

**T.C.
BOZOK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

Yüksek Lisans Tezi

**SiO₂ TABANLI Ni₈₁Fe₁₉ NANOMETRİK MANYETİK
İNCE FİLMİN ISI KAPASİTESİNİN İNCELENMESİ**

Sinan KAYA

**Tez Danışmanı
Yrd. Doç. Dr. Mustafa EROL**

Yozgat 2010

**T.C.
BOZOK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

Yüksek Lisans Tezi

**SiO₂ TABANLI Ni₈₁Fe₁₉ NANOMETRİK MANYETİK
İNCE FİLMİN ISI KAPASİTESİNİN İNCELENMESİ**

Sinan KAYA

Tez Danışmanı

Yrd. Doç. Dr. Mustafa EROL

**Bu çalışma, Bozok Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi
tarafından I.F.E.F./2009-12 kodu ile desteklenmiştir.**

Yozgat 2010

T.C.
BOZOK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TEZ ONAYI

Enstitümüzün Fizik Anabilim Dalı 7011050006 numaralı öğrencisi Sinan Kaya'nın hazırladığı "**SiO₂ Tabanlı Ni₈₁Fe₁₉ Nanometrik Manyetik İnce Filmin Isı Kapasitesinin İncelenmesi**" başlıklı ~~DOKTORA~~ / YÜKSEK LİSANS tezi ile ilgili TEZ SAVUNMA SINAVI, Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği uyarınca 24/12/2010 Cuma günü saat 14:30'da yapılmış, tezin onayına ~~ÇOKLUĞU~~ / OY BİRLİĞİYLE karar verilmiştir.

Başkan: Doç. Dr. Recep ŞAHİNGÖZ

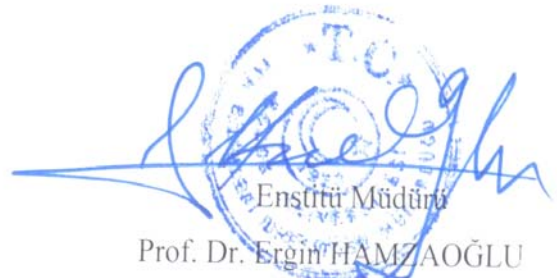
Üye : Yrd. Doç. Dr. Uğur BÖYÜK

Üye : Yrd. Doç. Dr. Mustafa EROL (Danışman)

ONAY:

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulu'nun 31./12./2010 tarih ve 19. sayılı kararı ile onaylanmıştır.

31./12./2010


Enstitü Müdürü
Prof. Dr. Ergin HAMZAOĞLU

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR	v
ŞEKİLLER LİSTESİ	vi
TABLolar LİSTESİ	viii
KISALTMALAR LİSTESİ	ix
1. İNCE FİMLER	1
1.1. Giriş.....	1
1.2. İnce Filmlerin Yapısı.....	2
1.3. İnce Film Üretme Teknikleri.....	4
1.3.1. Fiziksel Buharlaştırma Tekniği (PVD).....	4
1.3.2. Döküm (Casting) Tekniği.....	6
1.3.3. Püskürtme (Sputtering) Tekniği	6
1.3.4. Kimyasal Buharlaşma Tekniği (CVD).....	7
1.4. İnce Filmlerin Kullanım Alanları.....	9
2. ISI KAPASİTESİ MODELLERİ	10
2.1. Isı Kapasitesi ve Modelleri	10
2.1.1. Klasik Model.....	13
2.1.2. Einstein Modeli.....	15
2.1.3. Debye Modeli ve Metallerdeki Özgül Isıya Elektronik Katkı.....	18
2.2. Metalik Alaşımların ve Metalik İnce Filmlerin Isı Kapasitelerinin ve Öz Isılarının Ölçülmesi ile İlgili Önceki Çalışmalar.....	27
3. MATERYAL ve METOT	30
3.1. Numunelerin Hazırlanışı.....	30
3.2. EDAX (Enerji Dağılımlı X - Işım) Analizleri.....	31
3.3. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizleri.....	31
3.4. DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Analizleri.....	32
3.5. DSC ile Cp Ölçüm Metodları.....	35

3.5.1. Sürekli Modda C_p Ölçümü.....	35
3.5.1.1. Referanssız - Sürekli Modda C_p Ölçümü.....	35
3.5.1.2. Referanslı - Sürekli Modda C_p Ölçümü.....	36
3.5.2. Basamaklı Modda C_p Ölçümü.....	38
3.5.2.1. Referanssız - Basamaklı Modda C_p Ölçümü.....	39
3.5.2.2. Referanslı - Basamaklı Modda C_p Ölçümü.....	40
4. ARAŞTIRMA BULGULARI.....	42
4.1. EDAX (Enerji Dağılımlı X - Işını) Analiz Verileri.....	42
4.1.1. 2,5 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ ile Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin EDAX Analizi.....	42
4.1.2. 5,0 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ ile Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin EDAX Analizi.....	43
4.2. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analiz Verileri.....	45
4.2.1. 2,5 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ ile Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin SEM Analizi.....	45
4.2.2. 5,0 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ ile Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin SEM Analizi.....	46
4.3. DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Analiz Verileri.....	48
4.3.1. Isı Akışı (HF) - Sıcaklık (T) Verileri.....	48
4.3.2. Öz Isı (C_p) - Sıcaklık (T) Verileri.....	51
4.3.2.1. 2,5 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ ile Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin Öz Isı - Sıcaklık Analizi.....	51
4.3.2.2. 5,0 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ ile Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin Öz Isı - Sıcaklık Analizi.....	52
4.3.2.3. Farklı Kalınlıklarda $Ni_{81}Fe_{19}$ ile Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmlerin Öz Isılarının Karşılaştırılması.....	52
SONUÇ VE TARTIŞMA	57
KAYNAKLAR.....	59
ÖZGEÇMİŞ.....	62

SiO₂ TABANLI Ni₈₁Fe₁₉ NANOMETRİK MANYETİK İNCE FİLMİN ISI KAPASİTESİNİN İNCELENMESİ

Sinan KAYA

**Bozok Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi**

2010; Sayfa: 62

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Mustafa EROL

ÖZET

Öz ısı malzemelerin termal karakterizasyonu için vazgeçilmez bir özelliktir. Bu çalışmada 2,5 nm ve 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile kaplanmış SiO₂ tabanlı ince film numunelerin bazı termal özellikleri incelendi. Numunelerin DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) analizleri 300-800 K arasında çalışıldı. Öz Isılarının belirli ısıtma hızları için sıcaklıkla ve numune kalınlığı ile değişimi, Sürekli Referanslı C_p Ölçüm Yöntemi ile analiz edildi. Referans numune olarak safir kullanıldı. Numunelerin yapıları EDAX ve SEM analizleri ile incelendi. Ayrıca öz ısılarda ısıtma hızı ile değişimi de incelendi.

