Ni $Cr_2O_4$  ait olan  $A_{1g}$  titreşim modunun yaklaşık olarak 665 cm<sup>-1</sup> de meydana geldiği gözlenmiştir. Bunun yanı sıra  $Cr_2O_3$ 'e ait olan pik 363 cm<sup>-1</sup>'de ve ince film yapısında bulunan  $Cr^{III}$  ve  $Cr^{VI}$  türevlerine ait titreşim modunun ise 852 cm<sup>-1</sup> 'de oluştuğu görüldü (Şekil 4.66). Aynı büyütme şartları kullanılarak n-tipi Si taban üzerine büyütülen ince filmlerinin Raman

değişim eğrilerine göre NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ait olan iki adet  $A_{1g}$  ve bir  $F_{2g}$  piki gözlenmiştir.  $A_{1g}$  titreşim moduna ait olan pik 665 cm<sup>-1</sup>'de meydana gelirken NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>'e ait  $F_{2g}$  moduna ait pik ise 580 cm<sup>-1</sup>'de gözlenmiştir (Z. Wang et. al. 2003). Ayrıca Si taban üzerine farklı oksijen basınçlarında büyütülen filmlerin Raman değişim grafiğinde 360 cm<sup>-1</sup>'de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e ait olan piklerin meydana geldiği görülmüştür. Cr<sup>III</sup> ve Cr<sup>VI</sup> türevlerine ait titreşim modunun ise 852 cm<sup>-1</sup> civarlarında oluştuğu gözlendi (Şekil 4.71).

Ni $Cr_2O_4$  ince filmlerine ait Raman değişimi, J. Kim ve I. Hwang (2005), J Kim et. al. (2014) ile Maslar et. al. (2001) tarafından incelendi. J. Kim ve I. Hwang (2005) yaptıkları çalışmada Ni $Cr_2O_4$  yarıiletkeni için  $A_{1g}$  titreşim moduna ait Raman değişimini 687 cm<sup>-1</sup>'de, Maslar et. al. (2001) yaptıkları çalışmada 685 cm<sup>-1</sup>'de elde ederken, J Kim et. al. (2014) ise 665 cm<sup>-1</sup>'de elde ettiler. Aynı şekilde yine bu üç ayrı çalışmada J. Kim ve I. Hwang (2005)  $Cr_2O_3$  için Raman değişimini 352 cm<sup>-1</sup>'de, Maslar et. al. (2001), 350 cm<sup>-1</sup>'de elde ederken, J Kim et. al. (2001), 840-880 cm<sup>-1</sup>'de ve Weckhuysen et. al (1996) ise 865 cm<sup>-1</sup>'de elde ettiler.

Cam üzerine kimyasal püskürtme yöntemi ile saf demir III oksit (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ve Al, Ga, Cd katkılı demir III oksit ince filmler elde edildi. Daha sonra aynı filmler üzerine RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak %8,19 O<sub>2</sub> basıncı altında NiO büyütüldükten sonra aynı yarıiletken ince filmlerin elektriksel özellikleri ile birlikte XRD kırınım desenleri, SEM ve AFM görüntüleri elde edildi. Literatürde katkılı demir III oksit ile üzerine NiO büyütülmüş filmlerle ilgili herhangi bir çalışma olmamasına rağmen bu çalışmayı yapmamızdaki amacımız; saf demir III oksit ile Al, Ga ve Cd katkılı demir III oksit üzerine NiO büyüterek filmlerin yüzey pürüzlülük değerini incelemek ve bu durumda numunelerin gaz sensörü uygulamalarında kullanılıp kullanılamayacağı hakkında bilgi sahibi olmaktır. Numune yüzeylerine NiO büyütülmesi ile birlikte değişen yüzey pürüzlülük oranları bize, başka gaz sensörü uygulamalarında bu yarıiletken ince filmlerinin denenebileceği hususunda önemli bilgiler vermiştir. Fakat laboratuvarda elde ettiğimiz bu yarıiletken ince filmleri ile ilgili olarak şu ana kadar gaz sensörü çalışması mevcut değildir. Elde ettiğimiz bu numunelerin, ilerde gaz sensörü özellikleri çalışılacağı zaman sensör uygulamalarına ışık tutacağı düşüncesindeyiz. Yukarıda bahsettiğimiz büyütme şartları dikkate alınarak elde edilen ince filmlerin XRD kırınım desenleri incelendiğinde, saf demir III oksit ile Al katkılı demir III oksit üzerine %8,19 O<sub>2</sub> ortamında NiO büyütülmüş ince filmlerin pik açılarında belirgin herhangi bir kayma meydana gelmemekle birlikte, pik şiddetlerinde bir artış gözlendi (Şekil 4.89, Şekil 4.90). Fakat Ga ve Cd katkılı demir III oksit üzerine %8,19 O<sub>2</sub> ortamında NiO büyütülmüş ince filmlerin pik açılarının az da olsa düşük açı değerlerine kaydığı ve tüm numunelerin pik şiddetlerinde bir artış olduğu belirlendi (Şekil 4.91, Şekil 4.92).

