

47112

**D. A. KOPARTMA SİSTEMİNİN KURULMASI  
VE ÜSTÜNİLETKEN İNCE FİLMLEİN  
HAZIRLANMASI**

**CONSTRUCTION OF A D. C. SPUTTERING  
SYSTEM AND PREPARATION OF HIGH T<sub>C</sub>  
SUPERCONDUCTOR THIN FILMS**

**NURCAN AKDURAN**

Hacettepe Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetmeliğinin  
Fizik Anabilim Dalı İçin Öngördüğü  
YÜKSEK MÜHENDİSLİK TEZİ  
Olarak Hazırlanmıştır.

1995

**Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğüne**

Bu çalışma jürimiz tarafından FİZİK ANABİLİM DALI'nda YÜKSEK MÜHENDİSLİK TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Başkan :.....  
**Prof. Dr. Tezer FIRAT**

Üye :.....  
**Prof. Dr. Acar IŞIN**

Üye :.....  
**Prof. Dr. Özcan ÖKTÜ**

**ONAY**

Bu Tez ....../....../1995 tarihinde Enstitü Yönetim Kurulunca belirlenen yukarıdaki jüri üyeleri tarafından kabul edilmiştir.

25./9./1995  
**Prof. Dr. Gültekin GÜNAY**

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRÜ

## ÖZET

Bu çalışmada, yüksek sıcaklık üstüniletken YBCO ince filmler kopartma (sputtering) yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. Bu amaçla en yalın kopartma sistemi olan doğru akım (d. a.) kopartma sistemi kurulmuştur.

Kurulan d. a. kopartma sisteminde vakum odası sadece mekanik pompa ile pompalanmıştır. Sistemde d.a. güç kaynağı, su soğutmalı bakır hedef tutucu, alttaş ısıtıcı, YBCO hedef, MgO alttaş, engelleyici, Platin-Rodyum ısılcift, hedef ve alttaş arası bölgeye gaz üflenebilmesi için ince kuartz cam boru mevcuttur.

Hedef, katıhal reaksiyonu yöntemi ile  $Y_2O_3$ ,  $BaCO_3$ ,  $CuO$  toz karışımına kalsinasyon ve sinterleme işlemlerinin uygulanması ile elde edilmiş YBCO üstüniletkenidir. Kopartma gazı, argon ve oksijen gaz karışımıdır ve toplam gaz basıncı 2 mbar olarak sabit tutulmuştur.

Yapılan deneylerde değişik alttaş sıcaklıklarında ince filmler hazırlanmıştır ve bu filmlerin elektriksel özellikleri incelenmiştir.  $700^\circ C$  alttaş sıcaklığında hazırlanan ince filmde yarıiletken özellik gözlenirken,  $800^\circ C$ ' de hazırlanan filmde yarı iletken-metalik davranış bulunmuştur. Ancak bu filmlerde üstüniletkenliğe geçiş gözlenmemiştir.

Alttaş sıcaklığında artışa bağlı olarak filmler normal durumda metalik davranış göstermişlerdir. Sıcaklık  $800^\circ C$ - $860^\circ C$  aralığında yükseltildiğinde metalik davranışın arttığı gözlenmiştir.  $840^\circ C$  alttaş sıcaklığında hazırlanan filmde en yüksek geçiş sıcaklığı 81.4 K olarak elde edilmiştir. Buna karşın YBCO hedef geçiş sıcaklığı 85 K' dir.

Elde edilen filmlerin geçiş sıcaklıklarının hedef geçiş sıcaklığının altında kalması filmlerde oksijenin rastgele yöneliminin hedefe göre daha çok olduğunun bir göstergesidir.

## ABSTRACT

In this work, high  $T_c$  superconducting YBCO thin films were prepared by sputtering technique. For this purpose, a simple d. c. sputtering system was constructed.

In the d. c. sputtering system, vacuum chamber pumped only by a mechanical pump. The system consist of a d. c. power supply, water-cooled Cu target holder, substrate heater, YBCO target, MgO substrate, shutter, Platinum-Rhodium thermocouple and thin quartz pipe which is used for injection of gas mixture to target-substrate region.

The YBCO target was prepared through a solid state reaction by calcining and sintering of  $Y_2O_3$ ,  $BaCO_3$ , CuO powder mixtures. The sputtering gas was Ar- $O_2$  mixture and total gas pressure was maintained at 2 mbar.

In the experiments, thin films were prepared at different substrate temperatures and electrical properties of the films were investigated. The film formed at  $700^\circ C$  shows a semiconducting behavior whereas the one formed at  $800^\circ C$  shows semiconducting-metallic behavior. But for these films no superconducting transition were seen.

The films show metallic behavior at normal state at high substrate temperatures. It is observed that by increasing substrate temperature from  $800^\circ C$  to  $860^\circ C$  this behavior also increases. The maximum transition temperature to superconductivity of the film formed at  $840^\circ C$  was 81.4K. However for YBCO target, this temperature was 85K.

The critical transition temperatures of the sputtered films are lower than the target. This result may indicate a more random ordering of oxygen in the films than in the powder.

## TEŐEKKÜR

Tez alıŐması boyunca bilgi ve tecrübelerinden yararlandıĐım Prof.  
Dr. Tezer Fırat' a,

alıŐmanın her aŐamasında yardımlarını esirgemeyen AraŐ. Gör.  
Őadan Özcan' a

gerektiĐinde destek olan Do. Dr. Necdet BaŐtürk ve Do. Dr. H.  
Zafer Durusoy, AraŐ. Gör. Erdal Kaynak' a

tez alıŐması boyunca yararlandıĐım Elektronik AraŐtırma ve  
Mekanik Atölyesi alıŐanlarına,

sürekli yardım ve destekde bulunan aileme,

ve emeĐi geen herkese teŐekkür ederim.

# İÇİNDEKİLER

SAYFA

ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x
1. GİRİŞ .....	1
2. TEMEL BİLGİLER.....	4
2.1. Üstüniletkenlerin Elektriksel ve Magnetik Özellikleri.....	4
2.2. $Y_1 Ba_2 Cu_3 O_{7-x}$ Üstüniletkeninin Yapısal Özellikleri.....	6
2.3. Kopartma ( Sputtering ) Olayı .....	9
2.4. İnce Film Oluşum Aşamaları .....	15
3. DENEYSEL .....	18
3.1. Hedefin Hazırlanması.....	18
3.2. D. a. Kopartma Sistemi .....	19
3.3. Filmin Elde Edilişi.....	22
3.4. Elektriksel Direnç Ölçüm Düzenegi.....	23

3.4.1. Filmlerin Direnç Ölçümü İçin Hazırlanması .....	23
3.4.2 . Ölçüm Düzenegi .....	23
4. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA .....	28
4.1. Sonuçlar .....	28
4.2. Tartışma .....	39
4.2.1. Oksijen Stökiyometrisi .....	39
4.2.2. Tanecik Yönelimi .....	41
4.2.3. Film-Alttaş Etkileşmesi .....	42
4.2.4. Diğer Etkiler .....	42
A) Oksijen Basıncı .....	42
B) Hedef - Alttaş uzaklığı .....	43
C) Alttaş yapısı .....	44
5. KAYNAKLAR .....	45

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
1.1. Üstüniletken geçiş sıcaklığının kronolojik değişimi .....	2
2.2. $Y_1 Ba_2 Cu_3 O_{7-x}$ için kristal yapısı .....	6
2.3. Geçiş sıcaklığının oksijen stokiyometresine bağlılığı .....	8
2.4. Sıcaklığa bağlı olarak oksijen miktarının değişimi .....	9
2.5. Kopartma işleminin şematik gösterimi .....	11
2.6. İyon enerjisine bağlı olarak kopartma verimi .....	12
2.7. Basit bir d. a. kopartma sistemi .....	13
2.8. İnce film oluşum aşamaları .....	16
2.9. Alttaş yüzeyinde olası yapışma yerleri .....	17
3.1. D. a. kopartma sistemi .....	20
3.2. D. a. güç kaynağı devre şeması .....	21
3.3. A. a. dört nokta direnç ölçüm düzeneği .....	25
3.4. Elektriksel direnç ölçüm düzeneği .....	26
4.1. YBCO hedef için sıcaklığa bağlı direnç eğrisi .....	32
4.2. YBCO hedef için $2\theta$ - Şiddet grafiği .....	33
4.3. B filmi için sıcaklığa bağlı direnç eğrisi .....	34
4.4. C filmi için sıcaklığa bağlı direnç eğrisi .....	35
4.5. D filmi için sıcaklığa bağlı direnç eğrisi .....	36
4.6. E filmi için sıcaklığa bağlı direnç eğrisi .....	37
4.7. C, D, E filmleri ve hedef için direnç - sıcaklık eğrileri- nin 280K sıcaklığındaki direnç değerlerine göre nor- malizasyon çizimleri	38



## ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge	Sayfa
3.1. D. a. kopartma sistemi kullanılarak hazırlanan ince filmlerin depolanma koşulları	.....27
4.1. Hedef için elektriksel direnç ölçüm sonuçları	.....29
4.2. A ve B filmleri için alttaş sıcaklıklarına bağlı olarak 280K sıcaklığındaki ve 48K sıcaklığındaki direnç değerleri	.....29
4.3. C, D, E filmlerinin alttaş sıcaklığına bağlı 280K sıcaklığındaki direnç değerleri ve $R(90K)/R(280K)$ oranları	.....30
4.4. C, D, E filmleri için alttaş sıcaklığına bağlı $T_{co}$ , $T_{con}$ ve $\Delta T$ değerleri	.....31

## 1. GİRİŞ

Üstüniletkenlik ilk kez 1911 yılında Onnes'in Civa'nın elektriksel direncinin 4.2 K' de sıfır olduğunu gözlemesi ile tanındı. Bu sıcaklığa geçiş sıcaklığı denildi. Daha sonra Niobium elementinin geçiş sıcaklığı 9.2 K olarak gözlendi.

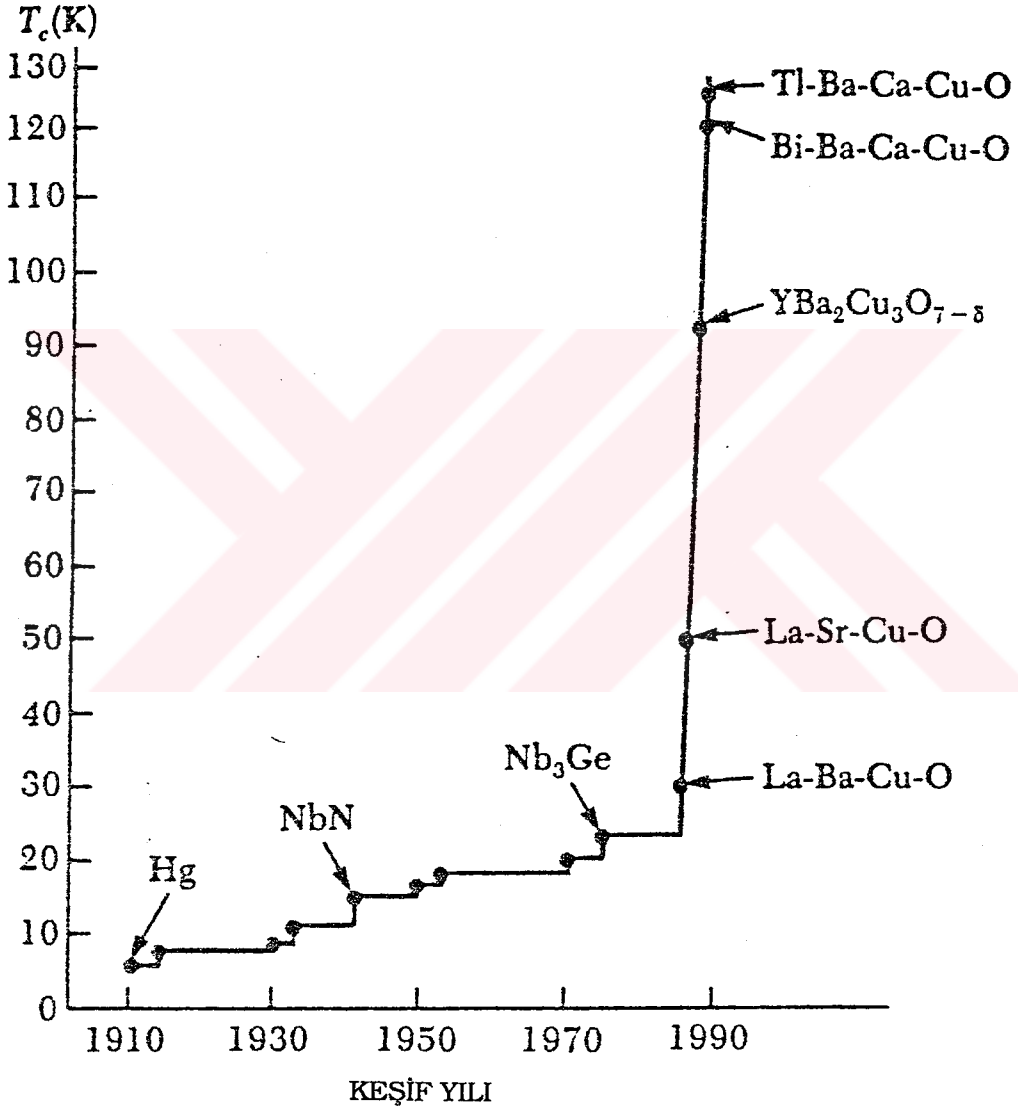
1933 yılında Meissner ve Ochsenfeld üstüniletkenlerin magnetik özellikleri üzerinde yaptıkları çalışmada geçiş sıcaklığı altında magnetik akının üstüniletken tarafından dışarı itildiğini buldular (Meissner and Ochsenfeld, 1933). Aynı zamanda bu maddelerin sıcaklığa bağlı kritik bir magnetik alan değerinde üstüniletkenliklerini kaybettikleri bulundu.

1935 yılında Fritz ve London tarafından üstüniletkenler için bir teori geliştirilmişse de üstüniletken durumu açıklayan temel teori John Bardeen, Leon N. Cooper ve J.Robert Scirieffer tarafından 1957 yılında geliştirilmiştir (Bardeen, Cooper, and Scirieffer, 1957). BCS teorisi olarak bilinen bu teorinin merkezinde Cooper çiftleri denilen elektron çiftlerinin oluşumu vardır.

1962 yılında Brian D. Josephson ince bir yalıtkan engel ile birbirinden ayrılmış iki üstüniletken arasına bir gerilim uygulandığında akan akımın, bu elektron çiftleri tarafından taşındığını bulmuştur (Josephson, 1962).

1986 yılında Bednorz ve Müller geçiş sıcaklığı 30 K olan La-Ba-Cu-O üstüniletkenini buldular. Bu malzeme yüksek sıcaklık üstüniletkeni olarak adlandırıldı (Bednorz and Müller, 1986). Bu çok büyük bir olaydı. Çünkü o zamana kadar bulunan en yüksek geçiş sıcaklığı Niobium ve Germanyum alaşımında 23 K olarak bulunmuştu. Kısa bir süre sonra Y-Ba-Cu-O sisteminde geçiş sıcaklığı 92 K olarak gözlendi (Wu, 1988). 1988 yılı ortalarında geçiş sıcaklığı Bi-Sr-Ca-Cu-O sisteminde 110 K (Maeda, 1988) , Tl-Ba-Ca-Cu-O için 120 K

(Sheng, 1988) olarak gözlemlendi. Zaman zaman daha yüksek geçiş sıcaklıkları olan üstüniletkenlerden sözedsede bu deneylerin tekrarlanabilirliği tartışmalıdır. Şekil 1.1' de yıllara bağlı olarak geçiş sıcaklığının kronolojik değişimi görülebilir.



Şekil 1.1. Üstüniletkenliğe geçiş sıcaklığının kronolojik değişimi

Üstüniletken özelliklerin kullanılabilmesi için üstüniletkenlerin geçiş sıcaklığı altında tutulmaları zorunludur. Geçiş sıcaklığı altında tutul-

maya çalışılan üstüniletken malzemenin soğuk kalabilmesi için dışardan olan ısı aktarımı ile buharlaşan sıvı helyum ve sıvı azotun sisteme tekrar eklenmesi gerekir. Yüksek sıcaklık üstüniletkenlerinde sıvılaştırılmış helyuma göre çok daha ucuz olan sıvı azot kullanılarak üstüniletken davranış gözlenebilmektedir.