Anahtar Kelimeler: İnce Film, Isı Kapasitesi, Öz Isı, Sürekli Referanslı C_p Ölçüm Yöntemi, Ni₈₁Fe₁₉, SiO₂, DSC, SEM, EDAX

**INVESTIGATION OF HEAT CAPACITY OF SiO₂ BASED
Ni₈₁Fe₁₉ NANOMETRIC MAGNETIC THIN FILM**

Sinan KAYA

**Bozok University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics
Master of Science Thesis**

2010; Page: 62

Thesis Supervisor: Assist. Prof. Dr. Mustafa EROL

ABSTRACT

Specific heat is an indispensable property for thermal characterization of materials. In this study, some thermal properties of SiO₂ based 2,5 nm and 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ monolayer thin films were investigated. Differential Scanning Calorimeter (DSC) analysis of the samples were studied between 300-800 K. Temperature and thickness dependencies of specific heat of the samples for some heating rates were analyzed with Continuous C_p With Reference Method. Sapphire is used as the reference sample. The structures of samples have been investigated by SEM and EDAX analysis. The change of specific heat by heat rate is also investigated.

Keywords: Thin Film, Heat Capacity, Specific Heat, Continuous C_p With Reference Method, Ni₈₁Fe₁₉, SiO₂, DSC, SEM, EDAX

TEŐEKKÜR

Yüksek lisans eğitimin süresinde yardım ve desteęini esirgemeyen tez danışmanım
Yrd. Doç. Dr. Mustafa EROL'a,

Numunelerini paylaşan, tecrübeleriyle beni yönlendiren ve her aşamada büyük
destek gördüğüm Fizik Bölüm Başkanı Doç. Dr. Recep ŞAHİNGÖZ'e,

Maddi-manevi desteęini esirgemeyen aileme ve nişanlım Cemile DEMİR'e,

Arkadaşım Mennan KARA'ya,

bütün içtenliğimle teşekkür ederim.

Çalışmamızı I.F.E.F./2009-12 kodlu proje ile destekleyen Bozok Üniversitesi
Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne de teşekkür ederim.

ŞEKİLLER LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 1.1. (a) Tek Katmanlı (b) Çok Katmanlı İnce Filmin Şematik Gösterimi.....	3
Şekil 1.2. Esnek Taban Üzerine Kaplanmış Bir İnce Film.....	3
Şekil 1.3. Elektron Demeti Buharlaştırma Sistemi.....	5
Şekil 1.4. Dirençli Buharlaşma Sistemi.....	5
Şekil 1.5. Döküm Tekniği.....	6
Şekil 1.6. Püskürtme Tekniği.....	7
Şekil 1.7. Kimyasal Buharlaştırma Tekniği.....	8
Şekil 2.1. Klasik Modelde Isı Kapasitesinin Sıcaklıkla Değişimi.....	15
Şekil 2.2. Klasik, Einstein ve Debye Isı Kapasitesi Modellerinin Karşılaştırılması.....	23
Şekil 3.1. SEM ve EDAX Analiz Sistemleri.....	32
Şekil 3.2. Malzemelere Kontrollü Sıcaklık Programı Uygulandığında Oluşabilecek Değişimleri Gösteren Diferansiyel Termogram Şeması.....	33
Şekil 3.3. SETARAM DSC 131 Sistemi.....	33
Şekil 3.4. SETARAM DSC 131 Cihazının Şematik Gösterimi.....	34
Şekil 3.5. Referanssız - Sürekli Modda Isı Akışı - Sıcaklık Verileri.....	36
Şekil 3.6. Referanslı - Sürekli Modda Isı Akışı - Sıcaklık Verileri.....	37
Şekil 3.7. Referanslı - Sürekli Modda Eğrilerde Düzeltme.....	38
Şekil 3.8. Referanssız - Basamaklı Modda Isı Akışı - Sıcaklık Verileri.....	39
Şekil 3.9. Referanslı - Basamaklı Modda Isı Akışı - Sıcaklık Verileri.....	40
Şekil 4.1. 2,5 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ ile Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin EDAX Analizi.....	43
Şekil 4.2. 5,0 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ ile Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin EDAX Analizi.....	44
Şekil 4.3. 2,5 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ ile Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin SEM Görüntüleri a) Oda Sıcaklığında ×1000 b) 400 °C’de 30 dk. Tavlanmış ×1000 c) Oda Sıcaklığında ×5000 d) 400 °C’de 30 dk. Tavlanmış ×5000 e) Oda Sıcaklığında ×20000 f) 400 °C’de 30 dk. Tavlanmış ×20000.....	46

Şekil 4.4. 5,0 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ ile Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin SEM Görüntüleri a) Oda Sıcaklığında ×1000 b) 400 °C’de 30 dk. Tavlanmış ×1000 c) Oda Sıcaklığında ×5000 d) 400 °C’de 30 dk. Tavlanmış ×5000 e) Oda Sıcaklığında ×20000 f) 400 °C’de 30 dk. Tavlanmış ×20000.....	47
Şekil 4.5. β =5 K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin Isı Akışı - Sıcaklık Eğrisi.....	49
Şekil 4.6. β =10 K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin Isı Akışı - Sıcaklık Eğrisi	49
Şekil 4.7. β =15 K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin Isı Akışı - Sıcaklık Eğrisi	50
Şekil 4.8. β =20 K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin Isı Akışı - Sıcaklık Eğrisi	50
Şekil 4.9. 2,5 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin Farklı Isıtma Hızlarında Öz Isı - Sıcaklık Grafiği	51
Şekil 4.10. 5,0 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin Farklı Isıtma Hızlarında Öz Isı - Sıcaklık Grafiği.....	52
Şekil 4.11. β=5 K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm ve 5,0 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmlerin Öz Isı - Sıcaklık Değişimlerinin Karşılaştırılması	53
Şekil 4.12. β=10 K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm ve 5,0 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmlerin Öz Isı - Sıcaklık Değişimlerinin Karşılaştırılması	53
Şekil 4.13. β=15 K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm ve 5,0 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmlerin Öz Isı - Sıcaklık Değişimlerinin Karşılaştırılması	54
Şekil 4.14. β=20 K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm ve 5,0 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmlerin Öz Isı - Sıcaklık Değişimlerinin Karşılaştırılması	54
Şekil 4.15. 2,5 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin Belirli Sıcaklıklardaki Öz Isılarının Isıtma Hızı ile Değişimi	55
Şekil 4.16. 5,0 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin Belirli Sıcaklıklardaki Öz Isılarının Isıtma Hızı ile Değişimi	55
Şekil 4.17. Ni _{79,3} Fe _{20,7} Metalik Alaşımı ve SiO ₂ Kuartz Kristal Bileşiği ile 2,5 nm ve 5,0 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmlerin Öz Isı - Sıcaklık Değişimlerinin Karşılaştırılması.....	56