Elde edilen saf demir III oksit ince filmlerinin SEM ve AFM görüntülerine göre krater şeklinde derin çatlaklar ile birlikte boşlukların olduğu gözlendi. Saf demir III oksit ince filmleri üzerine NiO ince filmi büyütüldüğünde ise bu çatlakların nispeten dolduğu ve yapının daha tanecikli bir hal aldığı gözlendi (Şekil 4.94). Bununla birlikte yüzey pürüzlülük değerinde 34,270 nm'den 8,173nm'ye doğru oldukça fazla bir azalmanın olduğu tespit edildi (Şekil 4.101, Şekil 4.103). Al katkılı demir III oksit ince filmlerinin SEM ve AFM görüntülerine göre yapının yine krater şeklinde ve yapıda saf demir III oksite göre daha derin boşlukların olduğu gözlendi (Şekil 4.95). Al katkılı demir III oksit üzerine NiO ince filmi büyütüldüğünde ise yüzey pürüzlülük değerinin azaldığı, boşlukların tamamen dolduğu ve yapının iri tanecikli oldukça sıkı bir hal aldığı gözlendi. AFM görüntülerinde yüzey pürüzlülük değerinin 104,800 nm'den 41,470nm'ye azalması, yapıdaki boşlukların dolarak daha düz, daha sıkı ve tanecikli bir yapının oluştuğunu göstermektedir (Şekil 4.105, Şekil 4.107). Cd katkılı demir III oksit ince filmlerinin SEM ve AFM görüntülerinde yapıda daha düz ve dik olmayan çıkıntılar olmasına rağmen, aynı filmler üzerine NiO ince filmi büyütüldüğünde yüzeyde çatlaklarla beraber daha belirgin taneciklerin olduğu, bu dik olmayan yassı tanecikler üzerinde daha küçük dikensi çıkıntıların meydana geldiği (Şekil 4.97), bu nedenle yüzey pürüzlülük değerinin artarak, 41,080 nm'den 79,590 nm değerine ulaştığı görüldü (Şekil 4.109, Şekil 4.111). Ga katkılı demir III oksit ince filmlerinin görüntülerinde, demir III oksit yüzeyine tutunmuş nano küpler şeklinde Ga atomlarının olduğu net bir şekilde gözlendi. Demir III oksit yüzeyi oldukça düz olmasına rağmen Ga katkısından ve Ga

atomlarının yüzeyde nano küpler şeklinde birikmesinden dolayı tanecikler arası seyrek ve yüzey pürüzlülük değeri yüksektir (Şekil 4.99). Ga katkılı demir III oksit filmleri üzerine NiO ince filmi büyütüldüğünde ise, derin çukurların dolarak nano küplerin tamamen kaybolduğu, yüzeyde daha belirgin sıkı, ve dik olmayan küresel tanecikli bir yapının oluştuğu gözlendi (Şekil 4.100). Bunun sonucunda yüzey pürüzlülük değerinin azalarak 27,050 nm'den 23,440 nm'ye düştüğü görüldü (Şekil 4.113, Şekil 4.115).