Üstüniletkenler 1. tip ve 2. tip olarak iki gruba ayrılmışlardır. Yalnızca bazı elementlerin üstüniletkenlik gösterdiği grup 1. tip üstüniletken grubu olarak adlandırılmıştır. Bunlar oldukça düşük sıcaklıklarda geçiş göstermeleri ve düşük akım taşıma kapasitelerinden dolayı geniş uygulama alanı bulamadılar. Saf metallerin çoğu 1. tip üstüniletken davranışı gösterir. Ancak bazı metallere uygun ölçüde karışım elementleri katılmak sureti ile 1. tip' den 2. tip' e dönebilirler. Mesela % 2 oranında İndium katkısı ile kurşun 1. tip' den 2. tip 'e geçebilir (Durlu, 1992).

## 2.TEMEL BİLGİLER

### 2.1. Üstüniletkenlerin Elektriksel ve Magnetik Özellikleri

Üstüniletkenlerin akıma karşı elektriksel direnç göstermemeleri teknolojik ve bilimsel uygulamaların temelini oluşturur. Geçiş sıcaklığı üzerinde normal bir iletken özelliği gösteren maddeler, bu sıcaklık altında üstüniletken özellik gösterirler. Üstüniletkenlik durumuna geçiş her zaman keskin değildir. Örnek tamamıyla saf ve yapısı mükemmel ise geçişin keskin olması beklenir. Ancak metalik bir alışımda geçiş keskin değildir.

Sıfır direnç üstüniletkenlerin tek ayırtedici özelliği değildir. Bir üstüniletken zayıf bir magnetik alan içerisinde mükemmel diamagnet özelliği gösterir. Bu özellik Meissner etkisi olarak bilinmektedir. Normal bir iletken içerisinde alan rahatlıkla girebilirken, üstüniletken içerisinde alan yoktur, çünkü dışarı itilmiştir. Alan yeterince güçlü ise üstüniletkeni normal iletken durumuna geçirebilir. Bu alan kritik alan adını almaktadır. Sıcaklığa bağlı olan bu alan geçiş sıcaklığında sıfır değerini,  $T=0K$  için maksimum değerini alır. Metal üstüniletkenler için Gauss mertebesinde olan kritik magnetik alan değeri, alaşımlar için birkaç kilogauss' a ulaşabilmektedir (Omar, 1975).

Kritik alanın dış alan olma zorunluluğu yoktur. Üstüniletken bir halkada akan akım kendi magnetik alanını yaratır. Akım yeterince yüksek olursa kendi alanı kritik değere ulaşır ve bu durumda üstüniletkenlik yok olur. Bu akım değerine karşı gelen akım yoğunluğu kritik akım yoğunluğudur. Polikristal yüksek sıcaklık üstüniletkenlerinde tanecikler gelişigüzel yönelime sahiptir. Tanecikler arasında zayıf üstüniletken bağlar vardır. Bu bağlar nedeni ile alanın tüm örneğe girmesi kritik sıcaklığın altında olur. Polikristal örneklerde kritik akım yoğunluğunun düşük olma nedeni tanecikler arasında zayıf üstüniletken bağların olmasıdır. İnce filmlerde tanecik-

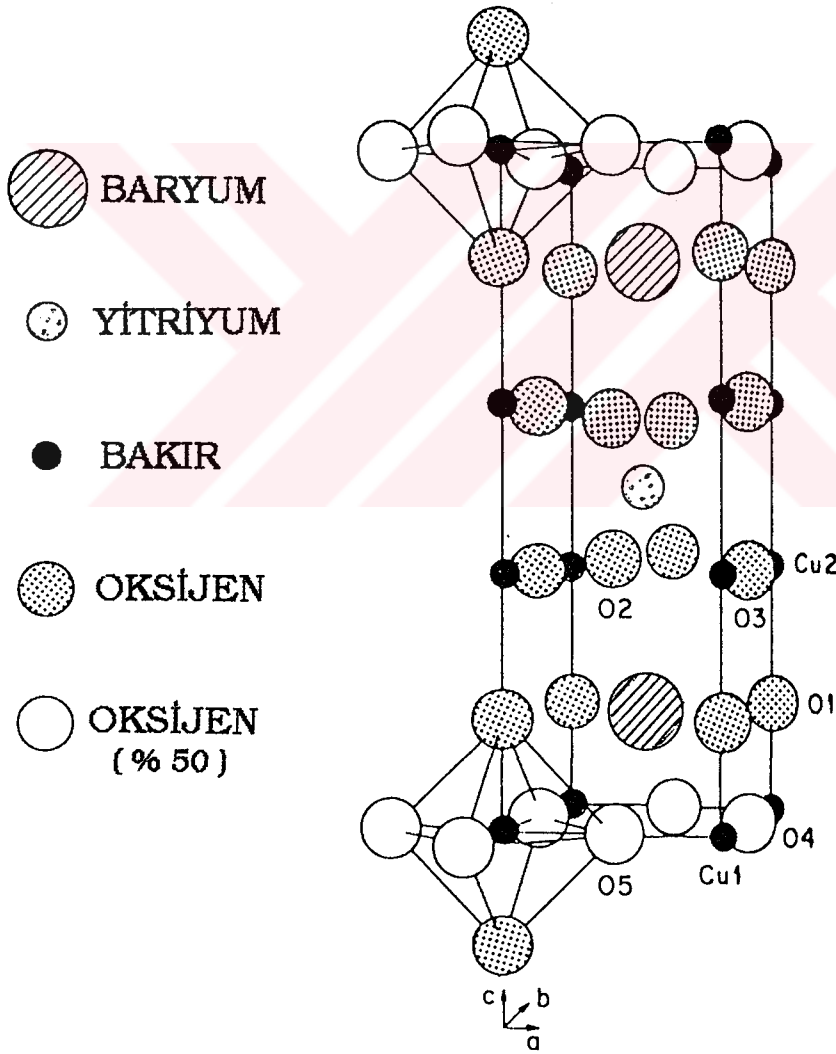
sınır etkisi yığın örneklerle göre daha düşüktür. Bu nedenle polikristal örneklerde kritik akım yoğunluğu  $10^5 - 10^7$  A/m<sup>2</sup> aralığında değişirken yönlenmiş, tek kristal ince filmlerde  $10^{10}$  A/m<sup>2</sup>' ye ulaşmaktadır (Ekin, 1987).

Genel olarak bir yüksek sıcaklık üstüniletken sisteminde faz geçişi iki adımda oluşur. Magnetik uygunlukta iki belirgin davranış gözlenir. Bu davranışlar yüksek sıcaklık üstüniletkenlerinde tanecik içi ve tanecikler arası zayıf etkileşmenin sonucudur.

Yüksek sıcaklıklarda gerçekleşen birinci faz geçişi tanecik içi diamagnetik geçiştir. Elektriksel direnç eğrisinde geçiş sıcaklığına karşı gelen sıcaklık ( $T_{co}$ ) magnetizasyon eğrisinde ikinci diamagnetik geçişin başladığı sıcaklığa karşı gelir. Bu durumda taneciklerin hepsi diamagnetik davranış gösterir. Ancak tanecikler arası faz yeni diamagnetik davranış göstermeye başlamıştır. Bu durumda magnetik alan tanecik içlerinde tamamen dışlanmıştır.  $T_{co}$  ile birlikte tanecik ara yüzeylerinde magnetik alan dışlanmaya başlar. Sıcaklık daha da düşürüldüğünde tanecikler arası diamagnetik geçiş tamamlanır. Bu sıcaklık değerinde uygunluğun sanal kısmı maksimum değerini alacaktır (Özcan, 1992).

## 2.2. $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$ Üstüniletkeninin Yapısal Özellikleri

Yüksek sıcaklık üstüniletkenleri ortorombik ya da tetragonal yapıda kristalleşirler. Yapıları Perovskite olarak adlandırılır. Genel perovskite yapı formülü  $ABO_3$ 'dür. Burada A ve B metal iyonları, O oksijendir.  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$  üstüniletkeninde A konumlarına Y ve Ba iyonları oturmuştur. Cu iyonları ise B konumlarına yerleşmiştir.



Şekil 2.2.  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$  üstüniletkeninin kristal yapısı

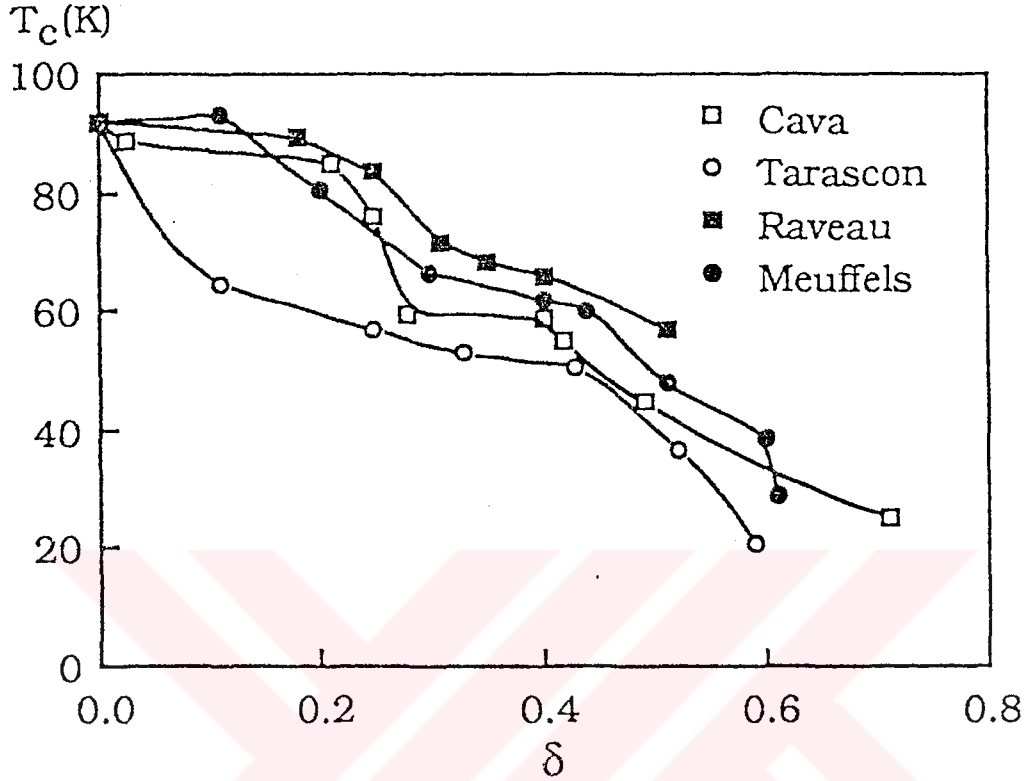
Kristal yapı Şekil 2.2' de görülebilir (Siegrist, 1987). Sistemde Cu (1) atomları birim hücrenin köşelerini ve Cu (2) atomları birim hücrenin  $(0, 0, \pm 1/3)$  pozisyonunu doldururlar. Cu (2) düzlemleri piramitsel yapıda olup oksijenle çevrelenmiştir. Yapıda beş tane kristalografik oksijen yeri vardır. O (4) ve O (5) yerleri yarı yarıya dolu iken diğer yerler tam doludur. Ba atomları Y merkezliğinde birbirlerinden ayrılmışlardır. Y ise birim hücrenin merkezinde bulunmaktadır. Birim hücrenin b eksenini boyunca Cu - O zincirleri oluşmuştur.

Yapıda bakırın değerliğinin artması ancak yapıya oksijen katılması ile mümkündür. Bakır + 3 değerliğe sahip olduğunda kristalografik örgü parametreleri değişmekte ve yapı ortorombik olmaktadır. Bu ise geçiş sıcaklığını ve normal durum direncini etkilemektedir (Fukushima, 1987).

Yapıya bakır yerine başka bir element konulduğunda geçiş sıcaklıklarında düşüşler olduğu gözlenmiştir. Sisteme Ta, Ca, Fe, Al, Ge katıldığında bu elementler Cu (1) düzlemlerini, Pt, Ni, Zn katıldığında ise Cu (2) düzlemlerini tercih ederler (Kılıç, 1993). Cu (1) düzlemlerinin üstüniletken özellikler açısından çok büyük bir önemi vardır.

$Y_1Ba_2Cu_3O_7$  stökiyometrisinden sapmalar üstüniletken özelliklerde önemli değişikliklere neden olur. Çünkü kristal yapıda bir elektronun diğerini takip etmesi için gerekli şartları muhtemelen oksijence zengin zincirler sağlar. Üstüniletken durum ile normal durum arasındaki temel fark kristal örgüdeki bazı oksijenlerin yerinde olmaması nedeniyle çarpışmaların mümkün olabilmesidir.  $Y_1Ba_2Cu_3O_7$  ile aynı kristal yapıda olmasına rağmen  $Y_1Ba_2Cu_3O_6$  bileşiği yarıiletken özellik gösterir. Şekil 2.3' de bazı gruplar tarafından yapılan çalışmaların sonucu olarak  $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-x}$  üstüniletkeni için geçiş sıcaklığının oksijen miktarına bağlılığı gösterilmiştir.  $X=0$  için ortorombik kristal yapı mevcuttur ve geçiş sıcaklığı maksimum değerine sahiptir.  $X$  değerindeki azalmaya bağlı olarak geçiş sıcaklığı azalmakta ve  $x=1$  için tetragonal kristal yapı oluşmaktadır.

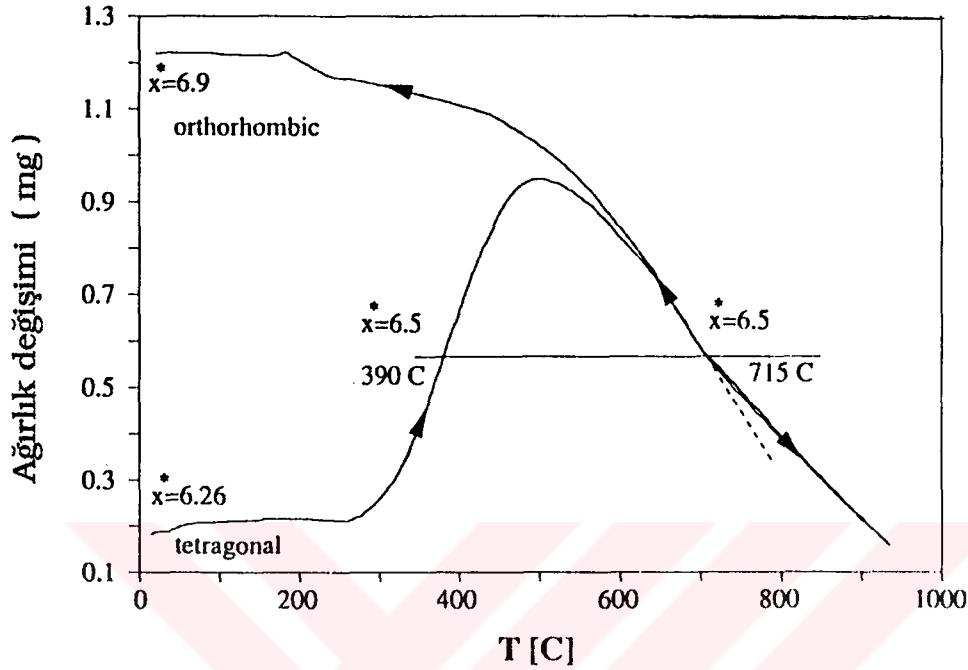




Şekil 2.3. Geçiş sıcaklığının oksijen stökiyometrisine bağlılığı (Cava, 1987) , (Tarascon, 1987) , (Raveau, 1988) , (Meuffless, 1988)

YBCO üstüniletkeninin elde edilmesi sırasında sinterleme sıcaklığına bağlı olarak Tetra 1, Orto 1, Orto2 ve Tetra 2 fazları elde edilir. Bu fazlar için geçiş sıcaklıkları 1.3 K, 90 K ve 60 K' dir. Her faz için örgü parametreleri değişiktir. Orto 2 fazi için örgü parametreleri  $a = 3.885 \text{ \AA}$ ,  $b = 3.880 \text{ \AA}$ ,  $c = 11.744 \text{ \AA}$  değerlerini almaktadır (Nakazawa, 1987).

Şekil 2.4' de üstüniletken hazırlanma sıcaklığına bağlı olarak oksijen miktarının değişimi gösterilmiştir. Geçiş sıcaklıkları  $390^\circ \text{ C}$  ve  $715^\circ \text{ C}$  olarak bulunmuştur. Şekilde  $x^* = 7 - x$  olmak üzere  $0 < x < 0.5$  için örnek ortorombik ,  $0.5 < x < 1$  için tetragonal kristal yapıya sahiptir. Bu sonuçlar yüksek sıcaklık X ışını kırınımı sonuçları ile doğrulanmıştır (Kulpa, 1990).