TABLULAR LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Tablo 1.1. İnce Film Üretim Tekniklerinin Avantaj ve Dezavantajları.....	8
Tablo 2.1. Bazı Malzemelerin 25 °C'deki Öz Isıları.....	12
Tablo 4.1. 2,5 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ ile Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin EDAX Verileri.....	43
Tablo 4.2. 5,0 nm Ni ₈₁ Fe ₁₉ ile Kaplanmış SiO ₂ Tabanlı İnce Filmin EDAX Verileri.....	44

KISALTMALAR LİSTESİ

$\langle n \rangle$: Fonon Sayısı
β	: Isıtma Hızı (K/min)
Ar	: Argon Elementi
C_p	: Öz Isı (Cal/gK)
C	: Isı Kapasitesi (Cal/K)
CVD	: Kimyasal Buharlaştırma Tekniği
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
EDAX	: Enerji Dağılımlı X-Işını Analizi
HF	: Isı Akışı (mW)
k_B	: Boltzmann Sabiti
kV	: Kilovolt
MEMS	: Mikro Elektro-Mekanik Sistemler
M-RAM	: Kalıcı Hafıza
mV	: Milivolt
N	: Atom Sayısı
$Ni_{81}Fe_{19}$: Nikel-Demir Alaşımı
PVD	: Fiziksel Buharlaştırma Tekniği
θ_D	: Debye Sıcaklığı
θ_E	: Einstein Sıcaklığı
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SiO_2	: Silisyum di Oksit
T	: Sıcaklık (K)
T_F	: Fermi Sıcaklığı
TFT	: İnce Film Transistor

1. İNCE FİMLER

1.1. Giriş

Bilimin ilerlemesi ve teknolojideki gelişmeler, yeni malzemelerin geliştirilmesi doğrultusunda tetikleyici gücü oluşturmaktadır. Malzemelerdeki keşifler ve buna bağlı olarak yapılan araştırmalar, yüksek kalitede malzemelerin üretilmesine olanak sağlanmaktadır. Malzeme özelliklerini ve performansını belirleyen parametreler arasında, yalnızca bileşim değil, uygun üretim yöntemleri ile yapı ve/veya mikroyapının kontrolü de yer almaktadır. Yapı, performans, özellik ve üretim gibi parametreler, yeni malzemelerin geliştirilmesi ve malzeme özelliklerinin iyileştirilmesi için verimli yol ve yöntemleri sunmaktadır [1].

Teknolojinin gelişmesi ve artan ihtiyaçların karşılanması için geliştirilen yeni malzeme gruplarından birisi de ince filmlerdir. İnce filmlerin kalınlıkları 1 nm'den 100 nm'ye kadar değişmektedir. İnce filmler beklenen fonksiyonları gösterebilmeleri için uygun kalınlık, bileşim ve karakteristik özelliklerde olmalıdırlar. Son zamanlarda ince filmler bilim ve teknolojinin gelişiminde çok önemli roller oynamaktadırlar. İnce filmler farklı birçok malzeme üzerine nano veya mikro boyutlarda kaplanarak, malzemelerin optik, mekanik ve elektriksel özelliklerini değiştirebilmektedir. Endüstrinin birçok alanında uygulanabilirlik kapasitelerinden dolayı ince filmlere ihtiyaç duyulmaktadır.

İnce filmler ile ilgili yapılan ilk çalışmalarda optik özellikleri incelenmiştir. İnce film teknolojisi daha sonraki yıllarda entegre devre sanayisinin artan ihtiyaçlarını karşılamak üzere geliştirilmiştir. Yeni nesil entegre devrelerde özellikle yüksek hız ile çalışan daha küçük boyutlu cihazların geliştirilmesi üzerine çalışılmış ve bu konu ile ilgili talepler artmıştır. İnce filmler, ileri teknoloji sektöründe önemli bir rol almaya başlamış ve bundan dolayı da ince film çalışmaları bilgisayar teknolojilerinin geliştirilmesine yönelik bir yön kazanmıştır [2]. Bilişim sektörünün günümüzde hızla gelişmesi yüksek hızda bilgisayarlara, dolayısı ile yüksek kapasiteli belleklere, kayıt araçlarına ve buna paralel olarak sözü edilen malzemelerin üretimine olan ihtiyacı zaman içerisinde arttırmıştır.

Günümüzdeki bilimsel arařtırmalarda ince film teknolojisi dünya apında önemli bir arařtırma alanına sahip olmuřtur. Endüstri için yeni materyallerin sentezi ve kaplamaların önemi, ince film teknolojisinin gelişme sürecinde ortaya ıkan bir sonuçtur. Açıkçası yeni gelişmelerin mikroelektronik, optik ve nanoteknolojide uygulamaları hızla artmaktadır. Manyetik ince filmler elektromanyetik veya manyetik kayıt cihazlarındaki endüstriyel uygulamalarından dolayı hem teorik hem de deneysel olarak yoğun alıřma alanına sahiptir. Özellikle duyarlılığı yüksek sensör ve bilgi depolama teknolojisinde yoğun olarak kullanılmaktadır. Teknolojinin gelişip büyümesine paralel olarak özellikle manyetik malzemelerin üretimi ve bu malzemelerin kimyasal, fiziksel ve manyetik özellikleri büyük önem taşımaktadır [3].