Aynı yarıiletken ince filmlerin elektriksel ölçümlerinden elde ettiğimiz sonuçlara göre, numunelerin elektriksel özelliklerinde farklılıklar meydana geldiği gözlendi. Saf demir III oksit üzerine %8,19 oksijen basıncı altında NiO büyütülmüş olan numunelerde Hall mobilitesi 100 cm<sup>2</sup>/V.s, hol taşıyıcı konsantrasyonu 2,10 x10<sup>11</sup> cm<sup>-3</sup>, özdirenci 2,80x10<sup>7</sup> ohm.cm, Hall katsayısı 2811 cm<sup>3</sup>/C; Al katkılı demir III oksit üzerine %8,19 oksijen basıncı altında NiO büyütülmüş olan numunelerde Hall mobilitesi 35,0 cm<sup>2</sup>/V.s, hol taşıyıcı konsantrasyonu 2,50x10<sup>11</sup> cm<sup>-3</sup>, özdirenci 6,70x10<sup>7</sup> ohm.cm, Hall katsayısı 2435 cm<sup>3</sup>/C; Cd katkılı demir III oksit üzerine %8,19 oksijen basıncı altında NiO büyütülmüş olan numunelerde Hall mobilitesi 2,40 cm<sup>2</sup>/V.s, hol taşıyıcı konsantrasyonu 1,50x10<sup>12</sup> cm<sup>-3</sup>, özdirenci 1,60x10<sup>8</sup> ohm.cm, Hall katsayısı 401 cm<sup>3</sup>/C ve Ga katkılı demir III oksit üzerine %8,19 oksijen basıncı altında NiO büyütülmüş olan numunelerde Hall mobilitesi 250 cm<sup>2</sup>/V.s, hol taşıyıcı konsantrasyonu 4,20x10<sup>10</sup> cm<sup>-3</sup>, özdirenci 5,80x10<sup>7</sup> ohm.cm ve Hall katsayısı yaklasık 1468 cm<sup>3</sup>/C olarak elde edildi (Cizelge 4.8).

Yapılan elektriksel ölçümler neticesinde katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülmüş olan numunelerin p-tipi taşıyıcı konsantrasyonuna sahip olduğu sonucuna varıldı. Cam tabana, kimyasal püskürtme yöntemi ile saf demir III oksit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ile Al, Ga, Cd katkılı demir III oksit ince filmler üzerine RF magnetron sputtering tekniği kullanılarak %8,19 O<sub>2</sub> basıncı altında NiO büyütülen numunelerin elektriksel sonuçları bize, katkı malzemelerinin (Al, Cd, Ga) farklı oluşu, Hall taşıyıcı konsantrasyonunun değişimine göre ince filmlerin mobilite ve özdirençlerindeki artış ya da azalışın lineer bir şekilde olmadığını gösterdi. Buna göre en yüksek Hall katsayısına sahip numunelerin, saf demir III oksit üzerine NiO büyütülen numuneler olduğu belirlendi. Yine bu dört farklı numuneden Hall taşıyıcı konsantrasyonu en yüksek olan numunelerin, Cd katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülmüş olan numunelerde olduğu gözlendi. Bununla birlikte en yüksek özdirence sahip numunelerin, Cd katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen numuneler, en düşük özdirence sahip numunelerin ise saf demir III oksit üzerine NiO büyütülen numuneler olduğu belirlendi. Aynı şekilde, Hall mobilitesi en yüksek olan numunelerin ise, Ga katkılı demir III oksit üzerine NiO büyütülen numuneler olduğu gözlemlendi (Çizelge 4.8).