Şekil 2.4. Sıcaklığa bağlı olarak oksijen miktarının değişimi

### 2.3. Kopartma (Sputtering) Olayı

Bir hedef yüzeyinin enerji yüklü parçacıklar tarafından bombardıman edilmesi sonucu yüzey atomlarının fırlatılmasına kopartma denir. Bombardıman pozitif iyonlarla yapılıyor ise katot kopartması adını alır. Fırlatılan ya da kopartılan atomlar ince film oluşturmak üzere anoda yerleştirilen alttaş üzerine yoğunlaşırlar.

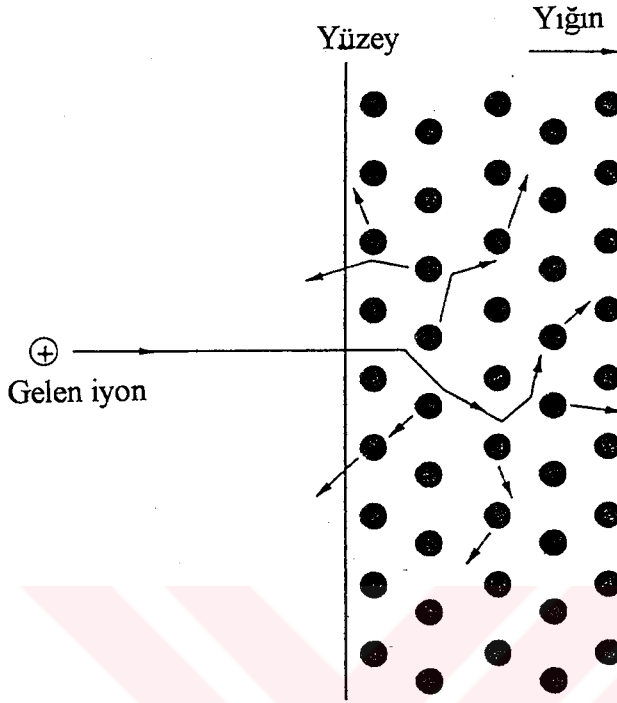
Kopartma olayı ilk kez 1852 yılında W. R. Groove tarafından bulunmuştur (Groove, 1852). Oysa bu teknik yakın tarihli olarak bilinmektedir. Çünkü gelişim çok yavaş olmuştur. Bunun nedeni mevcut materyallerin eksikliğine ve pek çok teknolojik gelişmenin 20. yüzyılın ikinci yarısında olmasına bağlıdır. Ancak ilerleyen teknoloji ile kopartma işleminin geliştirilmesi düşük ve yüksek

basınçlı kopartmayı, hem araştırma hem üretim amaçları için çok yönlü, kuvvetli bir depolama tekniği haline getirmiştir.

Katot kopartması ile ilgili değişik kuramlar mevcuttur. En kabul edilebilir açıklama Stark tarafından ileri sürülmüş (Stark, 1909), Langmuir tarafından geliştirilmiş (Langmuir, 1923) ve Henschke (Henschke, 1962) tarafından matematiksel formuna sokulmuştur. Bu hipoteze göre hareket eden parçacıklardan kristal yapıya momentum transferi vardır. En basit durumda momentum iyondan direk yayınlanan atoma transfer edilir. Ancak bu tür kopartma toplam kopartma miktarına küçük bir yüzde ile katkıda bulunur. İyonların büyük kısmı katod içinde daha derinlere sızabilir ve momentum bir atomdan diğer bir atoma aktarılır.

Keywell' in teorisine göre (Keywell, 1955) iyonun madde içinden geçişi sırasında yeri değişen atomlar "Knock - on" olarak adlandırılır. Bunlardan bazıları yüzeye dağılıp kopartılan atomları oluştururlar ve diğer "Knock - on" atomlarını oluşturacak kadar yeterli enerjiye sahip olabilirler.

Şekil 2.5' de kopartma işleminin şematik gösterimi görülebilir. Kopartma işleminin etkin olabilmesi için gelen parçacıkların atomik boyutlarda olması gerekir. Elektron gibi çok küçük bir parçacık gerekli momentumu taşıyamayacağı gibi büyük bir parçacıkta tek bir atom veya molekülle etkileşim yapamayacak kadar büyük olabilir. Gazlar bu iş için uygundur. Bombardıman parçacığı ve hedef arasında herhangi bir kimyasal reaksiyon olmaması için asal gazlar tercih edilir.

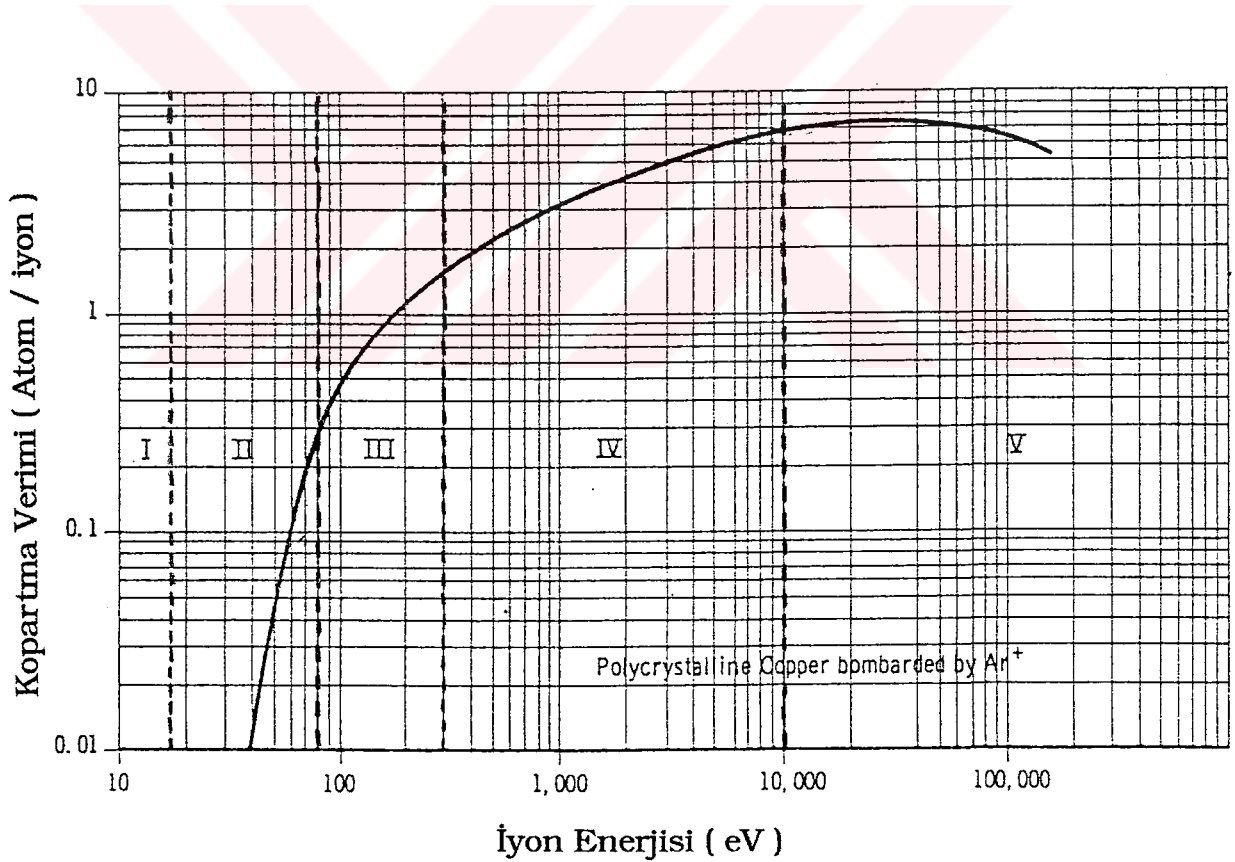


Şekil 2.5. Kopartma işleminin şematik gösterimi

Kopartma verimi gelen iyon başına hedeften koparılan ortalama atom sayısıdır. İyonun enerjisinin ve kütlesinin artması ile artar. Verim hedef normali ve iyonların geliş doğrultusu arasındaki açı  $\theta$  olmak üzere  $(\cos \theta)^{-1}$  ile orantılıdır. Koparılan hedefin atomik kütlesinin artması ile verimin azaldığı gözlenmiştir. Verim çok yüksek sıcaklıklar dışında ( $600^\circ \text{ C}$  üstü) hedef sıcaklığından bağımsızdır (Chopra, 1969).

İyon enerjisine bağlı olarak verimin değişimi Şekil 2.6' da gösterilmiştir (Hass and Thun, 1966). Eğri beş parçaya ayrılabilir. I. bölgede kopartma işlemi henüz başlamamıştır. II. bölgede yeni başlar ancak çok azdır. Henschke iki tip kopartma eşiği olduğunu göstermiştir. Yüzeye maksimum sayıda bağ ile bağlanan bir yüzey atomunun koparılması için gerekli en küçük iyon enerjisi 1. eşiği, yüzeye minimum düzeyde bağ ile bağlanan bir yüzey atomunun

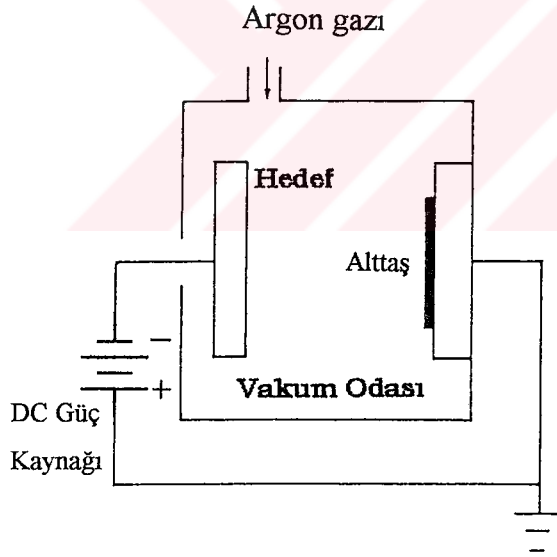
koparılması için gerekli enerji 2. eşiği oluşturur. Bu eşik enerjileri altında kopartma meydana gelmez. Eşik bölgesi tipik olarak 5 eV - 25 eV arasındadır. III. bölgede iyon enerjisinin artması ile beraber kopartma verimi artar. IV. bölgede bu artış devam eder ancak artış azalmıştır. Bu bölgede iyonlar daha derinler sızabilir. Bu durumda verim azalır. V. bölgede verim iyon enerjisine bağlı değildir. İyon sızma derinliği düşük verime neden olacak kadar büyüktür. Hidrojen, helyum gibi hafif iyonlar yüzeye kolayca girebildiklerinden maksimum kopartma verimine birkaç bin eV' da ulaşılabilir. Ancak ağır iyonlar için iyon enerjisi 50 keV ve daha çok uygulandığında maksimum verime ulaşılır. En uygun çalışma aralığı 20 eV ve 1keV arası bölgedir (Schuegraf, 1988).



Şekil 2.6. Bakır için iyon enerjisine bağlı olarak kopartma verimi

Basit bir d. a. kopartma sistemi Şekil 2.7' de gösterilmiştir (Chapman, 1980). Temel olarak iki elektrot arasında bir elektrik alan uygulanır. Bu alan elektronların ivmelenmesine neden olur. Eğer elektronlar yeterince hızlı ise gaz atomlarına çarptıklarında onların iyonizasyonuna neden olurlar. İyonizasyon işlemi sonrasında ikincil elektronlar oluşur. Bu elektronlar yeni iyon ve elektronların oluşumuna neden olurlar. Bu şekilde plazma oluşur ve işlemin bu şekilde devamlılığı sağlanır.

Kopartma olayında iyon bombardımanı sonucunda katotta ısınma meydana gelir. Bu ısı fazla yüksek olmadığı takdirde kopartma verimini etkilemez. Ancak alttaşın ısınması, gazın ısınması gibi istenmeyen etkileri vardır. Bu nedenle katodun akan bir su ile ya da başka bir soğutucu sıvı ile soğutulması gerekir.



Şekil 2.7. Basit bir d. a. kopartma sistemi

Kopartma için istenen basınç ideal olarak düşük olmalıdır. Sistemde yüksek basınç söz konusu ise alttaş yüzeyi kopartılan atomların yanı sıra gaz molekülleri tarafından da bombardıman edilir. Böylece gaz

molekülleri de büyüyen ince tabakanın içine gömülürler. Bu durumda pek çok amaç için uygun saf ince filmler elde edilemez. Diğer taraftan yüksek basınç nedeni ile kopartılan atomların ortalama serbest yolları kısalmış ve enerjileri azalmış olur. Alttaş yüzeyine çarpan fırlatılmış atomların ortalama enerjilerinin yüksek, yönlerinin kontrollü olması düşük basınçlı püskürtmenin arzu edilen özelliğidir.

Kopartma işleminin devamlı olabilmesi için iyon sayısının belli bir düzeyde tutulması gerekir. Bu amaçla çeşitli kopartma teknikleri geliştirilmiştir. Üçlü kopartma adı verilen yöntem bunlardan birisidir. Bu yöntemde anot ve katoda ilave olarak ısıtıcı bir filaman kullanılır. Filamandan yayınlanan elektronlar anota doğru ivmelenirler ve gaz atomlarının büyük bir kısmının iyonizasyonuna neden olurlar. Bu şekilde yüksek depolama hızlarına ulaşmak mümkün olacaktır. İşlem sırasında plazma yoğunluğunun bağımsız kontrolü filmin depolanmasını daha hassas düzenlemeyi sağlar. Ancak bir dezavantajı vardır. Filaman kirlenmeye neden olarak filmin kalitesini düşürebilir.

Plazma yoğunluğunun kontrolünde bir diğer geçerli yöntem Magnetik Kopartma yöntemidir. Magnetik alan temelde elektronları hedefe yakın tutmak için kullanılır. Hedef yüzeyindeki negatif potansiyel hedefe dik bir elektrik alan oluşturur. Hedef yüzeyine paralel bir magnetik alan uygulandığında elektronlar hedef önünde çembersel yörüngelerde hareket etmeye meyil kazanırlar. Bu elektronlar iyonizasyona büyük ölçüde katkıda bulunurlar ve bu sayede yüksek depolama hızlarına ulaşılabilir. Elektrik alan ile aynı yöndeki boyuna bir magnetik alanın aynı yönde hareket eden elektronlar üzerinde bir etkisi yoktur. Ancak her iki yönde magnetik alan uygulandığında toplam verimin %30 oranında arttığı gözlenmiştir (Schuegraf, 1988).

Üçlü kopartma ve magnetik kopartma dışında Getter kopartma (Chopra, 1969), Reaktif kopartma (Wirz, 1989), Rf kopartma (Hass and Thun, 1966) ve diğer kopartma sistemleri amaç ve ihtiyaçlar doğrultusunda yaygın olarak kullanılmaktadır.

İnce filmlerin hazırlanmasında kullanılan bir diğer yöntem buharlaştırma yöntemidir. Bu yöntemde maddeyi katı fazdan buhar faza geçirmek gerekir. Bunun için bir ısıtıcı kaynak kullanılır. Bu kaynak sistemde kirlenmeye neden olabilir. Çok yüksek ergime noktalı filmlerin buharlaştırma ile ince filmlerinin hazırlanması zordur. Kopartma yöntemi ile çok yüksek ergime noktalı maddelerin filmlerinin hazırlanmasında herhangi bir zorluk söz konusu değildir ve buharlaştırma kaynağı tarafından filmin kirlenme tehlikesi yoktur. Geniş bir alanda ince tabakanın oluşumu ve kalınlığın her yerde aynı olması mümkündür. Bir diğer önemli nokta ise kopartma yönteminde kopan bir atomun enerjisinin buharlaştırma ile kopan bir atomun enerjisinden çok büyük olmasıdır. Kopartma yöntemi ile karmaşık yapıdaki maddelerin filmleri elde edilebilir. Film kalınlığı kolayca kontrol edilebilir. Ayrıca bu yöntem sadece depolama tekniği olarak kullanılmamaktadır. Bir yüzeyin ortadan kaldırılmasında yaygın olarak kullanılmaktadır.