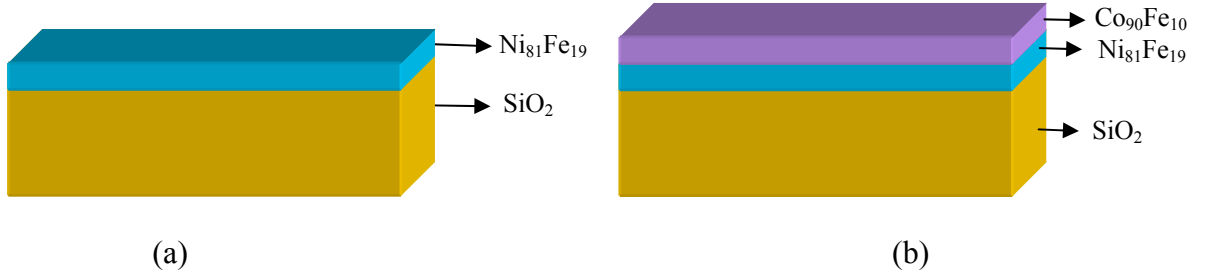
İnce film üretimde kullanılan yöntemler sayesinde, malzemelerin kullanılabilirlik ömrünün atmosferik ve termal etkilere karşı uzatılması sağlanır. Buna ek olarak, üretilen ince filmlerin kullanılabilirlik seviyesini arttırabilmek için yeni arařtırmalar yapılmaktadır. İnce filmlerin temel fiziksel ve kimyasal özellikleri ile ilgili yapılacak birçok alıřmaya gereksinim vardır. Temel arařtırmalara, ince film materyal teknolojisinin ve ilgili niceliklerinin arařtırılması için ihtiyaç duyulur. Disiplinlerarası deneysel ve teorik arařtırmalar, yeni film sistemlerinin mikroyapılarının, performanslarının geliştirilmesi ve teknolojide kullanılabilmesi için ön kořuldur. Üretilen yeni materyallerin uygulamaları, farklı gelişim aşamaları seri üretimle bağlantılıdır. İlerleyen zaman içerisinde nanoteknoloji ince film teknolojisinin geliştirilmesi ve uygulama alanının artması konusunda en önemli kaynak olmaya devam edecektir [4-5].

1.2. İnce Filmlerin Yapısı

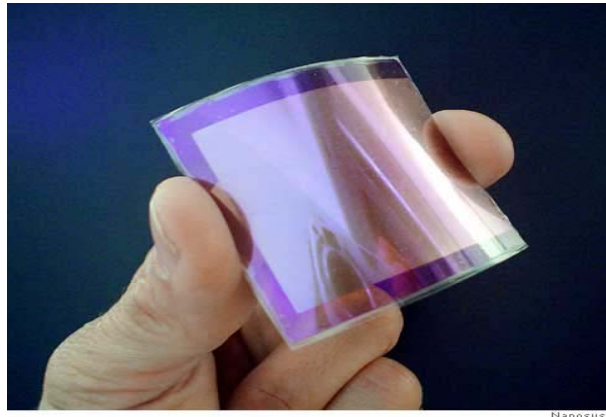
Bir alt tabaka ve üzerine kaplama yapılmıř film ya da oklu film sistemlerinden oluşan yapıya ince film denir. Şekil 1.1.(a) ve Şekil 1.1.(b)'de sırasıyla tek ve ok katmanlı ince filmlerin şematik gösterimi verilmiştir. İnce film, kalınlığı bir mikrometreden az metal oksit film olarak da tanımlanmaktadır. Taban malzemesine bir örnek olan SiO₂ manyetik olmayan bir maddedir. İnce filmlerin boyutları, kaplama yöntemleri sayesinde, üç boyutlu yapıdan iki boyutlu yapıya indirilebilmektedir. Elementlerin kompozisyonu ve kimyasal bağlanma durumu, topografik özellikleri, yüzey pürüzlüğü, kristal ve amorf yapıdaki ara yüzeyler ve

kristal yapı gibi faktörler ince filmlerin özelliklerine doğrudan etki etmektedir. Kaplama yöntemlerindeki farklılıklar ve kaplama sırasındaki işlemler sonucu, hacimli malzemede bulunmayan birçok özellik bu malzemelerin ince filmlerinde yaratılabilir. Esnek taban üzerine kaplanmış bir ince film uygulamasının fotoğrafı Şekil 1.2.'de verilmiştir. İnce film malzemelerde olup hacimli malzemelerde olmayan bazı temel özellikler şunlardır:

1. İnce filmler klasik laboratuvar şartlarında elde edilemeyecek ölçüde temizdir.
2. Klasik laboratuvar şartlarında elde edilemeyecek seviyede küçüktür, geometrilerin üç boyutta oluşması mümkündür.
3. Atomik büyütme işleminden kaynaklanan filme özgü malzeme özellikleri görülebilir.
4. Kalınlık, kristal yönlenmesi ve çok katlı yapılardan kaynaklanan kuantum boyut etkileri ve diğer etkileri görmek mümkündür [6].



Şekil 1.1. (a) Tek Katmanlı (b) Çok Katmanlı İnce Filmin Şematik Gösterimi



Şekil 1.2. Esnek Taban Üzerine Kaplanmış Bir İnce Film [7].

1.3. İnce Film Üretme Teknikleri

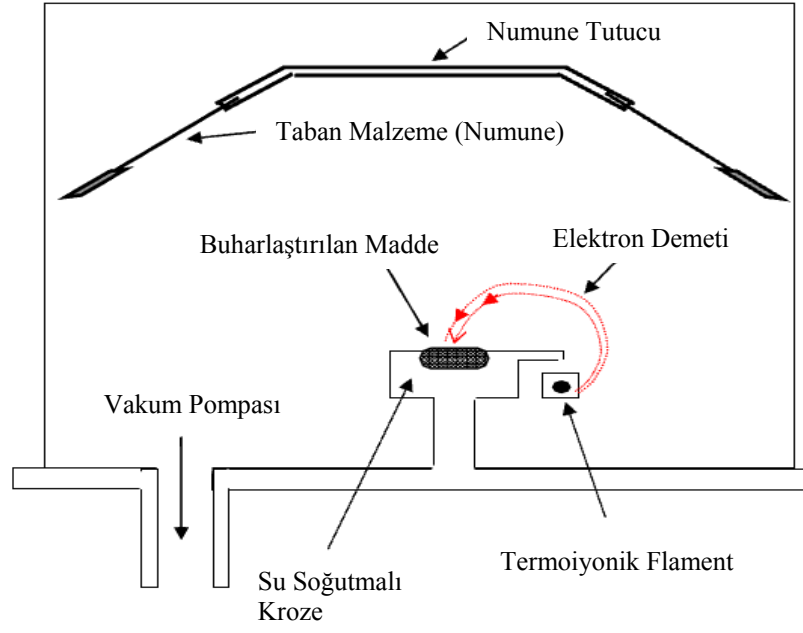
1.3.1. Fiziksel Buharlaştırma Tekniği (PVD)

Fiziksel Buharlaştırma Tekniği, metal ve alaşımların kaplanmasında kullanılan en eski yöntemlerden biri olmasına rağmen halen ince filmlerin kaplanmasında da kullanılmaktadır. Bu teknikte kaplama şu şekilde yapılmaktadır: Numune, vakum odasının içine kaynak madde ile beraber yerleştirilir. Daha sonra kaynak madde kaynama, buharlaşma ya da süblimleşme sıcaklığına kadar ısıtılır. Buhar kaynaktan numuneye taşınır ve katı bir film olarak numune yüzeyinde yoğunlaştırılır. Bu teknikte kullanılan vakum, odadaki buhar moleküllerinin serbestçe hareket etmesi ve tüm yüzeyde düzenli olarak yoğunlaşması için gereklidir. Bu olay buharlaştırma tekniklerinin tamamında aynıdır [8]. Burada tek fark kaynak maddelerin değişik olmasıdır. İki tane yaygın buharlaştırma tekniği vardır:

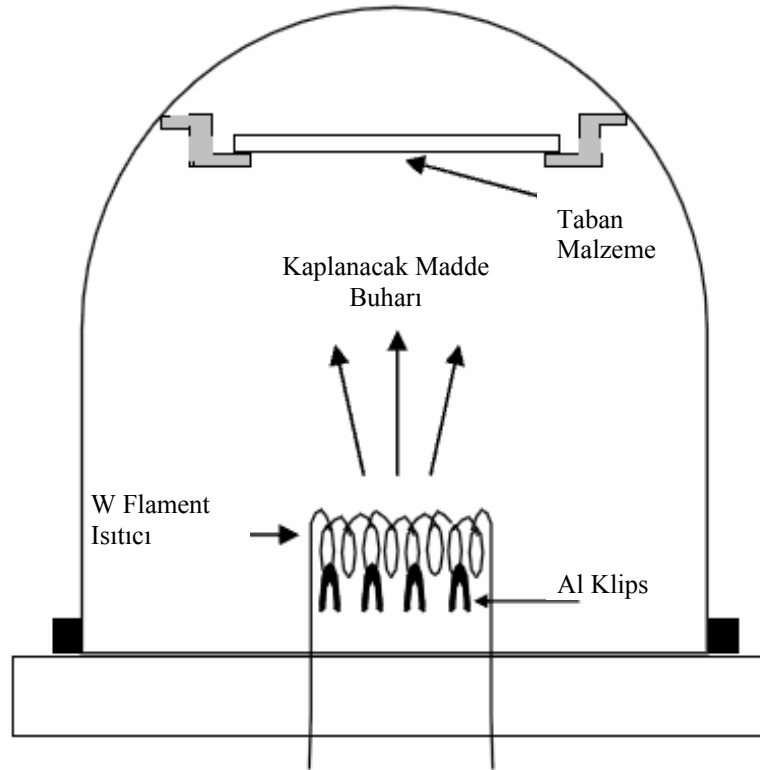
1. Elektron Demeti Buharlaştırması (Elektron Beam Evaporation)

2. Dirençli Buharlaştırma (Resistive Evaporation)

Elektron demeti buharlaştırmasında Şekil 1.3'de görüldüğü gibi elektron demeti kaynak madde üzerine gönderilir. Dolayısıyla bölgesel ısınma ve buharlaşma meydana gelir. Dirençli buharlaştırma ise Şekil 1.4'de görüldüğü gibi kaynak madde tungsten kap içerisinde yüksek akım uygulanarak ısıtılır ve böylelikle buharlaşma gerçekleştirilir. Birçok materyal, buharlaştırmayı sınırlayıcı özelliğe sahiptir. Örnek olarak Dirençli buharlaştırmayı kullanarak alüminyum buharlaştırmak çok zordur. Bu iki yöntemin seçiminde, kullanılan kaynak maddenin faz geçişi özelliğinden yararlanılır. Ayrıca sistemde bulunan direnç-ısıtıcı tel, elektron yayıcı, iletim, radyasyon, RF-indüksiyonla ısıtılmış pota, lazer gibi birçok donanımın farklı olması kaplama tekniklerinde farklılaşmaları sağlamaktadır. Her iki sistemde yüksek vakum gerektirir [9].



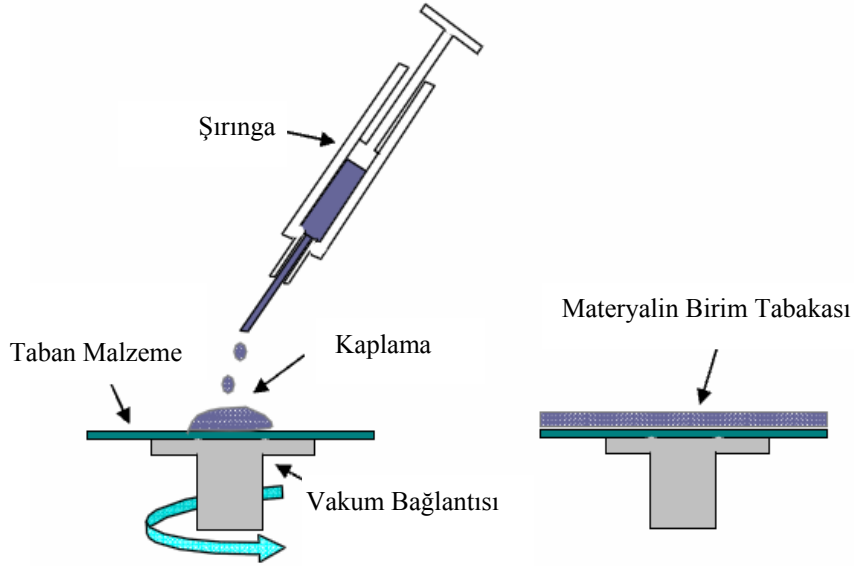
Şekil 1.3. Elektron Demeti Buharlaştırması Sistemi [8].



Şekil 1.4. Dirençli Buharlaşma Sistemi [9].

1.3.2. Döküm (Casting) Tekniđi

Bu yöntemde madde bir organik çözücü içinde çözünmüş sıvı formundadır. Madde kaplanacak numuneye püskürtme ya da döndürme yöntemiyle uygulanır. Şekil 1.5’de görüldüğü gibi taban malzeme döndürülürken şırınga ile kaplanacak olan madde yavaşça üzerine boşaltılır. Tabanın dönmesinden dolayı kaplanacak madde yüzeye yayılır. Daha sonra organik çözücü buharlaştırılır ve çözünen madde ince film olarak numune üzerinde kalır. Bu yöntem organik çözücülerde kolaylıkla çözünen polimerler için kullanışlıdır. Oluşan filmlerin kalınlıkları mikrometre boyutundadır. Son yıllarda döküm yöntemi, numuneler üzerine cam materyallerin kaplanmasında da kullanılmaktadır [8].