## KAYNAKLAR

- Adhikari, R., Sarkar, A., Patta, G. R., Das, A. K., 2011. Magnetic Diode Exploiting Giant Positive Magnetoresistance İn Ferrite/Semiconductor Heterostructures. Applied Physics Letters. 98, 183504.
- Adler, D., Feinleib, J., 1970. Electrical and Optical Properties of Narrow-Band Materials, Phy. Rev B, 2, 3112-34.
- Antonino Salvatore, A., Bruce, P., Bruno, S., Jean-Marie, T., Walter Van, S., 2005. Nanostructured Materials For Advanced Energy Conversion And Storage Devices, Nature Materials 4, 366 - 377.
- Barsan, N., Simion, C., Heine, T., Pokhrel, S., Weimar, U., 2010. Modeling Of Sensingand Transduction For p-Type Semiconducting Metal Oxide Based Gas Sensors, J. Electroceram. 25, 11–19.
- Castro-Hurtado, I., Malagù, C., Morandi, S., Pérez, N., Mandayo, G.G., Casta<sup>\*</sup>n, E., 2013. Properties Of NiO Sputtered Thin Films And Modeling Of Their Sensing Mech-Anism Under Formaldehyde Atmospheres, Acta Mater. 61, 1146–1153.
- Cerc Korosec, R., Bukovec, P., Pihlar, B., Surca Vuk, A., Orel, B., Drazic, G., 2003. Preparation and Structural Investigation of Electrocromic Nanosized NiO<sub>x</sub> Films Made Via The Sol-Gel Route. Solid State Lonics, 165, 191-200.
- Chen Y.S., Kang J.F., Chen B., Gao B., Liu L.F., Liu X.Y., Wang Y.Y., Wu L., Yu H.Y., Wang J.Y., Chen Q., Wang E.G., 2012. Microscopic Mechanism For Unipolar Resistive Switching Behaviour Of Nickel Oxides, J. Phys. D: Appl. Phys. 45, 065303.
- Chen, S.C., Kuo, T.Y., Lin, Y.C., Hsu, S.W., Lin, H.C., 2013. Effect of Palladium Content On Microstructure, Electrical and Optical Properties of NiO Films By RF magnetron sputtering. Thin Solid Films. 549, 50-53.
- Cho, N.G., Hwang, I.-S., Kim, H.-G., Lee, J.-H., Kim, I.-D., 2011. Gas Sensing Properties Of p-Type Hollow NiO Hemispheres Prepared By Polymeric Colloidal Templating Method, Sens. Actuators B 155, 366–371.
- Cho, N.G., Woo, H.-S., Lee, J.-H., Kim, I.-D., 2011. Thin-Walled NiO Tubes Functionalized with Catalytic Pt For Highly Selective C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH Sensors Using Electrospun Fibersas A Sacrificial Template, Chem. Commun. 47, 11300– 11302.
- Chou, P.C., Chen, H.I., Liu, I.P., Chen, C.C., Liou, J.K., Hsu, K.S., Liu, W.C., 2015. Hydrogen Sensing Performance of a Nickel Oxide (NiO) Thin Film-Based Device. International Juornal of Hydrogen Energy. 40, 729-734.
- Chou, P.C., Chen, H.I., Liu, I.P., Chen, C.C., Liou, J.K., Hsu, K.S., Liu, W.C., 2015. On The Ammonia Gas Sensing Performance of a RF Sputtered NiO Thin-Film Sensor. 15(7), 3711-3715.
- Danisman, M., Cansever, N., 2010. Effect of Content On Mechanical and Electrical Properties of Ni–Cr Thin Thin Films. Journal of Alloys and Compounds. 493, 649-653.
- Duc Hoa, N., El-Safty, S.A., 2011. Synthesis Of Mesoporous NiO Nanosheets For The Detection Of Toxic NO<sub>2</sub> Gas, Chemistry - A European Journal, Volume 17, Issue 46, 12896–12901.