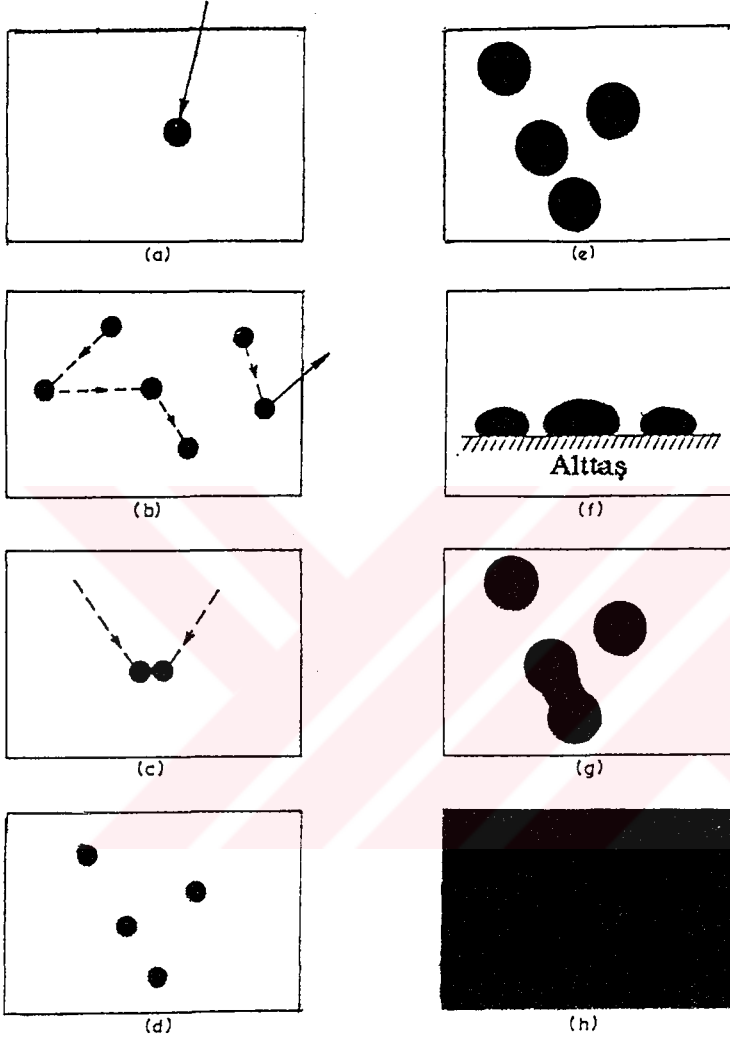
#### **2.4. İnce Filmlerin Oluşum Aşamaları**

İnce filmlerin kalınlığı genellikle  $1 \mu\text{m}$ ' den daha azdır. Bu durumda ince filmler birkaç atomik tabaka kalınlığında olacaktır.

İnce filmlerin elde edilmesi ya da büyüme mekanizması Şekil 2.8' de gösterilmiştir. Depolanacak madde alttaşa atomik ya da moleküler formda ulaşır (Şekil 2.8 a). Alttaş yüzeyine gelen atomun uygun bir yapışma enerjisi ile bağlanabileceği çok sayıda yer vardır. Gelen atom bu yerlere çok kolay olarak yapışacaktır. Şekil 2.9' da kare yapıda bir alttaş yüzeyinde uygun yapışma yerleri gösterilmiştir. Gelen atom ve alttaş arasındaki çekici etkileşmenin büyüklüğü bir atomu yerinden kopartmak için gereken kuvvet cinsinden tanımlanır. Yapışma enerjisi ise atomu sonsuza götürmek için gerekli enerji olarak bilinir. Yapışan atom olduğu yerde sabit kalmaz. Bu atomlar uygun yapışma



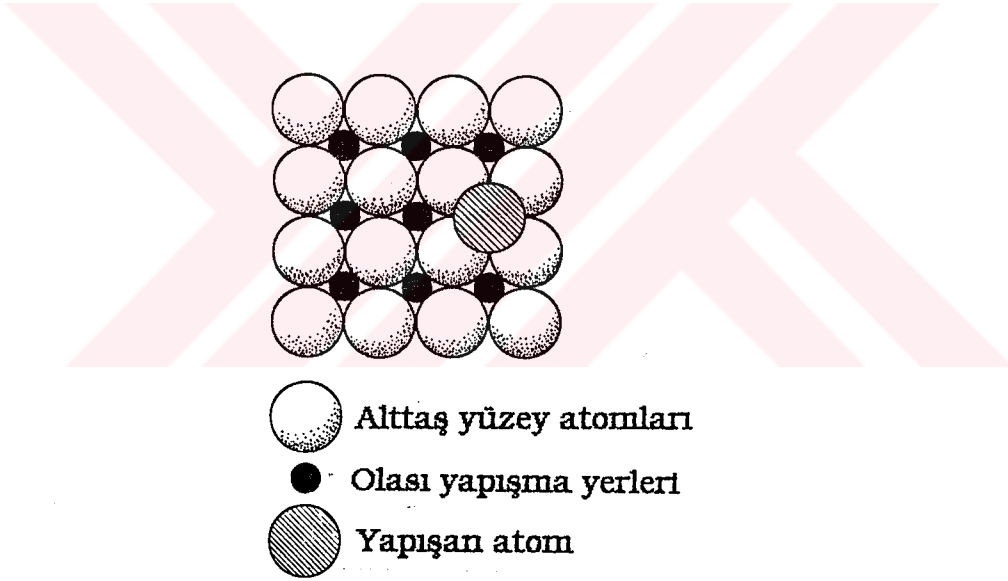
yerlerine sıçrama hareketi yaparlar. Sıçrama için gerekli yüzeye difüzyon enerjisi, yapışma enerjisinden küçük olduğundan sıçrama



Şekil 2. 8. İnce film oluşum aşamaları

hareketi daha olasıdır. Bu hareket ile atomlar kristal üzerinde en uygun durumları bulmaya çalışırlar (Şekil 2.8 b). Sıçrama dışında çarpışma ve birleşme olayları meydana gelir. Atomların altaşa ulaşma hızına bağlı olarak sıçrayan bir atomun bir diğer atom ile çarpışıp çift oluşturma olasılığı vardır (Şekil 2.8 c). Çifte başka atomların katılması ile atomlar arasındaki bağlanma kuvvet-

lenecektir. Bu şekilde atom grupları oluşacaktır ve bu gruplar belli bir büyüklüğe ulaştığında parçalanma olayından çok büyüme olayının olma olasılığı artacaktır (Şekil 2.8 d). Bu gruplar depolanan diğer atomların katılması ile belirli bir kristalografik formda büyüyeceklerdir (Şekil 2.8 e). Bu büyüme sonucunda atom grupları bir diğer gruba değebilecek duruma gelecektir (Şekil 2.8 g). Gruplar biraraya geldiğinde atom sıraları tam bir doğru boyunca karşılaşmayabilirler. Bu yüzden genelde tek kristal alttaşlar üzerinde tek kristal filmler elde edilemez. Büyümenin devam etmesi sonucunda alttaş yüzeyi tamamen kaplanacaktır (Şekil 2.8 h). Filmin depolanmasında süreklilik ancak alttaş yüzeyinin kaplanmasından sonra elde edilir (Leaver and Chapman, 1971).



Şekil 2. 9. Alttaş yüzeyinde olası yapışma yerleri

### 3.DENEYSEL

#### 3.1. Hedefin Hazırlanması

Hedef, üstüniletken malzemelerin hazırlanmasında yaygın olarak kullanılan katıhal reaksiyonu yöntemi ile hazırlanmıştır. Bu yöntemde örneklere kalsinasyon ve sinterleme işlemleri uygulanır.

Kalsinasyon işlemi için maksimum 1050° C' ye çıkabilen kutu fırın kullanıldı. Sıcaklık kontrolü için  $\pm 0.5^\circ$  C duyarlılığa sahip orantılı sıcaklık kontrolcüsü kullanılmıştır.

Sinterleme işlemi için tüp yapısında bir fırın kullanılmıştır. Kalsinasyon fırını gibi maksimum 1050° C' ye çıkan bu fırında aynı duyarlılığa sahip orantılı sıcaklık kontrolcüsü kullanıldı.

Başlangıç bileşikleri %99.9 saflıkta olan  $Y_2 O_3$ ,  $BaCO_3$  ve  $CuO$  toz numuneleridir. Bu bileşikler stokiometrik oranlarda ve  $10^{-4}$  g duyarlılıkta tartıldı. Elde edilen karışım homojenliğe sahip olana kadar agat havan içerisinde öğütme işlemine tabii tutuldu. Daha sonra seramik bir kap içine alınan karışım  $900^\circ$  C' de 24 saat kalsinasyon işlemine maruz bırakıldı. Bu işlemle ;



ile verilen katıhal reaksiyonu sonucunda istenilen kimyasal yapı elde edilmiş oldu. İşlem sonunda elde edilen malzeme tekrar öğütüldükten sonra  $1.1 \times 10^3$  N kuvvet altında preslenerek tablet haline getirildi. Elde edilen tabletin çapı 5 cm , kalınlığı 5 mm olarak ölçülmüştür. Tabletın seramik yığın (bulk) örnek haline gelebilmesi için sinterleme işlemi yapıldı. Bu işlem sırasında tablet  $950^\circ$  C sıcaklık altında 48 saat süre ile tutuldu. Bu süre sonunda  $2^\circ$  C/dak soğutma hızı ile oda sıcaklığına kadar soğutuldu.

### 3.2. D. a. Kopartma Sistemi

Kurulan sistem Şekil 3.1' de görülebilir. Sistemde kullanılacak YBCO hedef katıhal reaksiyonu yöntemi ile hazırlanmış olup çapı 5cm, kalınlığı 5 mm' dir (Bölüm 3.1).

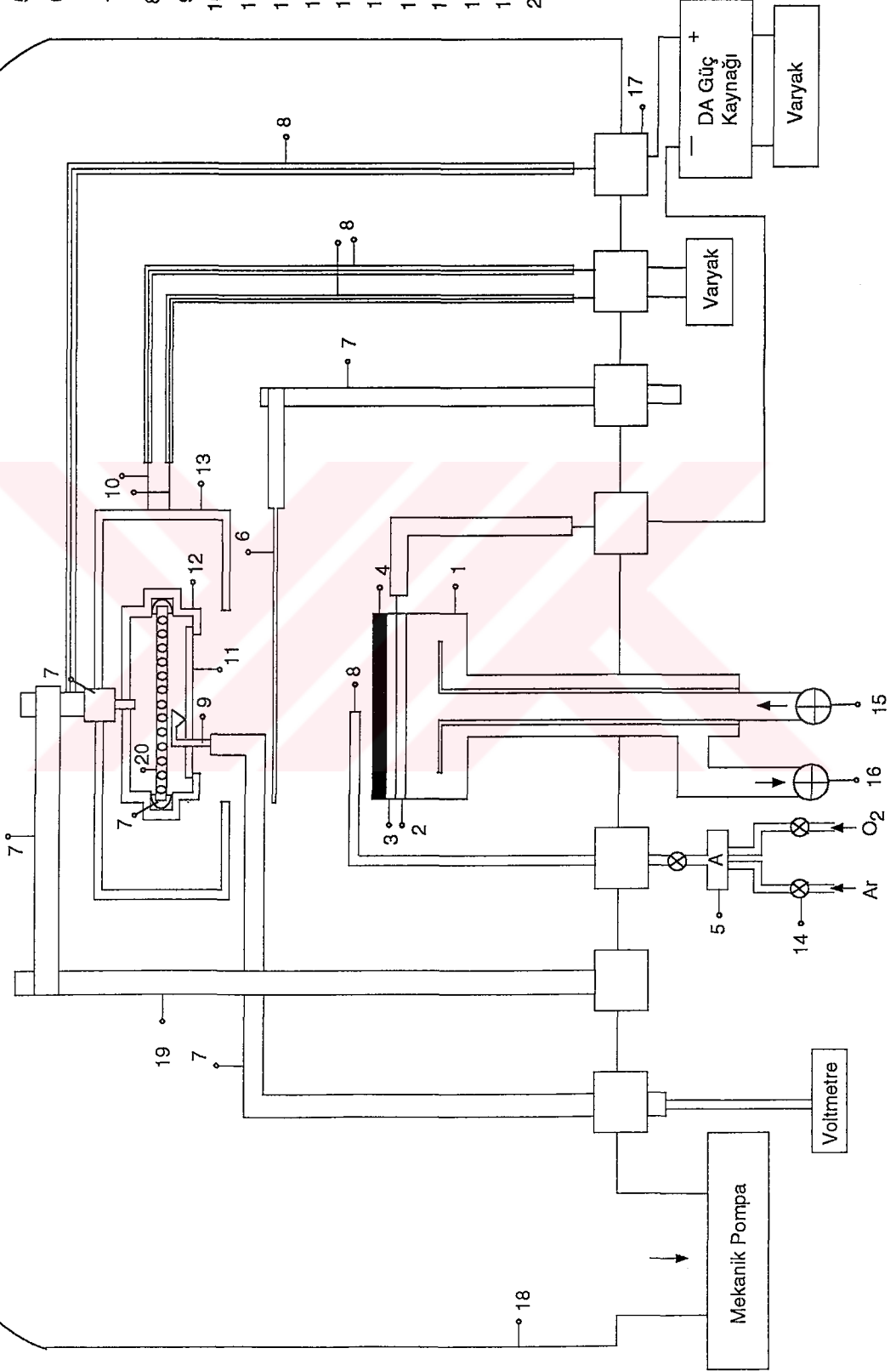
Hedef tutucu hedef üzerinde yüksek sıcaklıkların açığa çıkmasının önlenmesi amacıyla su göndermek sureti ile soğutulacak biçimde bakır kullanılarak yapılmıştır. Hedef tutucu ve hedef arasındaki elektriksel yalıtımı sağlamak için kalınlığı 0.15 mm olan kapton kağıttan yararlanılmıştır. Hedef tutucu üzerine kapton, kapton üzerine kalınlığı 0.06 mm olan bakır yaprak vernik kullanılarak yapıştırılmıştır. Bakır yaprak üzerine hedef gümüş boya kullanmak suretiyle sabitlenmiştir.

İnce filmlerin hazırlanmasında yaygın olarak kullanılan alttaşlar MgO ve SrTiO<sub>3</sub>' dür. Alttaş seçilirken alttaş ile filmin örgü uyumu ile beraber sıcaklığa bağlı olarak alttaş ve film arasındaki etkileşmenin en az olması istenir. Ayrıca ısıl genleşme katsayılarının farklı olmaması istenir. Aksi takdirde düzgün bir film elde edilemeyeceği gibi film alttaş üzerinden kolayca kalkabilir. Yapılan deneylerde alttaş olarak MgO kullanılmıştır.

Alttaş yüzeyleri 1µm' lik alümina parlatma macunu kullanılarak parlatılmıştır. Parlatma işlemi sonrasında sırasıyla aseton, asetik asit, saf su ve metanol ile ultrasonik temizleyici kullanılarak yıkama işlemi yapıldı. 800° C' de yarım saat tutulmak sureti ile temizleme işlemi yapılmıştır. Daha sonra paslanmaz çelikten yapılan alttaş tutucuya yerleştirilmiştir.

Alttaşı istenilen sıcaklığa çıkarmak için alümina parça elmas kesicide tarak şeklinde kesilerek üzerine direnci 90 Ω olan kantel tel sarılmıştır. Giriş varyak kontrollü olmak üzere istenilen sıcaklığa ulaşmak mümkündür. Isıtıcı tarafından yayınlanan ışımaya ile vakum

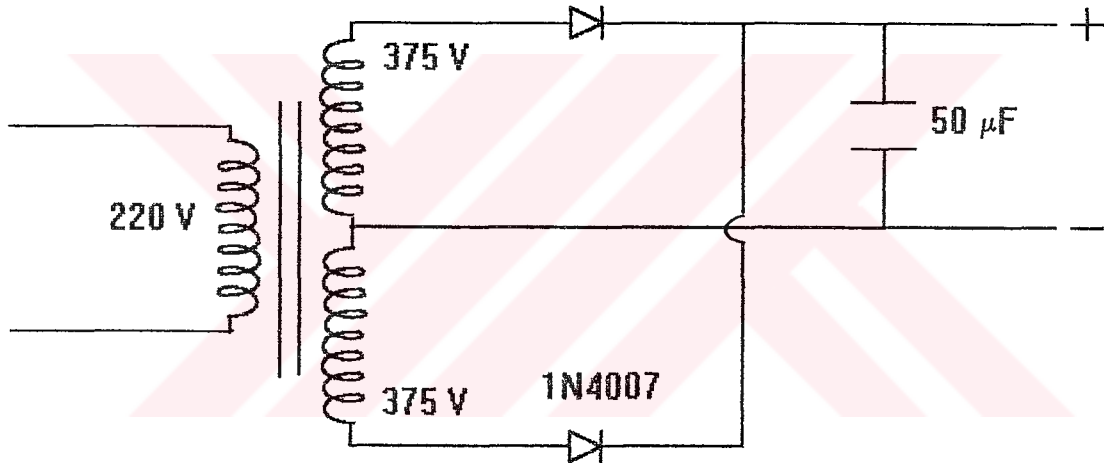
- 1 — Su soğutmali bakır hedef tutucu
- 2 — Kapton
- 3 — Bakır yaprak
- 4 — Hedef (YBCO)
- 5 — Akışmetre
- 6 — Paslanmaz çelik engelleyici
- 7 — Seramik boru
- 8 — Quartz cam boru
- 9 — Isıl çift
- 10 — Isıtıcı kantal tel
- 11 — Alıtış tutucu
- 12 — Paslanmaz çelik sağ
- 13 — Çelik kafes
- 14 — İğne vana
- 15 — Su girişi
- 16 — Su çıkışı
- 17 — Feed through
- 18 — Vakum odası
- 19 — Bakır boru
- 20 — Alümina



Şekil 3.1. D. a. koptırma sistemi

odası içinde meydana gelen diğer ısınmaları önlemek amacıyla ısıcı çevresine kalınlığı 2 mm olan bir çelik kafes yerleştirilmiştir. Alttaş sıcaklığının ölçümünde alttaş üzerine bir çelik kaskaç ile tutturulan Platin - Rodyum ısı çift kullanılmıştır.