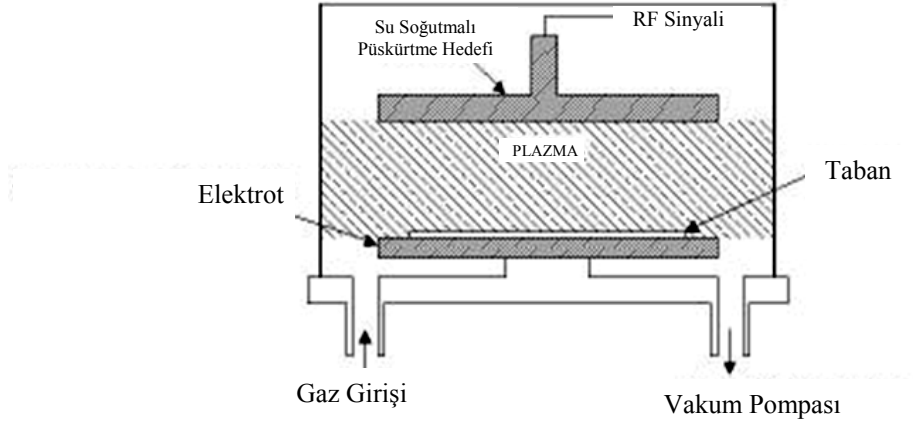


Şekil 1.5. Döküm Tekniđi [8].

1.3.3. Püskürtme (Sputtering) Tekniđi

Bu yöntemde, numune kaynak maddeyle beraber vakum odasında bulunur ve düşük basınçta ortama soygaz (Ar vb.) gönderilir. Şekil 1.6’da görüldüğü gibi gönderilen soygaz atomları RF güç kaynağı yardımıyla hızlandırılır. Hızlandırılan soygaz atomları birbiriyle etkileşerek iyon hale gelirler ve daha sonra bu iyonlar hedef malzemeye çarptırılarak yüzeyden atomlar koparılır. Hedef maddenin atomları buhar fazındayken taban malzemeye çarparlar ve taban üzerinde yoğunlaşırlar. Böylece taban üzerinde kaplama oluşur. Yöntemdeki temel prensip yüzey atomlarına

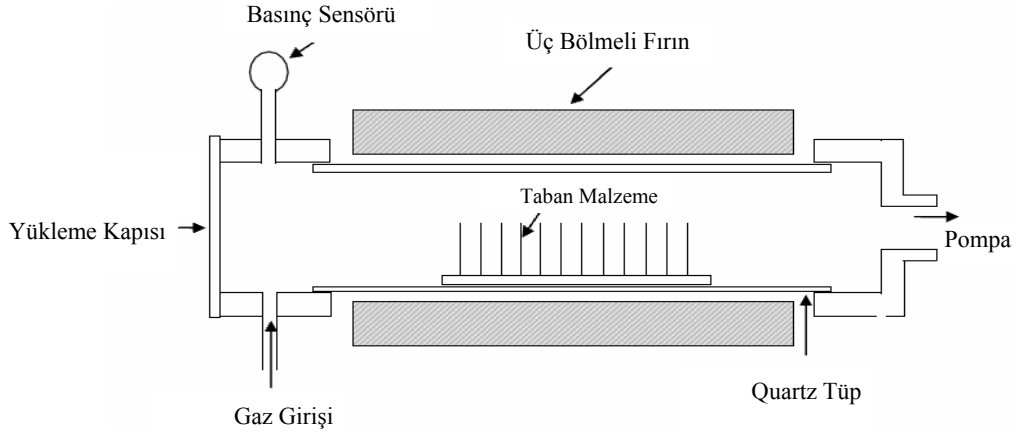
iyonlar vasıtasıyla momentum transfer edip onları yerlerinden sökmektir. Bu yöntem buharlaştırma yöntemine göre daha düşük sıcaklık ve daha yüksek vakum gerektiren bir yöntemdir [9].



Şekil 1.6. Püskürtme Tekniği [9].

1.3.4. Kimyasal Buharlaşma Tekniği (CVD)

Bu yöntemde inorganik, organik ve organometalik maddeler ince film oluşturmak için başlangıç malzemesi olarak kullanılır. Şekil 1.7’de görüldüğü gibi kaplamada kullanılacak olan malzeme uygun bir sıcaklıkta buharlaştırılır ve taşıyıcı gazlarla reaksiyon çemberinin içine taşınır. Gazların kimyasal reaksiyonu sonucu taban malzeme yüzeyinde istenilen kaplama oluşur. Kimyasal buharlaşma ile kaplamada termal ayrışma, oksidasyon, redüksiyon, hidroliz, nitrit ve carbit oluşumu, sentez reaksiyonları, gaz akış hızı, sıcaklık, basınç, başlangıç malzemesinin konsantrasyonu ve reaktör geometrisi oluşan filmin yapısını etkileyen önemli parametrelerdir. Mikroelektronik endüstrisinde kullanılan ve bu yöntemle elde edilen filmler mükemmel tekdüzeliğe ve üstün karakteristik özelliklere sahiptir. Yüksek kaplama sıcaklığı (600 °C den büyük) ve düşük kaplama oranı yöntemin temel problemleridir. Çok karmaşık bir yöntem olup çok düşük basınç gerektirir. Düşük sıcaklıklarda (silikon için 600 °C’ den düşük) kaplanan maddeler genellikle amorfür. Yüksek sıcaklıklarda (silikon için 900–1100 °C) ise polikristal fazlar elde edilir [8].



Şekil 1.7. Kimyasal Buharlaştırma Tekniği [8].

Şimdiye kadar anlatılan ince film üretim tekniklerinin avantaj ve dezavantajları Tablo 1.1.'de özet olarak verilmiştir.

Tablo 1.1. İnce Film Üretim Tekniklerinin Avantaj ve Dezavantajları

Üretim Tekniği	Avantajı	Dezavantajı
Fiziksel Buharlaştırma Tekniği (PVD)	Metal ve alaşımların kaplanmasında kullanılan en eski yöntemlerden biridir. Halen ince filmlerin kaplanmasında da kullanılmaktadır.	Birçok materyal, buharlaştırmayı sınırlayıcı özelliğe sahiptir. Yüksek vakum gerektirir.
Döküm Tekniği	Bu teknik organik çözücülerde kolaylıkla çözünen polimerler için kullanışlıdır.	Bu yöntemde sadece mikrometre mertebesinde kaplama yapılmakta olup nanometre mertebesinde yapılmamaktadır.
Püskürtme Tekniği	Düşük sıcaklıkta da yapılmaktadır.	Yüksek vakum gerektirir.
Kimyasal Buharlaştırma Tekniği (CVD)	Bu teknikte elde edilen filmler mükemmel tekdüzelığe ve üstün karakteristik özelliklere sahiptir.	Yüksek kaplama sıcaklığına, düşük kaplama oranına sahiptir. Çok karmaşık bir yöntem olup çok düşük basınç gerektirir.