- Gaidan, I., Arshak, K., 2006. NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Polymer Thick Films As Room Temperature Gas Sensors. Thin Solid Films. 495, 286-291.
- George, G., Anandhan, S., 2014. Synthesis And Characterisation Of Nickel Oxide Nanofibre Webs With Alcohol Sensing Characteristics, RSC Adv. 4, 62009.
- Guziewicz, M., Klata, P., Grochowski, J., Golaszewska, K., Kaminska, E., Domagala, J.Z., Witkowski, B.A., Kandyla, M., Chatzimanolis, Ch., Kompitsas, M., Piotrowska, A., 2012. Hydrogen Sensing Properties of Thin Films Deposited by RF magnetron sputtering. Procedia Engineering. 47, 746-749.
- H, S. Kannanb, S., Riethb, L., Solzbacher, F., 2010. H<sub>2</sub> Gas Sensor Performance Of NiO At High Temperatures in Gas Mixtures, Sensors And Actuators B 151, 162–168.
- Halperin, S.A., 1996. The Difference Between Surface Resistance and Surface Resistivity. EE: Evaluation Engineering, 35 (6), 49-50.
- Hassan, Imran., Tarek, M., Abdolkader, and Nauman Z. Butt., September 2016. "Carrier-Selective NiO/Si and TiO<sub>2</sub>/Si Contacts For Silicon Heterojunction Solar Cells" IEEE Transactions On Electron Devices, Vol. 63, No. 9.
- Hong Bin, Y., Jianwei, M., Sung-Fu, H., Fengwei, H., Hao Ming, C., Bin, L., 2014. Stable Quantum Dot Photoelectrolysis Cell For Unassisted Visible Light Solar Water Splitting, American Chemical Society Nano, VOL. 8, NO. 10, 10403– 10413.
- Hosterman, B. D., Farley, J. W., Johnson, A. L., 2013. Spectroscopic Study Of The Vibrational Modes Of Magnesium Nickel Chromite Mg<sub>x</sub>Ni<sub>1-x</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Journal Of Physics And Chemistry Of Solids. 74, 985-990.
- Hotovy, I., Buc, D., Hascik, S., Nennewitz, O., 1998. Characterization of NiO Thin Films Deposited By Reactive Sputtering. Vacuum. 50, 41-44.
- Hotovy, I., Huran, J., Spiess, L., Capkovic, R., Hascik, S., 2000. Preparation And Characterization of NiO Thin "Lms For Gas Sensor Applications. Vacuum. 58, 300-307.
- Hotovy, I., Huran, J., Spiess, L., Liday, J., Hascik, S., 2003. The Influence of Process Parameters and Annealing Temperature On The Physical Properties of Sputtered NiO Thin Films. Vacuum. 69, 237-242.
- Hotovy, I., Rehacek, V., Siciliano, P., Capone, S., Spiess, L., 2002. Sensing Characteristics of NiO Thin Films as NO<sub>2</sub> Gas Sensor. Thin Solid Films. 418, 9-15.
- Isik, S., Coban, O., Shafai, C., Tuzemen, S. And Gur, E., 2016. Growth Conditions Effects On The H<sub>2</sub> And CO<sub>2</sub> Gas Sensing Properties Of Indium Tin Oxide, Journal Of Physics: Conference Series 707, 012021.
- Jamal, K.R., Aadım, K.A., Al-Zaıdı, Q.G., Taaban, I.N., 2015. Hydrogen Gas Sensors Based on Electrostatically Spray Deposited Nickel Oxide Thin Film Structrures. Photonic Sensors. 5(3), 235-240.
- James, A. D., Kristin, D., Terry, A.R., 2001. NiO Thin-Film Formaldehyde Gas Sensor, Sensors And Actuators B: Chemical Volume 80, Issue 2, 106–115.
- Jiang, S.R., Feng, B.X., Yan, P.X., Cai, X.M., Lu, S.Y., 2001. The Effect of Anneling On the Electrochromic Properties of Microcrystalline NiO<sub>x</sub> Films Prepared By Reactive Magnetron RF magnetron sputtering. Applied Surface Science. 174, 125-131.