D. a. güç kaynağı yapımında 300 W gücünde bir transformatör kullanıldı. Giriş varyak kontrollü olmak üzere doğrultma devresi ve bir süzgeçten meydana gelen güç kaynağında 0 V - 375 V aralığında çalışmak mümkündür. Devre blok diagramı Şekil 3.2' de gösterilmiştir.



Şekil 3.2. D. a. Güç Kaynağı' nın devre şeması

Sistemde kullanılan gazlar argon ve oksijen gaz karışımı olup istenen akış hızları iki adet iğne vana kullanılarak akışmetre kontrolünde elde edilmiştir. Elde edilen argon-oksijen karışımının hedef ve alttaş arasına üflenebilmesi için uygun şekilde bir kuartz cam boru kullanılmıştır.

### 3.3. Filmin Elde EdiliŖi

Deney baŖlangıcında hedef yzeyinin temizlenmesi iin hedef ve alttaŖ arası bir engelleyici ile kapatılmıŖ olup belli bir sre sonunda aılarak etkin bir depolanmaya baŖlanmıŖtır. Bu aŖama n - kopartma olarak adlandırılır.

Sistemde mekanik pompa kullanılmak suretiyle basıncı  $10^{-3}$  Torr' a dŖrldkten sonra alttaŖı istenilen sıcaklıęa ıkarmak iin ısıtıcı devreye sokulmuŖtur. İstenilen alttaŖ sıcaklıęına ulaŖıldıęında sisteme  $120 \text{ cm}^3/\text{dak}$  akıŖ hızına sahip argon ve  $30 \text{ cm}^3/\text{dak}$  akıŖ hızında oksijen gnderilmesi ile toplam basıncı 2 mbar ( $\sim 1.5$  Torr) olarak deney sresince sabit tutulmuŖtur.

Yapılan d. a. g kaynaęı kullanılarak plazmanın oluŖumu saęlanmıŖtır. Bir saatlik n - kopartma iŖlemi sonrasında kopartma akımı 200 mA, kopartma gerilimi 200 V olmak zere depolama iŖlemine baŖlanmıŖtır. 10 saatlik depolama iŖlemi sonrasında d. a. g kaynaęı kapatılmıŖ ve sisteme argon gnderimi kesilmiŖtir. Daha sonra mekanik pompa kapatılarak ieriye  $\sim 600$  Torr basıncında oksijen gnderilmiŖtir ve ısıtıcıyı besleyen varyak devre dıŖı bırakılarak filmler bu oksijen ortamında oda sıcaklıęına kadar soęutulmuŖtur. Hazırlanan filmlere ait depolama koŖulları izelge 3.1' de verilmiŖtir.

Elde edilen filmlerin yzeylerinin siyah renkte ve dzgn olduęu gzlendi. Ancak yzeylerin yeteri kadar parlak olmaması nedeni ile Angstrometre kullanılarak film kalınlıęı hassas olarak tayin edilememiŖtir ama  $\sim 7000 \text{ \AA}$  mertebesinde olduęu saptlanmıŖtır.

### **3.4. Elektriksel Direnç Ölçüm Düzenegi**

#### **3.4.1. Filmlerin Direnç Ölçümü İçin Hazırlanması**

D. a. kopartma yöntemi kullanılarak elde edilen filmlerin akım ve gerilim kontakları maske kullanılarak film yüzeyine  $10^{-6}$  Torr vakumda gümüş buharlaştırılarak elde edildi. Kontak noktalarına çapı 0.05 mm olan bakır tel gümüş boya kullanılarak yapıştırıldı. Kontakları tamamlanan filmler örnek tutucuda bulunan Si diyot termometresinin üzerine vernik kullanarak yapıştırılmıştır.

#### **3.4.2. Ölçüm Düzenegi**

Elektriksel direnç ölçüm düzenegi üç ana kısımdan oluşur.

1. 48 K - 300 K sıcaklık aralığında ölçüm kapasitesine sahip sıvı azot kryostatı .
2. Örnek çubuğu ve örnek çubuğunu kryostat içine sabit soğutma hızı ile daldırma sistemi.
3. Bilgisayarlı kontrol ve veri toplama sistemi.

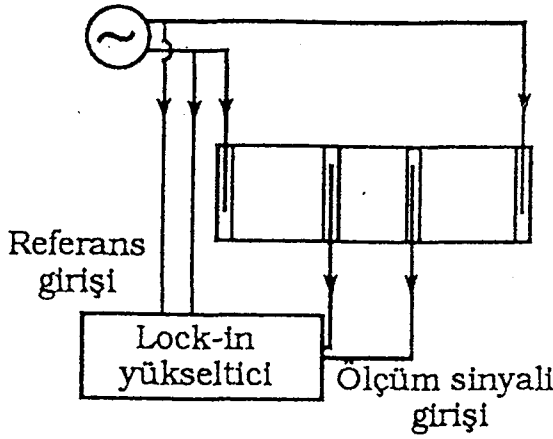
Sıvı azot kryostatı iç içe geçmiş iki ince paslanmaz çelik borudan oluşur. İki çelik boru arası bölge vakuma alınarak azot tankı içerisine yerleştirilir. Sıvı azot kabına uygulanan basınç ile kryostatın dip kısmında bulunan iğne vanadan iç kısımdaki hazneye sıvı azot alınır. Bu şekilde 77 K' ne kadar ölçüm yapmak mümkündür. Daha düşük sıcaklıklara ulaşmak istendiğinde iğne vana kapatılır ve kryostatın



iç kısmı mekanik pompa ile pompalanır. Bu şekilde sıcaklık kontrollü olarak düşürülebilir.

Örnek çubuğu paslanmaz çelik boru ve uç kısmında yer alan örnek tutucudan oluşmaktadır. Örnek çubuğunun üst kısmında elektriksel bağlantı elemanları bulunmaktadır. Örnek sıcaklığı örnek tutucu içine gömülmüş Si diyot termometresi ile ölçülebilmektedir. Örnek sıcaklığının kontrollü olarak değiştirilebilmesi için örnek çubuğunun daldırılma hızı bir d. a. motoruna beslenen gerilim ile kontrol edilmektedir. Bu amaçla HP3497A Dijital/analog çeviricisi kullanılmaktadır. Motora beslenen gerilim değiştirilerek soğuma hızı sabit tutulmaktadır.

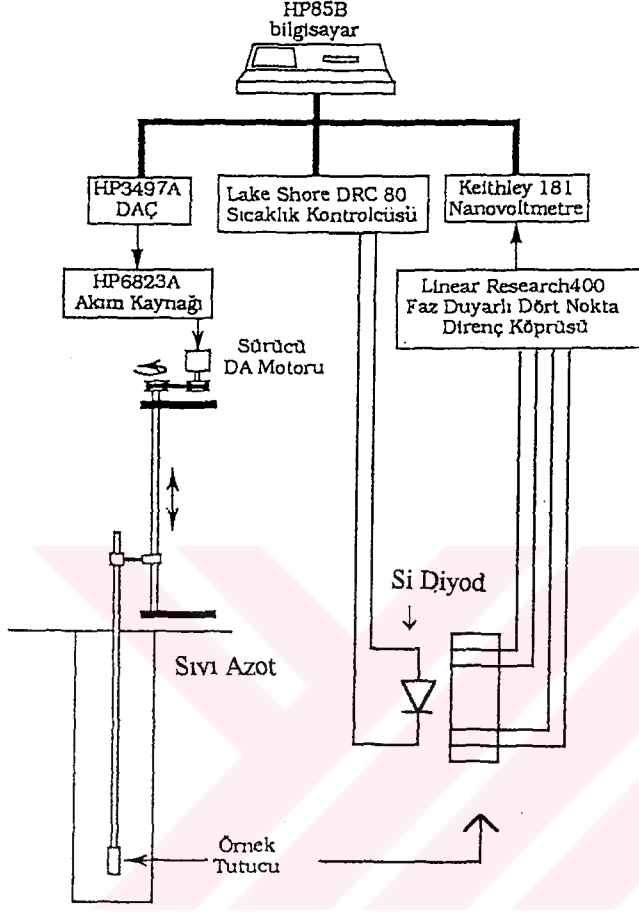
Elektriksel direnç alternatif akım dört nokta direnç ölçüm tekniği ile ölçülmektedir. Şematik gösterim Şekil 3.3' de bulunmaktadır. Sinyal üretici örneğin akım kaynağıdır. Beslenen akım iki nokta arasında örnek direnci ile orantılı gerilim düşmesine neden olur. Örnek sinyali ve referans sinyali bir Lock - in yükselteciye gelirler. Lock - in yükselteci örnek sinyali a. a. yükselteci, faz duyarlı dedektör, RC filtresi ve d. a. yükseltecinden meydana gelmiştir. A. a. yükseltecinde bir filtre yerleştirme yoluyla sadece örnek sinyali frekansı etrafındaki dar bir banddaki sinyallerin geçişi sağlanır. Bu şekilde band dışında kalan değişik faz ve frekanslardaki gürültü sinyalleri elenmiş olur. Yükseltelen örnek sinyali ve referans sinyali faz duyarlı dedektöre gelirler. Burada ( örnek sinyali  $\times$  referans sinyali ) elde edilirken aynı zamanda faz kaydırma devresi kullanılarak örnek sinyali, referans sinyaline göre  $0^\circ - 360^\circ$  arasında kaydırılabilir. Faz duyarlı dedektör çıkışında bir RC filtresi vardır. Filtreye gelen sinyallerin zaman içerisinde ortalaması alınır. Bu işlemle örnek sinyali frekansına yakın olup hala var olan gürültü sinyallerinin ortalaması sıfıra gider. Ortalaması alınan sinyal bir d. a. yükselteciye gelir ve yükseltilir. Bu şekilde çıkışta örnek sinyal büyüklüğü ile orantılı bir d. a. gerilim elde edilir. Bu yöntemle örnek sinyali gerilim düşmesi dışındaki tüm etkilerden arındırıldığından çok küçük gerilim değerleri ölçülebilir (Scofield, 1994).



Şekil 3.3. A. a. dört nokta direnç ölçüm tekniği

RC filtresinin zaman sabiti önemlidir. Çünkü zaman sabiti ne kadar büyük ise ortalamada o kadar doğru değere gidilebilir. Ancak zaman sabitinin büyüklüğü ölçüm süresini uzatır. Bu durumda ölçülen diğer büyüklüklerde hata meydana gelebilir. Sıcaklık ölçümünde örneğin termometre ile termal dengeye gelmesi lazımdır. Bu durumda zaman sabiti süresince termal dengenin sağlanmış olması şarttır. Deneyde zaman sabiti 0.3 s olarak seçilmiştir. Soğuma hızı 50 mK/s olup deney süresi bir saattir. Şekil 3.4' de bilgisayar kontrollü direnç ölçüm düzeneği gösterilmiştir (Özdaş, 1993). Sistemde direnç ölçümü için LR400 Faz Duyarlı Dört Nokta Direnç Köprüsü kullanılmıştır. Köprü, frekansı 16 Hz ve etkin değeri 30 mA-10 $\mu$ A arasında değişen alternatif akımı örneğe uygular. Ölçülen direnç değeri Keithley 181 Nanovoltmetre üzerinden bilgisayara aktarılır. Örnek sıcaklığı Lake Shore DRC80 Sıcaklık Kontrolcüsü tarafından bilgisayara aktarılır. Sıcaklık ölçüm duyarlılığı 0.05 K' dir.

Elde edilen sıcaklık ve buna karşı gelen direnç değerleri bilgisayarda bir kütüğe kaydedilir. Ölçüm bitiminde d. a. motorunun besleme gerilimi ters çevirilerek örnek çubuğu yukarı çıkarılır.



Şekil 3. 4. Elektriksel direnç ölçüm düzeneği

Örnek adı	Kopartma akımı ( mA )	Kopartma gerilimi ( V )	Hedef -alttaş arası mesafe ( cm )	Argon akış hızı (cm <sup>3</sup> /dak)	Oksijen akış hızı (cm <sup>3</sup> /dak)	Temel basınç ( Torr )	Toplam basınç ( Torr )	Depolama süresi ( saat )	Alttaş sıcaklığı ( °C )
A	200	200	2.5	120	30	10 <sup>-3</sup>	1.5	10	700
B	200	200	2.5	120	30	10 <sup>-3</sup>	1.5	10	800
C	200	200	2.5	120	30	10 <sup>-3</sup>	1.5	10	820
D	200	200	2.5	120	30	10 <sup>-3</sup>	1.5	10	840
E	200	200	2.5	120	30	10 <sup>-3</sup>	1.5	10	860

Çizelge 3.1. D. a. kopartma sistemi kullanılarak hazırlanan ince filmlerin depolama şartları

## 4. DENEYSSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

### 4.1 SONUÇLAR

D. a. kopartma yönteminde kullanılan YBCO hedefin hazırlanışı Bölüm 3.1' de ve hazırlanan filmlerin depolama koşulları Çizelge 3.1' de verilmiştir.

Katıhal reaksiyonu yöntemi ile hazırlanan YBCO hedef için elektriksel direnç ölçüm düzeneği kullanılarak yapılan ölçümler neticesinde bulunan sıcaklığa bağlı direnç değişimi Şekil 4.1' de ve X ışını kırınımı sonucunda elde edilen  $2\theta$ -Şiddet deseni Şekil 4.2' de verilmiştir. Çizelge 4.1' de ise elektriksel direnç ölçüm sonuçları gösterilmiştir. Bu çizelgede ;

- a)  $T_{co}$  , direnç-sıcaklık eğrisinin sıcaklık eksenini kestiği değerdir.
- b)  $T_{con}$  değerinin bulunması için ilk olarak eğrinin metalik davranış gözlenen kısmından bir doğru geçirilmiştir. Geçiş noktası civarındaki dönüm noktasından çizilerek elde edilen teğet ile bu doğrunun kesim noktası bulunmuş ve teğet uzunluğunun % 90' ına karşı gelen sıcaklık değeri alınmıştır.
- c)  $\Delta T$  değeri,  $T_{con} - T_{co}$  farkına eşit olan geçiş sıcaklık aralığıdır.
- d) R (280K), 280K sıcaklığındaki direnç değeridir.

A ve B filmlerinin direnç ölçümünde sıcaklık sıvı azot kryostatı kullanılarak 48K' ne kadar düşürülmüştür. A filmi 300K-48K sıcaklık aralığında tamamıyla yarı iletken özellik göstermiştir. Metalik ya da üstüniletken davranışa rastlanmamıştır. B filmi için sıcaklığa bağlı olarak elektriksel direncin değişim grafiği Şekil 4. 3' de görülebilir. Bu film 300K - 83.4K sıcaklık aralığında yarıiletken özellik gösterirken

83.4K - 48K sıcaklık aralığında metalik davranış göstermiştir. A ve B filmlerinin 280K ve 48K sıcaklığındaki direnç direnç değerleri Çizelge 4.2' de verilmiştir.

Hedef	R (280 K) (m $\Omega$ )	T <sub>co</sub> (K)	T <sub>con</sub> (K)	$\Delta T$ (K)
YBCO	9.02	85	90	5

Çizelge 4.1. Hedefin elektriksel direnç ölçüm sonuçları

Film adı	Alttaş sıcaklığı (°C)	R (280 K) ( $\Omega$ )	R (48K) ( $\Omega$ )
A	700	200	1110
B	800	20.8	24.2

Çizelge 4.2. A ve B filmlerinin alttaş sıcaklıklarına bağlı 280K sıcaklığındaki ve 48K sıcaklığındaki direnç değerleri

Alttaş sıcaklığındaki artış ile beraber 280K ve 48K sıcaklığındaki direnç değerlerinin küçüldüğü gözlenmektedir.