1.4. İnce Filmlerin Kullanım Alanları

İnce film ve kaplamaları ile ilgili genel uygulama alanları şöyle sıralanabilir;

1. İnce film transistörleri (TFT'ler)
2. Geniş alan elektronik cihazlar (örneğin görüntüleyiciler)
3. Güneş paneli hücreleri (örneğin camlar ve polimer maddelerin üzerindeki)
4. Düzlemsel dalga kılavuzu (optik bileşenlerin entegrasyonu için)
5. Kalıcı hafıza (M-RAM)
6. Mikroelektro-mekanik sistemler (MEMS)
7. Sürtünme azaltıcı yüzeyler
8. Termal yalıtılmış pencereler
9. Kendini temizleyen yüzeyler

Diğer uygulama alanları ise genel olarak; çizilmeyen kaplamalar (otomotiv ve optiksel bileşenlerde), elektrokromik camlar (TiO_2 katman), parlama önleyici kaplamalar, anti-sis aynaları (cam üzerinde kullanılan TiO_2), anot ve katot malzemeler (piller, kapasitörler yada süperkapasitörler), biyoyumlu kaplamalar, yapışmayan malzemeler veya süperiletkenlikle ilgili uygulamalar (mikrodalga süzgeçleri veya devre sınırlayıcıları), sensörler (harddisk okuyucu ve yazıcı kafaları, tıbbi sensörler) mikroelektronik ve fotovoltatik sistemler (güneş pilleri) veya mikroelektronik makine sistemlerinden oluşur. Bu uygulamalar için yapılan ince filmler genelde nanometre seviyesindedir. Mikrometre seviyesindeki ince filmler ise malzeme sisteminin mekanik özellikleri veya yüzey kalitesini arttırmak için yapılır [10].

2. ISI KAPASİTESİ MODELLERİ

2.1. Isı Kapasitesi ve Modelleri

Kalorimetri, malzemelere verilen ısının ölçülmesiyle ilgili bilim dalıdır. Kalorimetri yasaları üç maddede özetlenebilir;

1. Sıcaklıkları farklı iki cisim birbirlerine dokundurulurlarsa sıcak cisim soğumaya, soğuk cisim ısınmaya başlar. Denge sıcaklığı ya da termal denge sıcaklığına erişinceye kadar aralarında ısı alış verişi sürer.

2. Isınan cismin aldığı ısı miktarı, soğuyan cismin verdiği ısı miktarına eşittir.

3. Bir olay için herhangi bir sisteme verilmesi gereken ısı miktarı, aynı olayın tersi olurken sistemden açığa çıkan ısı miktarına eşittir.

Isı miktarı ölçülürken malzemeye verilen ısı birimi genel olarak kalori (cal) alınır. 1 cal, 1 gram saf suyun sıcaklığını 14,5 °C'den 15,5 °C'ye çıkarmak için suya verilmesi gereken ısı miktarı olarak tanımlanır. Aynı miktardaki cisimlerin sıcaklıklarını belirli bir miktar yükseltmek için cisimlere verilmesi gereken enerji miktarları farklıdır. Örneğin, 1 kg suyun sıcaklığını 1 °C yükseltmek için gerekli enerji miktarı 4186 Joule'dür. Oysa 1 kg'lık bir bakır kütleinin sıcaklığını 1 °C yükseltmek için gerekli enerji miktarı yalnızca 387 Joule'dür. İş yapılmaksızın bir cisme enerji verildiğinde cisimlerin sıcaklıkları artar. Isı kapasitesi (*ısı sığası*), bir maddenin sıcaklığını sabit basınç altında 1 °C artırmak için gerekli olan ısı miktarıdır ve

$$C_p = \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_p \quad (2.1)$$

ifadesi ile genelleştirilir. Bu ifadede ∂H entalpi değişimi, ∂T ise sıcaklık değişimidir. SI birim sisteminde ısı kapasitesi birimi J/K'dir.

Isı kapasitesi, numunenin birim molü için hesaplanırsa '*molar ısı kapasitesi*' olarak adlandırılır, birimi J/mol K olur.

Isı kapasitesi, numunenin birim kütlesi için hesaplanırsa '*spesifik ısı kapasitesi* veya *öz ısı*' olarak adlandırılır, birimi J/g K olur.

Isı kapasitesi, numunenin birim hacmi için hesaplanırsa '*hacimsel ısı kapasitesi*' olarak adlandırılır, birimi J/mL K olur.

Bir cisme Q ısı verildiğinde, cismin sıcaklığı ΔT kadar değişir. O zaman,

$$Q = C \Delta T \quad (2.2)$$

olur. Buradaki C ısı kapasitesidir. Herhangi bir cismin öz ısısı (c) ise cismin kütlesi ile orantılıdır. Bu nedenle, öz ısıyı, birim kütle başına düşen ısı kapasitesi olarak tanımlamak doğru olur. Öz ısı, malzemelerin ısıya karşı duyarlılığının bir ölçüsüdür.

$$c = \frac{Q}{m \Delta T} \quad (2.3)$$

bu ifadeye *spesifik ısı kapasitesi* veya *öz ısı* adı verilir. Bu tanıma göre m kütleli bir madde ile, bu maddenin çevresi arasında oluşan ısı (Q) transferi, sıcaklık değişimi ΔT olmak üzere,

$$Q = m c \Delta T \quad (2.4)$$

olarak ifade edilir. Bir maddeye ısı verildiğinde hem Q hem de ΔT pozitif alınır. Maddenin sıcaklığı yükselir ve sisteme ısı akışı olur. Sıcaklık azalırken Q ve ΔT negatif olur ve sistemden enerji çıkar.

Maddelerin öz ısıları sıcaklıkla değişir. Ancak sıcaklık aralığı çok büyük değilse, sıcaklık değişimi ihmal edilebilir ve c sabit alınabilir. Örneğin, suyun öz ısısı atmosfer basıncı altında 0 °C ile 100 °C arasında % 1'lik bir değişim gösterir. Cisimlerin ısı kapasiteleri ölçümlerinde elde edilen değerlerin deney şartlarına bağlı olduğu da görülür. Genellikle, sabit basınç altında ölçülen değerler, sabit hacim altında ölçülen değerlerden farklıdır. Katı ve sıvılarda, bu iki değer arasındaki fark, genellikle % 1-3 mertebesinde. Gazların ise sabit basınç altındaki ısı kapasitesi

değerleri ile sabit hacim altındaki ısı kapasitesi değerleri arasında büyük farklar vardır. Tablo 2.1’de 25°C ve atmosfer basıncı altında çeşitli maddelerin öz ısı değerleri verilmiştir.