- Karpinski, A., Ouldhamadouche, N., Ferrec, A., Cattin, L., Plouet, M.R., Brohan, L., 2011. Optical Characterization of Transparent Nickel Oxide Films Deposited By DC Current Reactive Sputtering. Thin Solid Films. 519, 5767-5770.
- Kaur, N., Comini, E., Zappa, D., Poli, N., Sberveglieri, G., 2016. Nickel Oxide Nanowires: Vapor Liquid Solid Synthesis and Integration Into a Gas Sensing Device. Nanotechnology. 27, 205701 (9PP).
- Kim, J. H., Hwang, I. S., 2005. Development of An İn Situ Raman Spectroscopic System for Surface Oxide Films On Metals And Alloys İn High Temperature Water. Nuclear Engineering And Design. 235, 1029-1040.
- Kim, J., Choi, K. J., Bahn, C. B., Kim, J. H., 2012. In Situ Raman Spectroscopic Analysis Of Surface Oxide Films On Ni-Base Alloy/Low Alloy Steel Dissimilar Metal Weld Interfaces In High-Temperature Water. Presented At The NuMat 22-25 October 2012 Conference.
- Le Dang, T.T., Tonezzer, M., Nguyen, V.H., 2015. Hydrothermal Growth and Hydrogen Sensing of Nickel Oxide Nanowires. Journal of Nanomaterials., 785856-785863.
- Li, G., Wang, X., Ding, H., Zhang, T., 2012. A Facile Synthesis Method For Ni(OH)<sub>2</sub> Ultra-Thin Nanosheets And Their Conversion To Porous NiO Nanosheets Used Forformaldehyde Sensing, RSC Adv. 2, 13018–13023.
- Liu, B., Yang, H., Zhao, H., An, L., Zhang, L., Shi, R., Wang, L., Bao, L., Chen, Y., 2011. Synthesisand Enhanced Gas-Sensing Properties Of Ultralong NiO Nanowires Assembledwith NiO Nanocrystals, Sens. Actuators B 156, 251–262.
- Lu, Y., Ma, Y.H., Ma, S.Y., Jin, W.X., Yan, S.H., Xu, X.L., Jiang, X.H., Wang, T.T., Yang, H.M., Chen, H., Qiang, Z., 2016. Synthesis of Cactus-Like NiO Nanostructure and Their Gas-Sensing Properties. Materials Letters. 164, 48-51.
- Lu, Y.M., Hwng, W.S., Yang, J.S., Chuang, H.C., 2002. Properties of Nickel Oxide Thin Films Deposited By RF Reactive Magnetron Sputtering. Thin solid Films. 420-421, 54-61.
- Luyo, C., Ionescu, R., Reyes, L.F., Topalian, Z., Estrada, W., Llobet, E., Granqvist, C.G., Heszler, P., 2009. Gas Sensing Response of NiO Nanoparticle Films Made By Reactive Gas Deposition. Sensors and Actuators B. 138, 14-20.
- Lv, Yaohui., Huang, K., Zhang, W., Ran, S., Chi, F., Yang, B., Liu, X., 2014. High Performance gas-Sensing Properties of Octahedral NiO Crystals Prepared Via One-Step Controllable Synthesis Route. Cryst. Res. Technol. 49, 109-115.
- Miao, R., Zeng, W., Gao, Q., 2016. SDS-Assisted Hydrothermal Synthesis Of NiO Flake-Flowerarchitectures With Enhanced Gas-Sensing Properties Appl. Surf. Sci. 384, 304–310.
- Münzenrieder, N., Zysset, C., Petti, L., Kinkeldei, T., Salvatore, G.A., Tröster, G., 2013. Room Temperature Fabricated Flexible NiO/IGZO PN Diode Under Mechanical Strain. Solid-State Electronics. 87, 17-20.
- Nagarajan, V., Chandiramouli, R., 2014. NiO Nanocone as a CO Sensor: DFT Investigation. Struct. Chem. 25, 1765-1771.
- Nakajima, N., Kato, H., Sakisaka, Y., 2005. Surface Metallic Nature Caused By An In-Gap State of Reduced NiO: A Photoemission Study, J. Electron Spectr. Relat. Phenom. 144–147, 873–875.

- Neelabh, S., Srivastava, P.C., 2010. Synthesis., Characterization Of (Single- And Poly-) Crystalline NiO Nanorods By A Simple Chemical Route, Physica E 42, 2225– 2230.
- Nguyen Duc, H., Sherif, A., El-Safty., 2011. "Synthesis Of Mesoporous NiO Nanosheets For The Detection Of Toxic NO<sub>2</sub> Gas" Chemistry - A European Journal, Volume 17, Issue 46, Pages 12896–12901.
- Nishizawa, S., Tsurumi, T., Hyodo, H., Ishibashi, N., Ya-Mane, M., 1997. Structural Changes in ZnO/NiO Artificial Supperlattices Made By Ionbeam Sputtering, Thin Solid Films. 302, 133-9.
- Oh, J.H., Hwang, S.Y., Kim, Y.D., Song, J.H., Seong, T.Y., 2013. Effect of Different sputtering Gas Mixtures On The Structural, Electrical and Optical Properties of P-Type NiO Thin Films. Materials Science In Semiconductor Processing. 16(5), 1346-1351.
- Peng, T.C., Xiao, X.H., Han, X.Y., Zhou, X.D., Wu, W., Fen, F., Jiang, C.Z., 2011. Characterization of DC Reactive Magnetron Sputtered NiO Films Using Spectroscopic Ellipsometry. Applied Surface Science. 257, 5908-5912.
- Prakash, P., Ashok, M. R., 2009. "Synthesis Of Spherical NiO Nanoparticles Through A Novel Biosurfactant Mediated Emulsion Technique, Materials Science And Engineering C 29, 199–204.
- Ptak, M., Maczka, M., Gagor, A., Pikul, A., Macalik, L., Hanuza, J., 2013. Temperature-Dependent XRD, IR, Magnetic, SEM and TEM Studies of Jahn– Teller Distorted NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Powders. Journal of Solid State Chemistry. 201, 270-279.
- Rajagopal Reddy, V., Sekhar Reddy, P. R., Neelakanta Reddy, I., Choi, C-J., 2016. Microstructural, Electrical And Carrier Transport Properties Of Au/NiO/n-GaN Heterojunction With A Nickel Oxide Interlayer, RSC Adv. 6, 105761.
- Reddy, A.M., Reddy, A.S., Lee, K.S., Reddy, P.S., 2011. Effect of Oxygen Pressure On The Structural, Optical and Electrical Properties of Sputtered NiO Films. Ceramics International. 37, 2837-2843.
- Reddy, A.M., Reddy, A.S., Reddy, P.S., 2011. Effect of Substrate Bias Voltage On the Physical Properties of DC Reactive Magnetron Sputtered NiO Films. Materials Chemistry and Physics. 125, 434-439.
- Reddy, A.M., Reddy, A.S., Reddy, P.S., 2011. Thickness Dependent Properties of Nickel Oxide Thin Films Deposited By DC Reactive Magnetron Sputtering. Vacuum. 85, 949-954.
- Reig, C., Beltran, M.D.C., Munoz, D.R., 2009. Magnetic Field Sensors Based On Giant Magnetoresistance (GMR) Technology: Applications In Electrical Current Sensing. Sensors. 9, 7919-7942.
- Saito, N., Nakaaki, I., Iwata, H., Nishioka, K., 2012. Structural and Electrical Properties of Ni-Cr Oxide Films Prepared By Magnetron Sputtering. Thin Solid Films. 520, 3031-3034.
- Sanovane, A.C., Imandar, A.L., Shinde, PS., Deshmukh, H.P., Patil, R.S., 2010. Efficent Electrochoromic Nickel Oxide Thin Films By Electrodeposition. J. Alloys Compd. 489, 667-73.