Sıcaklığa bağlı direnç eğrileri C filmi için Şekil 4.4' de, D filmi için Şekil 4.5' de, E filmi için Şekil 4.6' da görülebilir. Bu filmlerde metalik davranış ve üstüniletkenliğe geçiş durumları gözlenmiştir. C, D, E filmleri için ise alttaş sıcaklığına bağlı R (280K) ve R (90K)/R(280K) büyüklükleri Çizelge 4.3' de gösterilmiştir.

Film adı	Alttaş sıcaklığı (°C)	R(280K) ( $\Omega$ )	R(90K)/R(280K)
C	820	5.97	0.94
D	840	0.56	0.57
E	860	0.85	0.53

Çizelge 4.3. C, D, E filmlerinin alttaş sıcaklığına bağlı 280K sıcaklığındaki direnç değerleri ve R(90K)/R(280K) oranları

280K sıcaklığındaki en yüksek direnç değeri ve R(90K)/R(280K) oranı 820°C alttaş sıcaklığında elde edilen C filminde gözlenmiştir. Alttaş sıcaklığındaki artış ile R(280K) ve R(90K)/R(280K) değerlerinde

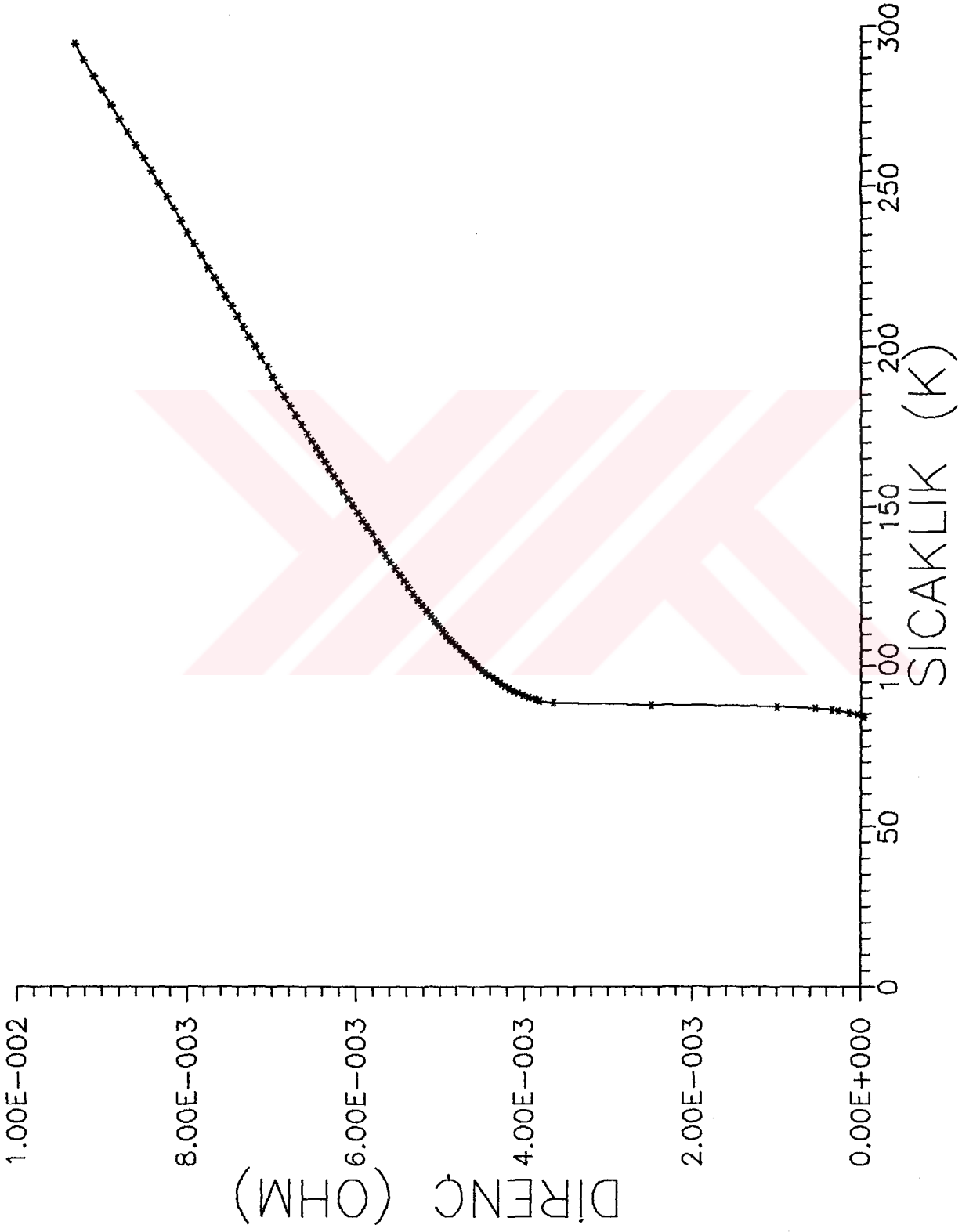
azalma gözlenmiştir.  $R(90K)/R(280K)$  oranının azalması metalik davranışın arttığı bir göstergesidir. Bu durumda alttaş sıcaklığının artması ile beraber filmlerde metalik davranışın arttığı sonucu elde edilir. Çizelge 4.4' de C, D, E filmleri için  $T_{co}$ ,  $T_{con}$  ve  $\Delta T$  değerleri gösterilmiştir. En yüksek  $T_{co}$  değeri ve en yüksek  $T_{con}$  değeri  $840^\circ C$  alttaş sıcaklığında elde edilen D filminde gözlenmiştir.  $\Delta T$  için en küçük değer E filminde elde edilmiştir.

Film adı	Alttaş sıcaklığı ( $^\circ C$ )	$T_{co}$ (K)	$T_{con}$ (K)	$\Delta T$ (K)
C	820	62	84	24
D	840	81.4	87.5	6.1
E	860	78.4	84	5.6

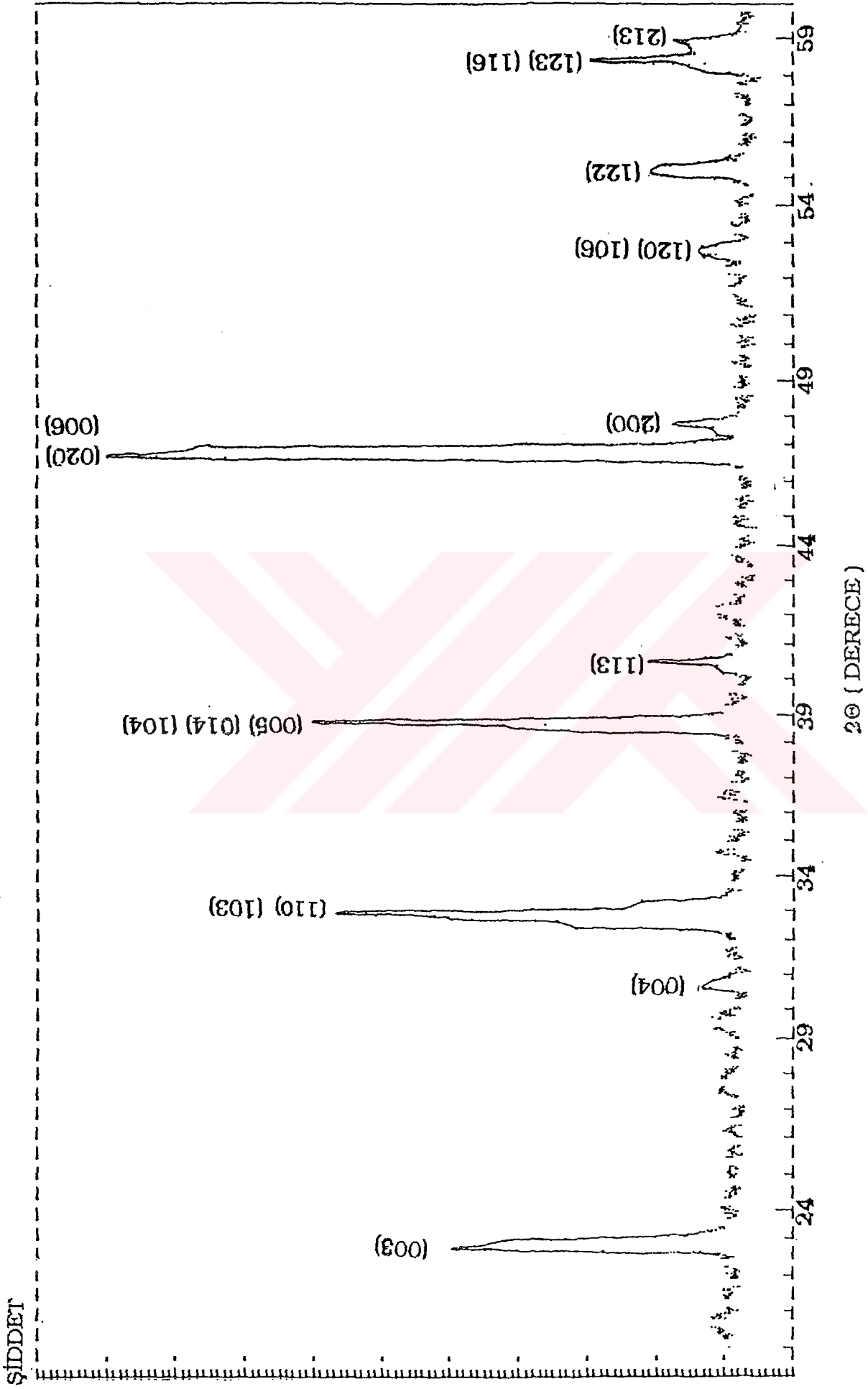
Çizelge 4. 4. C, D ve E filmlerinin alttaş sıcaklığına bağlı  $T_{co}$ ,  $T_{con}$  ve  $\Delta T$  değerleri

Şekil 4.7' de C, D, E ve hedef için direnç-sıcaklık eğrilerinin  $280K$  sıcaklığındaki direnç değerlerine göre normalize olarak çizimleri

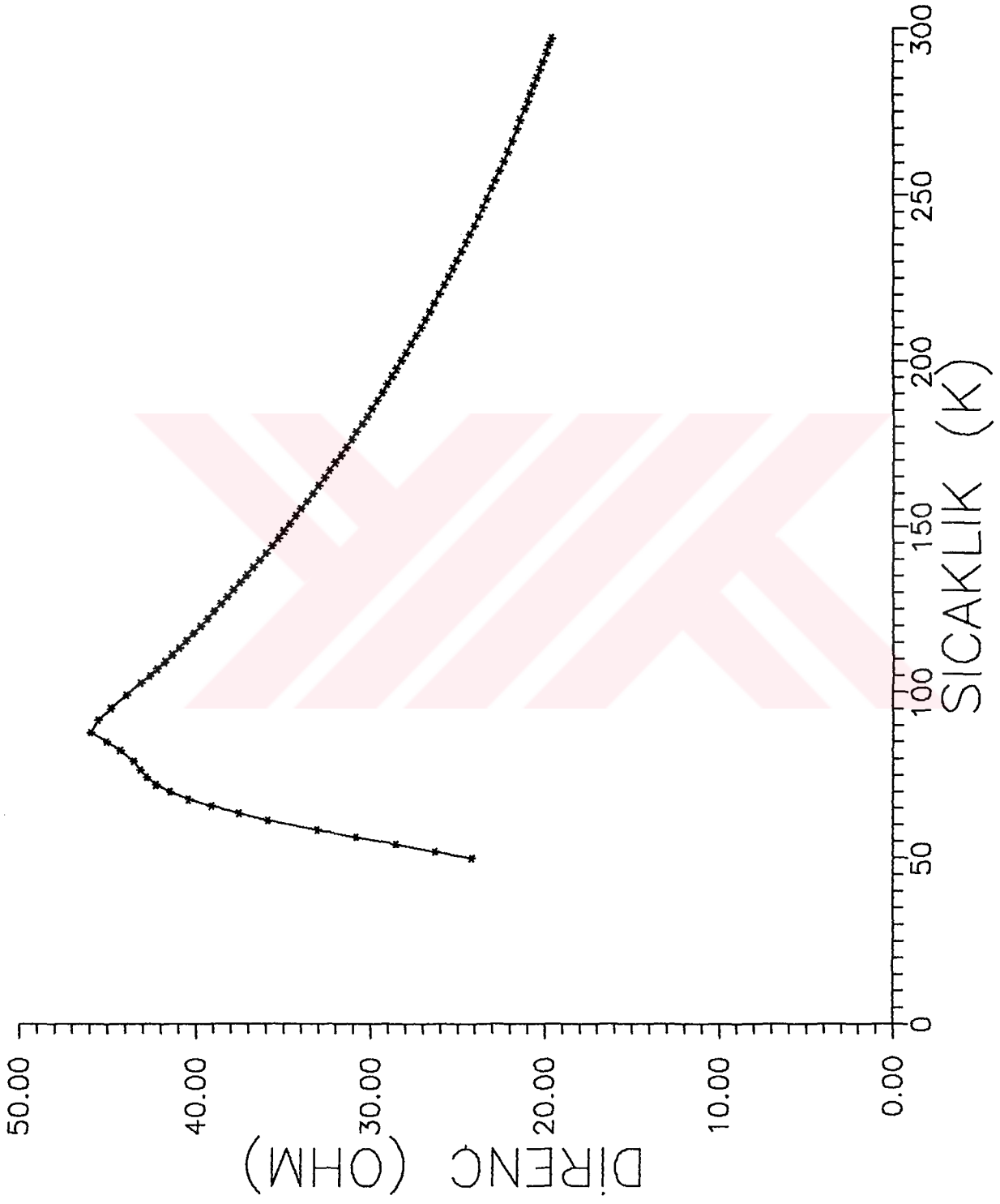




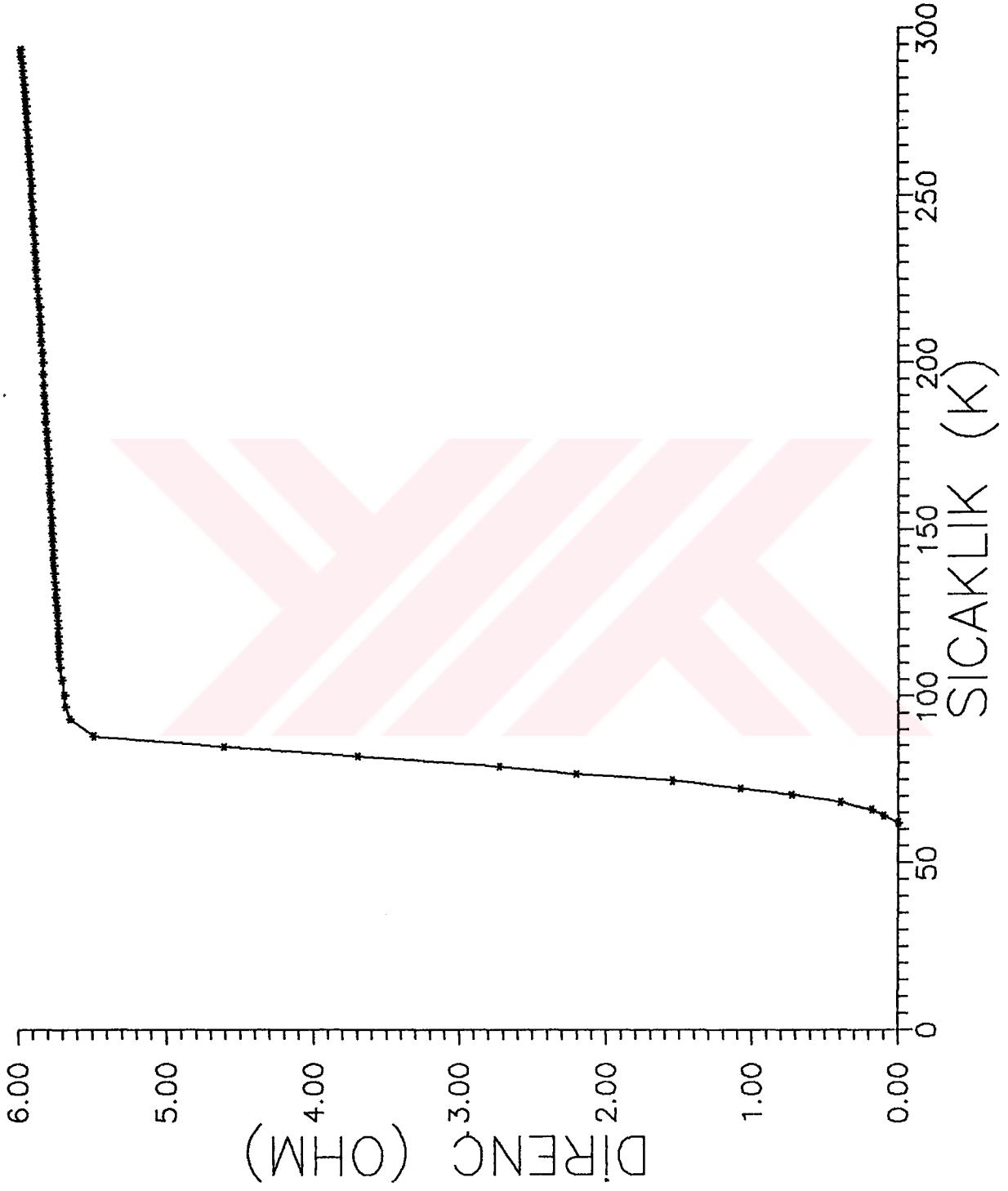
Şekil 4. 1. YBCO hedef için sıcaklığa bağlı direnç eğrisi