- Shaalana, N.M., Yamazakia, T., Kikuta, T., 2011. Influence Of Morphology And Structure Geometry On NO<sub>2</sub> Gas-Sensing Characteristics Of SnO<sub>2</sub> Nanostructures Synthesized Via A Thermal Evaporation Method, Sensors And Actuators B 153, 11–16.
- Singh, H., Chakraborty, T., Srikanth, K., Chandra, R., Mitra, C., Kumar, U., 2014. Study of Exchange Bias İn NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles. Physica B. 448, 77-79.
- Soleimanpour, A.M., Jayatissa, A.H., Sumanasekera, G., 2013. Surface and Gas Sensing Properties of Nanocrystalline Nickel Oxide Thin Films. Applied Surface Science. 276, 291-297.
- Song, X., Gao, L., Mathur, S., 2011. Synthesis, Characterization, And Gas Sensing Properties Of Porous Nickel Oxide Nanotubes, J. Phys. Chem. C 115, 21730– 21735.
- Steinebach, H., Kannan, S., Reith, L., Solzbacher, F., 2010. H<sub>2</sub> Gas Sensor Performance of NiO at High Temperatures In Gas Mixtures. Sensors and Actuators B. 151, 162-168.
- Steinebacha, H., Kannanb, S., Riethb, L., Solzbacher, F., 2010. "H<sub>2</sub> Gas Sensor Performance of NiO At High Temperatures in Gas Mixtures" Sensors And Actuators B 151,162–168.
- Subramanian, B., Ibrahim, M.M., Senthilkumar, V., Murali, K.R., Vidhya, V.S., Sanjeeviraja, C., Jayachandran, M., 2008. Optoelectronic and Electrochemical Properties of Nickel Oxide (NiO) Films Deposited By DC Reactive Magnetron Sputtering. Physica B. 403, 4104-4110.
- Sun, J., Kosel, J., 2013. Extraordinary Magnetoresistance in Semiconductor/Metal Hybrids: A Review. Materials. 6, 500-516.
- Van der Pauw, L.J., 1958. A Method of Measuring Specific Resistivity and Hall Effect of Discs of Arbitrary Shapes, Philips Res. Repts. 13, 1-9.
- Wang, C., Cheng, X., Zhou, X., Sun, P., Hu, X., Shimanoe, K., Lu, G., Yamazoe, N., 2014. Hierarchical α- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiO Composites With a Hollow Structure For a Gas Sensor. Appied Materials. 12031-12037.
- Wang, J., Wei L., Zhang, L., Zhang, J., Wei, H., Jiang, C., Zhang, Y., 2012. Zinc-Doped Nickeloxide Dendritic Crystals With Fast Response And Self-Recovery For Ammoniadetection At Room Temperature, J. Mater. Chem. 22, 20038– 20047.
- Wang, J., Wei, L., Zhang, L., Jiang, C., Kong, E.S.-W., Zhang, Y., 2012. Preparation Of Highaspect Ratio Nickel Nanowires And Their Gas Sensing Devices With Fast Response and High Sensitivity, J. Mater. Chem. 22, 8327–8335.
- Wang, L., Lou, Z., Wang, R., Fei, T., Zhang, T., 2012. Ring-Like PdO-Decorated NiO Withlamellar Structures And Their Application in Gas Sensor, Sens. Actuators B171–172, 180–1185.
- Wang, L., Lou, Z., Wang, R., Fei, T., Zhang, T., 2012. Ring-Like PdO-Decorated NiO Withlamellar Structures And Their Application in Gas Sensor, Sens. Actuators B 171–172, 1180–1185.
- Wang, L., Zhang, Z., Cao, Y., 1993. Preparation of Nickel Oxide Film By Sol-Gel Process., J. Ceram Soc. Jpn., 101, 227-9.
- Wang, Z., Saxena, S. K., Lazor P., Neill, H. S. C. O., 2003. An İn Situ Raman Spectroscopic Study Of Pressure Induced Dissociation Of Spinel NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Journal Of Physics And Chemistry Of Solids. 64, 425-431.

- Wenzhong, W., Yingkai, L., Congkang, X., Changlin, Z., Guanghou, W., 2002. Synthesis Of NiO Nanorods By A Novel Simple Precursor Thermal Decomposition Approach, Chemical Physics Letters 362, 119–122.
- Wu, P., Sun, J.H., Huang, Y.Y., Gu, G.F., Tong, D.G., 2012. Solution Plasma Synthesizednickel Oxide Nanoflowers: An Effective NO<sub>2</sub> sensor, Mater. Lett. 82, 191–194.
- Wu, P., Sun, J.H., Huang, Y.Y., Gu, G.F., Tong, D.G., 2012. Solution Plasma Synthesized Nickel Oxide Nanoflowers: An Effective NO<sub>2</sub> Sensor, Mater. Lett. 82, 191–194.
- Zhang, J., Tu, J.P., Xia, X.H., Qiao, Y., Lub, Y., 2009. An All-Solid-State Electrochromic Device Based On NiO/WO<sub>3</sub> Complementary Structure And Solid Hybridpolyelectrolyte, Solar Energy Materials & Solar Cells 93, 1840– 1845.
- Zhao, Y., Wang, H., Wu, C., Shi, Z.F., Gao, F.B., Wu, G.G., Zhang, B.L., Du, G.T., 2014. Structures, Electrical and Optical Properties of Nickel Oxide Films By Radio Frequency Sputtering. Vacuum. 14-16.
- Zhou, Y., Gu, D., Geng, Y., Gan, F., 2006. Thermal, Structural and Optical Properties of NiO<sub>x</sub> Thin Films Deposited By Reactive DC Magnetron Sputtering. Materials Science and Engineering B. 135, 125-128.
- Zhu, G., Xi, C., Xu, H., Zheng, D., Liu, Y., Xu, X., Shen, X., 2012. Hierarchical NiO Hol-Low Microspheres Assembled From Nanosheet-Stacked Nanoparticles And Theirapplication in A Gas Sensor, RSC Adv. 2, 4236–4241.

## ÖZGEÇMİŞ

1975 yılında Erzurum'un Pasinler ilçesinde doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini Erzurum'da tamamladı. 1993 yılında İstanbul Marmara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Elektrik Bölümü'nü kazandı ve aynı bölümden 1997 yılında mezun oldu. 1998 yılında Atatürk Üniversitesi Aşkale Meslek Yüksekokulu Elektrik Bölümü'nde öğretim görevlisi olarak çalışmaya başladı. 2004 yılında Atatürk Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Ana Bilim Dalı, Katıhal Fiziği Bilim Dalı'nda yüksek lisansını tamamladı. 2010 yılında yine Atatürk Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Ana Bilim Dalı, Katıhal Bilim Dalı'nda doktora eğitimine başladı ve doktora çalışmalarını 2017 yılında Atatürk tamamladı. Erdal TURGUT halen Üniversitesi Aşkale Meslek Yüksekokulu'nda "Öğretim Görevlisi" olarak çalışmaktadır.