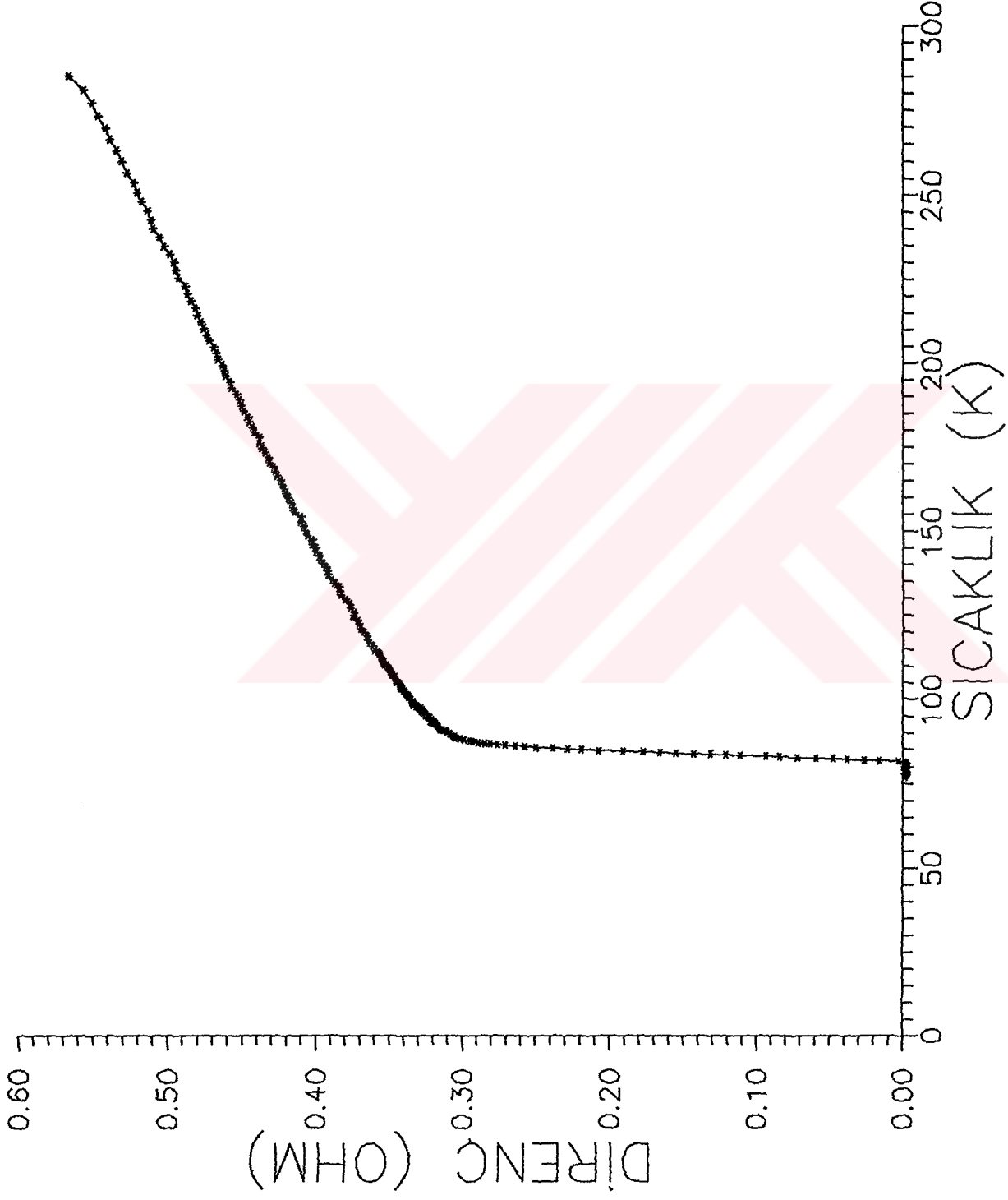
Şekil 4. 2. YBCO hedef için 2θ-Şiddet deseni



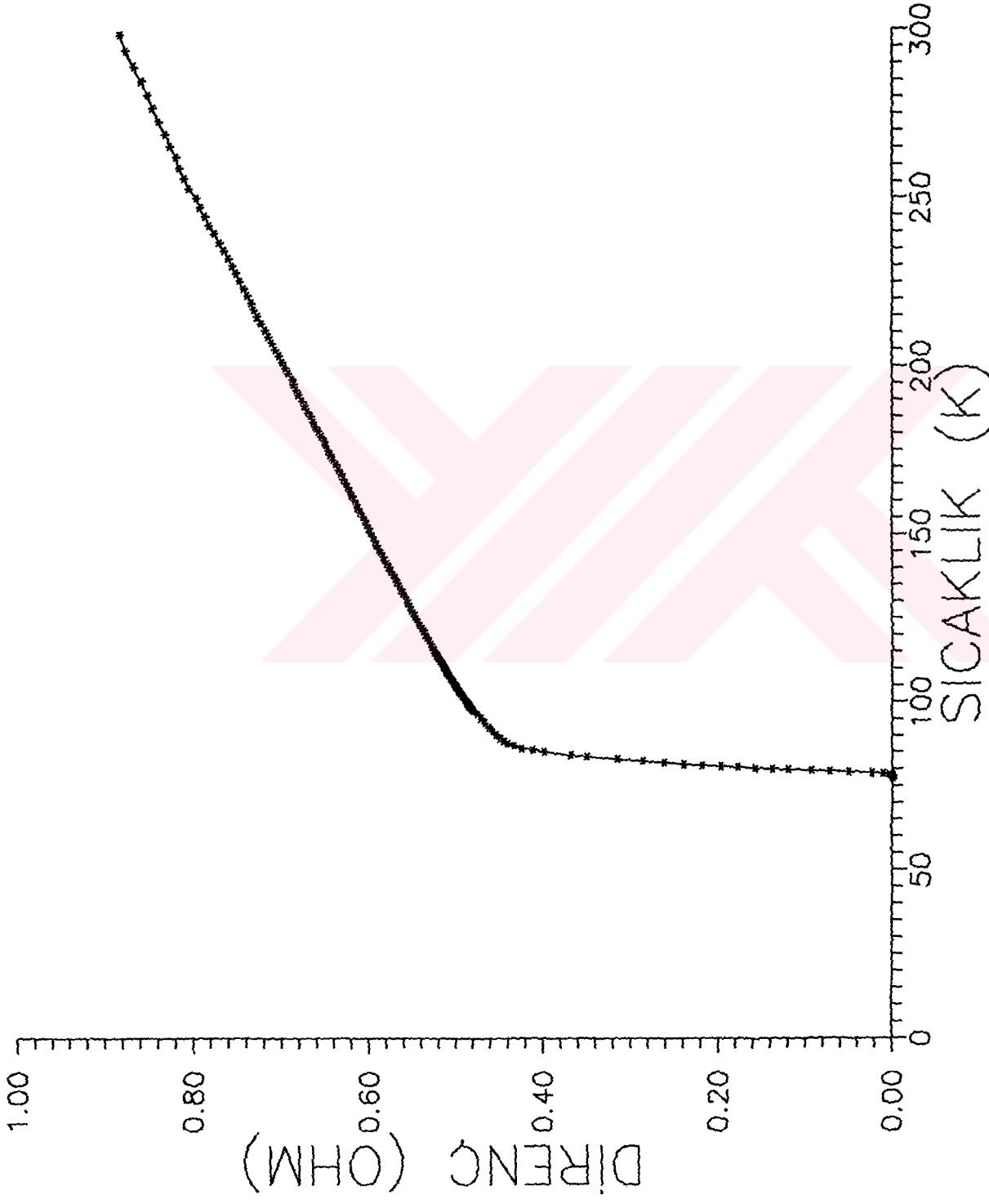
Şekil 4. 3. B filmi için sıcaklığa bağlı direnç eğrisi



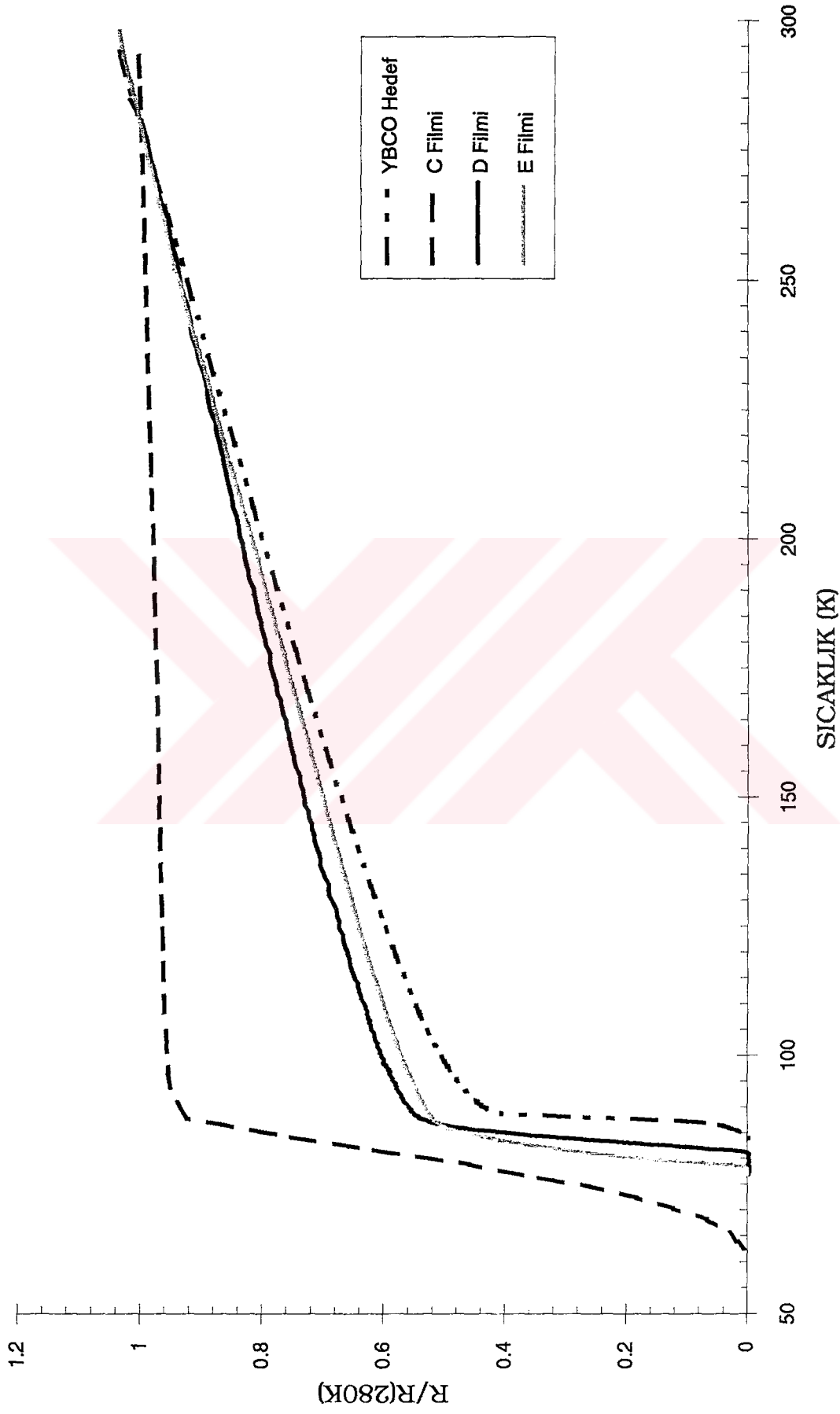
Şekil 4. 4. C filmi için sıcaklığa bağlı direnç eğrisi



Şekil 4. 5. D filmi için sıcaklığa bağlı direnç eğrisi.



Şekil 4. 6. E filmi için sıcaklığa bağlı direnç eğrisi



Şekil 4. 7. C, D, E filmleri ve hedef için direnç - sıcaklık eğrilerinin 280K sıcaklığındaki direnç değerlerine göre normalize olarak çizimleri

gösterilmiştir. Hazırlanan tüm filmlerin geçiş sıcaklıklarının hedef geçiş sıcaklığı altında kaldığı görülmektedir.

## 4.2. TARTIŞMA

Değişik alttaş sıcaklıklarında d. a. kopartma işlemi uygulanarak YBCO filmler elde edilmiştir. Bu filmlerin yapısal ve elektriksel özelliklerine etki eden faktörler ve bunların sonuçları şunlardır :

### 4. 2. 1. Oksijen Stokiyometrisi

Elektriksel direncin normal durumda metalik davranışı Cu - O zincirlerinde düzenli bir yapının oluştuğunu ve yapı içerisinde Cu (1) düzlemlerine oksijen atomlarının girdiğini gösterir. Bu durumda bakırın değerliği artar ve + 3 değerini alır.  $Cu^{+3}$  değerliği ile birlikte kristalografik örgü parametreleri değişmekte ve yapı ortorombik olmaktadır. (Fukushima, 1987) . Dolayısıyla düzenli Cu - O zincirlerinin oluşumu ile elektriksel iletim artacaktır.

YBCO üstüniletkeninde oksijen stökiyometrisine bağlı olarak geçiş sıcaklığının değişim gösterdiği bilinmektedir. Bu durum Bölüm 2.3' de incelenmişti. Örnek içerisinde, oksijen miktarındaki artış bir başka deyişle örneğin yeteri kadar oksijen alabilmesi geçiş sıcaklığında artışa neden olmaktadır. Yapılan direnç ölçümü sonucunda bulunan YBCO hedef geçiş sıcaklığı 85 K' dir. Bu sıcaklık değerine karşı gelen x değeri Şekil 2.3 kullanılarak  $0.2 < x < 0.3$  aralığında kalmaktadır. Bu durumda hedefin ortorombik kristal yapıya sahip olduğu açıktır (Kulpa, 1990). Hedef için elde edilen X ışını deseni ortorombik kristal yapı için beklenen desendir.  $47^\circ$  ve  $58^\circ$ 'de bulunan piklerde gözlenen yarılmalarda Orto1 fazı için karakteristiktir (Nakazawa, 1987). Ancak örneğin 90K olan geçiş sıcaklığına sahip



olabilmesi için  $x$  değerinin  $0 < x < 0.2$  aralığında kalması gereklidir. Çünkü bu aralıkta geçiş sıcaklığında önemli bir değişim söz konusu değildir. Hazırlanan YBCO hedef bu aralık dışında kalmıştır. Bu durumun sonucu olarak geçiş sıcaklığında beklenen değere göre azalma gözlenmiştir.

Teknolojik uygulama açısından yüksek sıcaklık üstüniletkenlerinde malzemenin kalitesini belirleyen özelliklerden  $T_{c0}$  ve  $T_{con}$  değerlerinin olabildiğince yüksek,  $\Delta T$  değerinin küçük olması istenir. Hedef için geçiş sıcaklığında gözlenen azalma  $\Delta T$  değerinde artışa neden olmuştur.

C, D ve E filmlerinin normal durumda metalik davranış göstermeleri bu filmlerde düzenli Cu-O zincirlerinin oluştuğunun göstergesidir. Bu filmler için bulunan geçiş sıcaklıkları kullanılarak D ve E filmleri için  $x$  değeri  $0.2 < x < 0.3$  aralığında, C filmi için  $0.4 < x < 0.5$  aralığında kalmaktadır. Bölüm 2.3' de açıklandığı üzere  $0 < x < 0.5$  için örnek ortorombik,  $0.5 < x < 1$  için tetragonal kristal yapıya sahiptir. Bu durumda D ve E filmlerinin ortorombik yapıda olup Orto1 fazını taşıdıkları görülmektedir. Ancak C filmi Orto1 fazına değil Orto2 fazına sahiptir. Bu film için  $\Delta T$ ' nin büyük, D ve E filmleri için küçük olması bu sonuçları desteklemektedir. Böylece alttaş sıcaklığının artması ile ideal kristal yapıya gidildiği doğrulanmış olur. Bu sonuç Muralidhar 'ın sonuçlarına uymaktadır (Muralidhar, 1991) .

Hazırlanan filmlerde geçiş sıcaklıklarının hedef geçiş sıcaklığı altında kalmaktadır. Yapılan deneysel çalışmalarda yığın örneklerle göre oksijenin rastgele düzeni daha fazla olduğundan filmlerin daha düşük geçiş sıcaklığına sahip oldukları gözlenmiştir (Hong , 1987).

#### 4. 2. 2. Tanecik Yönelimi

Alttaş sıcaklığı elde edilen filmlerin elektriksel özelliklerine ve kristal yapılarına etki eden önemli bir faktördür.

Düşük alttaş sıcaklıklarında elde edilen filmlerde rastgele yönelim artar ve istenilen kristal yapıya ulaşamaz. X ışınlarında pik şiddetlerinin yüksek oriantasyona sahip filmlere göre iki kat daha zayıf olması beklenilir (Karkut, 1990) . Alttaş sıcaklığı düşük tutulduğunda film a ekseninde tercihli olarak yönelir (Linker, 1989). Ortorombik fazın filmde baskın olabilmesi için taneciklerin c eksenine doğrultusunda tercihli yönelim göstermesi gerekir. Bu durum yüksek alttaş sıcaklıklarında mümkündür. Alttaş sıcaklığı yüksek tutulduğunda tanecikler a ve c (a/c) karışık yönelme ya da c ekseninde yönelme gösterir (Zheng, 1991).

YBCO hedef kullanılarak hazırlanan A filminde tamami ile yarı iletken, B filminde yarı iletken-metalik davranış gözlenmiştir. Filmlerin yarı iletken davranış göstermeleri filmin yapısında taneciklerin çoğunlukla a yönelimine sahip olmaları neden olmaktadır. Bunun yanında a/c karışık yöneliminin varlığı sonucunda yarı iletken ve metalik davranış görülmektedir (Tozer, 1987). O halde A filminin a yönelimine sahip olduğu, alttaş sıcaklığının artırılması ile birlikte elde edilen B filminin a/c karışık yönelime sahip olduğu açıktır. Filmlerin c ekseninde tercihli yönelim göstermesi, C, D, E filmlerinde olduğu gibi metalik ve üstüniletken davranışın elde edilmesi sonucunu doğurur.

C eksenli filmlerde akım Cu - O düzlemlerine paralel taşındığından Cooper çiftlerinin birbirini takip etmesi için gerekli oksijence zengin zincirler sağlanmış olacaktır. Oysa a yönelimli filmlerde düzenli Cu-O zincirlerinin olmaması normal durum direncinde büyük ölçüde artışa neden olmaktadır. Bu nedenle C, D, E filmlerinin 280K sıcaklığındaki dirençlerinin A ve B filmlerine göre çok küçük olduğu gözlenmiştir.

### 4. 2. 3. Film-Alttař Etkileřmesi

Hazırlanan filmin kalitesi aısından en dūřuk  $T_{c0}$  deęeri beklenildięi gibi en yūksek alttař sıcaklıęında hazırlanan E filminde gōzlenmemiřtir. Bunun nedeni yūksek alttař sıcaklıklarında film - alttař etkileřmesinin artmasıdır (Goiloux, 1989). Etkileřme sonunda alttařın filme difūzyonu ile kristal yapı deęiřir. Bu durumda elde edilen filmlerde yūzey dūzgūnlūęu bozulur hatta filmde yer yer delinmeler oluřabilir. E filminin hazırlanmasında bu etkinin kısmen oluřtuęu ۆlūlen  $T_{c0}$  deęerinden anlařılmaktadır.

### 4. 2. 4. Dięer Etkiler

#### a ) Oksijen Basıncı :

D. a. kopartma yōntemi ile elde edilen filmlerin ۆzelliklerine etkiyen bir dięer ۆnemli faktōr oksijen kısmi basıncıdır. Dūřuk oksijen basınlarının film ūzerindeki en ۆnemli etkisi geri kopartma olayının meydana gelmesidir. Geri kopartma olayında film yūzeyi yūksek enerjili paracıklar ile bombardıman edilir ve YBCO iin tercihli olarak baryum yūzeyden koparılır. Bu etki ۆzellikle kopartma ortamı olarak argon ve oksijen gaz karıřımı kullanıldıęında baskın olmaktadır. Geri kopartma olayında homojen olmayan ve hedef kompozisyonundan ok farklı filmler elde edilir (Migliuolo, 1990). Bu olayın ۆnlenmesi iin oksijen basıncı yūksek tutulur. Bu řekilde oksijen iyonları alttařa gelmeden ok sayıda saılıma uęrarlar. Yūksek oksijen basıncının bir dięer avantajı hedef ierisine giren oksijenlerin hedef iletkenlięini artırmasıdır .

Dūřuk oksijen basınlarında film ierisindeki oksijen bořluklarının sayısı fazladır. Bu durumda kristal yapı tetragonal yapıya doęru ka-

yar. Basınç artırıldığında O (4) konumlarındaki oksijen eksikliği azalır ve ideal kristal yapıya ulaşılır.

Ancak d. a. kopartma yönteminde Bölüm 2.3' de açıklandığı üzere yüksek basıncın istenmemesinin çok önemli bir nedeni vardır. Yüksek basınçta kopartılan atomların ortalama serbest yolları kısalmış ve altta yüzeyine ortalama enerjileri çok küçük olarak gelirler.

Yapılan çalışmada sisteme 30 cm<sup>3</sup>/dak akış hızında oksijen gönderilerek oksijen basıncı 0.37 Torr gibi düşük bir değerde tutulmuştur. Bunun nedeni kopartma sistemlerinde c eksenli filmlerin yüksek sıcaklıkta, düşük oksijen basınçlarında, a eksenli filmlerin düşük sıcaklıkta ve yüksek oksijen basınçlarında elde edilmesidir (Fujita, 1988).

#### **b ) Hedef- Altta Uzaklığı :**

Elde edilen filmler ait bir diğer önemli özellikte hedef ve altta arasındaki uzaklıktır. Yapılan çalışmada bu uzaklığın değiştirilmesinin etkisi incelenmemiştir.

Kopartma sistemlerinde yapılan deneylerde hedef - altta uzaklığı artırıldığında geçiş sıcaklığında artış gözlenmiştir (Kobayashi, 1993) . Ancak bu artışın film kalınlığının azalmasından dolayı olmadığı tespit edilmiştir. Bu mesafenin azalması durumunda gelen parçacıkların enerjisi fazla olacaktır. Film yapısal özellikleri gelen parçacıkların enerjisine bağlı ise hedef - altta mesafesine de bağlı olacaktır. Böylece geçiş sıcaklığında değişim beklenir.

**c ) Alttaş Yapısı :**

Yapılan bu çalışmada filmlerin sadece elektriksel özellikleri deneysel olarak incelenmiştir. Alttaş için yapılan X ışını çalışmalarında MgO' in ( kristal + amorf ) yapıya sahip olduğu anlaşılmıştır. Bu alttaşlar üzerinde büyüyen filmlere ait X ışını desenlerinde, pik şiddetleri alttaş piklerine göre çok küçük olduğu gözlenmiştir. Bu nedenle filmlerin yapısal özelliklerine ait bir bilgi alınamamıştır.

Yapılabilecek daha geniş bir çalışmada oksijen kısmi basıncının, hedef - alttaş arası uzaklığının, depolama akım ve zamanının, düşük geçiş sıcaklığına sahip örneklerde tavlama sıcaklığının filmlerin elektriksel ve kristal özelliklerine etkisi incelenmelidir.

## KAYNAKLAR

Bardeen, J. , Cooper, L. N. and Schrieffer, J. R. , 1957, Theory Of Motion Of Vortices In Superconductors, Phys. Rev. , **108**, 1175

Bednorz, J. G. and Müller, K. A. ,1986, Possible High  $T_c$  Superconductivity in the Ba - La - Cu - O System, Z. Phys., B **64**, 189

Cava, R. J. , Batlogg, B. B. , Chen, C. H. , Rietmann, E. A., Zahurak, S. M. , Werder, D. , 1987, Nature, **329**, 423

Chapman , B. N. ,1980, Glow Discharge Process : Sputtering & Plasma Etching, John Wiley & Sons , New York

Chopra, K. , 1969, Thin Film Phenemena , Mc Graw Hill, 23

Durlu, T. N , 1992, Kathal Fiziğine Giriş, Ankara , 241

Ekin, J. M. , Braginsky, A. I. and Janocko, M. A. , 1987, J. Appl. Phys., **62**, 12

Fujita, J. , Yashitake, T. , Kamijo, A. , Satoh, T. , Igarashi, H. , 1988, Preferentially Oriented Epitaxial Y - Ba - Cu - O Films Prepared By The Ion Beam Sputtering Method , J. Appl. Phys. , **64**, 3, 1292

Fukushima , N. , Yoshino, H. , Niu , H. , Hayashi, M. , Sasaki , H., Yamada , Y. , Murase , S. ,1987, Oxygen Deficiency and Cu valance States Of Superconducting Y - Ba - Cu - O Oxide, Jap. Journal of Applied Physics, **26**, 5, L 719

Groove, W. R. , 1852, Philos. Trans. Faraday Soc. , 87

Guilloux, M. , Karkut , M. G. , Perrin , A. , Pena , O. , Padiou , J. and Sergent , M. , 1990 , In -Situ  $Y_1 Ba_2 Cu_3 O_{7-x}$  Thin Films Epitaxially Grown By Single Target D. C. Sputtering , Physica C, **166**, 105 - 110

Hass, G. , Thun, R. E. , 1966, Physics Of Thin Films, Academic Press, New York , **3**, 61

Henschke, E. B. , 1962, J. Appl. Phys. , **33**, 1773

Hong, M. , Liou, S.H. , Kwo , J. and Davidson B. A. ,1987, Superconducting Y-Ba-Cu- O Oxide Films By Sputtering , Appl. Phys. Lett. , **51**, 9, 694

Josephson, B. D. , 1962, Phys. Letters , **1**, 251

Karkut , M.G. , Guilloux, M. , Perrin , A. , Pena , O. , Padiou , J. and Sergent , M. , 1990, Epitaxial  $Y_1 Ba_2 Cu_3 O_7$  and  $Gd Ba_2 Cu_3 O_7$  Thin Films Grown In-Situ By Single Target D. C. Sputtering, Journal of The Less Common Metals , **164** & **165** , 336

Keywell, F. , 1955, Phys. Rev. , **97**, 1611

Kobayashi , T. , Eto, S. , Kato, Y. , Usami, K. and Goto , T. , 1993, Influence Of Sputtering Conditions On The Charecteristics Of Superconducting Y - Ba - Cu - O Films, Jpn. J. Appl. Phys. , **32**, 3150 - 3153

Kulpa , A. , Chaklader A C D , Roemer, G. ,Williams D. L. , Hardy , W. N. , 1990, High Temperature X - Ray Diffraction Studies Of The

Compound  $Y_1 Ba_2 Cu_3 O_x$  , Supercon. Sci. Technol., **3**, 489

Kılıç, A. , 1993, Yüksek Kritik Sıcaklıklı Üstüniletken seramik Filmlerin Elektriksel Özellikleri, H. Ü. Doktora Tezi

Langmuir, I. ,Kingdon, K. H. , 1923, Phys. Rev. , **22**, 148

Leaver, K. D. & Chapman, B. N. , 1971, Thin Films, Wykeham Publications, 24

Linker, G. , Xi , X. X. , Meyer , O. , Li , Q and Geerk , J. ,1989, Control Of Growth Direction Of Epitaxial YBCO Thin Films On  $SrTiO_3$  Substrates, Solid State Communications, **69**, 3, 249

Maeda, H., Tanaka, Y. , Fukutami, M. , Asano, T. , 1988, A New High  $T_c$  Oxide Superconductor Without Rare Earth Element, Jpn. J. Appl. Phys. Lett. , **27**, L209

Meissner, W. and Ochsenfeld, R. ,1933, Naturwissenschaften, **21**, 787

Meuffles, P. , Rupp, B. and Pörschke, E. , 1988, Physica C, **156**, 441

Migliuolo, M. , Belan , R. M. and Brewer , J. A. ,1990, Absence Of Negative Ion Effects During On - Axis Single Target Sputter Depositions Of Y - Ba - Cu - O Thin Films On Si (100) , Appl. Phys. Lett., **56**, 25 , 2572

Muralidhar, G. K. , Rao, G. M. , Raghunathan , J. , Mohan, S., 1991, Effect Of Deposition Parameters On The Structural Properties and  $T_c$  of YBaCuO Films By High Pressure Oxygen Sputtering , Physica C , **192**, 447



Nakazawa , Y. , Ishikawa, M. , Takabatake, T. , Terakura, K., 1987, Charecterization Of Metamorphic Phases Of  $Ba_2 Y Cu_3 O_{9-x}$ , Jap. Journal Of App. Phys. , **26**, 5, L 796

Omar, M.A, 1975, Elementary Solid State Physics : Principles and Applications, Addison-Wesley Publishing Compony, 496

Özcan, Ş. , 1992, YBCO Üstüniletkeninin Magnetik Özelliklerine Sinterleme Koşullarının Etkisi, H. Ü. Bilim Uzmanlığı Tezi

Özdaş, E. , 1993, Bi Pb Sr Ca Cu O Sisteminde 110 K' lik Üstüniletken Fazın Oluşumu ve Fiziksel Özelliklerin Oksijen ile Taşıyıcı Yoğunluğuna Bağlılığı, H. Ü. Doktora Tezi

Raveau, B. , Deslandes, F. ,Michel , C. , Hervieu, M. in Proc. of the Inter. Meeting on High  $T_c$  Superconductors, Schloss Mauterdorf, Feb. 1988, High  $T_c$  Superconductors , Weber, H. W. , Ed. (Plenum, New York ) , 3

Schuegraf Klaus K. , 1988, Handbook Of Thin Film Deposition Process and Techniques, Noyes Publication, 291

Scofield, John. H, 1993, Frequency - Domain Description Of A Lock - In Amplifier, Am. J. Phys. , **62** , 2, 129

Sheng, Z. Z. , Kiehl, W. ,Bennet, J. , El Ali, A. , Marsh, D. , Mooney, G. D. , Arammash, F. ,Smith, J. , Viar, D. , Hermann, A. M. , 1988, New 120 K  $Tl - Ca - Ba - Cu - O$  Superconductor, Appl. Phys. Lett., **52**, 1738

Stark, F. , 1909, Z. Elektrochem. , **15** , 509

Tarascon, J. M. ,Green , L. H. ,Bagley , B. G. , Mc Kinnon , W. R. , Barboux, P. , Hull, G. W. In Novel Superconductivity, Wolf, A. , Kresin V. , Eds. ( Plenum New York , 1987 ) , 705

Tozer , S.W. , Kleinsasser A.W. , Penney , T. , Kaiser D. and Holzberg, F., 1987, Measurement Of Anizotropic Resistivity And Hall Constant For Single - Crystal  $Y_1 Ba_2 Cu_3 O_{7-x}$  , Physical Review Letters, **59**, 15, 1768

Wu, M. K. ,Ashburn J. R. , Torng, C. J. , Hor, P. H. , Meng, R. L. Gao, L. ,Huang, Z. J. , Wang, Y. Q. , Chu, C. W. ,1987, Superconducting At 93 K In A New Mixed - Phase Y - Ba - Cu - O Compound System At Ambient Pressure : Phys. Rev. Lett., **58**, 908

Zheng, J. Q. , Shih, M. C. , Williams, S. , Lee, S. J. , Kajiyama , H., Wang, X. K. , Zhao , Z. , Viani, K. , Jacobson , S. , Dutta , P. , Chang , R. P. H. and Ketterson, J. B . ,1991, Effect Of Oxygen Partial Pressure On The In Situ Growth Of Y - Ba - Cu - O Thin Films On Sr Ti O<sub>3</sub> , Appl. Phys. Lett. , **59**, 2, 231