Tablo 2.1. Bazı Malzemelerin 25°C’deki Öz Isıları [11-13]

Madde	Öz Isı (Cal/g °C)
Altın	0,031
Alüminyum	0,215
Bakır	0,092
Berilyum	0,436
Bor	0,309
Demir	0,108
Germanyum	0,077
Gümüş	0,056
Kadmiyum	0,055
Kobalt	0,101
Kurşun	0,031
Nikel	0,105
Silikon	0,168
Pirinç	0,092
Cam	0,200
Buz (-15 °C)	0,478
Su (+15 °C)	1,000
Buhar (+100 °C)	0,480
Benzen	0,415
Etil Alkol	0,586
Gliserin	0,576
Civa	0,033
Odun	0,410
Mermer	0,210
İnsan Vücudu (~37 °C)	0,830

Tabloda verilen değerler atmosfer basıncı altında ve oda sıcaklığında ölçülen değerlerdir. Tablo 2.1’de de görüleceği gibi suyun öz ısısı diğer maddelere göre çok yüksektir.

Birçok kalorimetre çeşidi ile numunelerin termal analizleri yapılabilmektedir. DSC ile termal analiz yaparak ısı kapasitesi ve öz ısıyı ölçmek için birçok metot vardır.

20. Yüzyılın başlarından itibaren gelişen bilimle beraber sanayinin gelişmesi yeni maddelere olan ihtiyacı daha da artırmıştır. Bu ihtiyaç arayışında malzemelerin termal özelliklerinden biri olan ısı kapasitesinin araştırılması bilim adamlarının ilgisini çekmektedir. Her malzemenin ısıya karşı hassasiyetinin farklı olduğu gerçeği bu arayışın tetikleyicisi olmuştur. Isı kapasitesiyle ilgili teorik araştırmalarda bilim adamları üç farklı model geliştirmişlerdir. Bu modeller aşağıda özetlenmiştir.

2.1.1. Klasik Model

Bu güne kadar geliştirilmiş olan teorik ısı kapasitesi modellerinin ilki Klasik Model'dir. Klasik modele göre katıdaki her atom bulunduğu yere harmonik bir kuvvetle bağlıdır. Katı ısıtıldığında atomlar konumları civarında E enerjisi ile titreşirler. Verilen bir T sıcaklığında, enerjisi E ile $E + dE$ arasındaki bir modun uyarılma ihtimali [14-17]

$$e^{-E/k_B T} dE \quad (2.5)$$

ile verilir. Her moda eşlik eden ortalama enerji ifadesi lineer harmonik osilatörün toplam enerji ifadesine bağlı olarak;

$$E(P_x, x) = \frac{P_x^2}{2m} + \frac{1}{2}k x^2 = \frac{P_x^2}{2m} + \frac{1}{2}m \omega^2 x^2 \quad (2.6)$$

olur. Burada m kütle, k kuvvet sabitidir. Burada $\langle E \rangle$ ifadesi enerjinin beklenen değeridir ve

$$\langle E \rangle = \frac{\int_{-\infty}^{\infty} E f dP_x dx}{\int_{-\infty}^{\infty} f dP_x dx} \quad (2.7)$$

ile verilir. E 'nin değeri belirlidir ve f faz uzayında $dP_x dx$ hacim elemanında E enerjisine sahip kaç tane osilatörün bulunduğunu gösteren dağılım fonksiyonudur ve

$$f = C_0 e^{E/kT} \quad (2.8)$$

ile verilen Maxwell-Boltzmann fonksiyonudur. (2.6) ve (2.8) eşitlikleri, (2.7)'de yerine yazılırsa; $\langle E \rangle$ ifadesi

$$\langle E \rangle = \frac{\left[\frac{C_0}{2m} \int_{-\infty}^{\infty} P_x^2 + (m(wx))^2 \right] e^{-\frac{(P_x^2 + m(wx)^2)}{2mk_B T}} dP_x dx}{C_0 \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{(P_x^2 + m(wx)^2)}{2mk_B T}} dP_x dx} \quad (2.9)$$

Eşitlik düzenlenirse;

$$\langle E \rangle = \frac{\int_0^{\infty} \frac{P_x^2}{2m} e^{-\frac{P_x^2}{2mk_B T}} dP_x dx \int_0^{\infty} e^{-\frac{m(wx)^2}{2k_B T}} dx + \int_0^{\infty} \frac{1}{2} m(wx)^2 e^{-\frac{m(wx)^2}{2k_B T}} dx \int_0^{\infty} e^{-\frac{P_x^2}{2mk_B T}} dP_x}{\int_0^{\infty} e^{-\frac{P_x^2}{2mk_B T}} dP_x \int_0^{\infty} e^{-\frac{m(wx)^2}{2k_B T}} dx} \quad (2.10)$$

Burada bazı sınırlı integrallerden yararlanarak denklemini sadeleştirirsek;

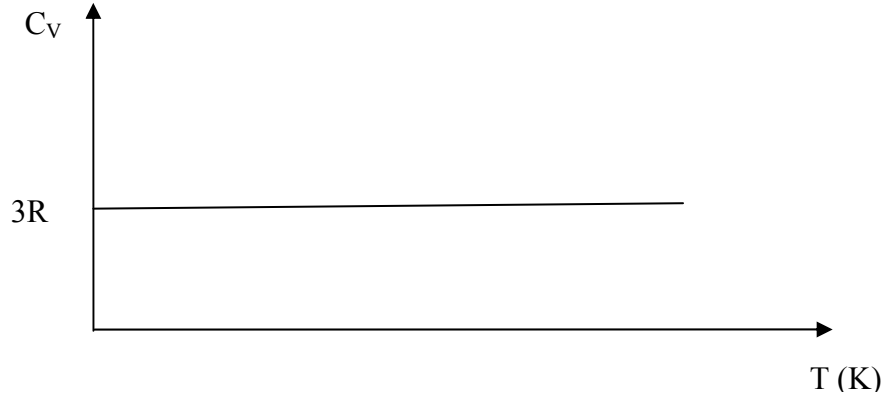
$$\int_0^{\infty} e^{-\alpha x^2} dx = \frac{1}{2} \left(\frac{\pi}{\alpha} \right)^{1/2} \quad \text{ve} \quad \int_0^{\infty} x^2 e^{-\alpha x^2} dx = \frac{1}{4} \left(\frac{\pi}{\alpha} \right)^{1/2} \quad (2.11)$$

$$\langle E \rangle = \frac{\frac{k_B T}{4} (2\pi mk_B T)^{1/2} \frac{1}{2w} \left(\frac{2\pi k_B T}{m} \right)^{1/2} + \frac{k_B T}{4} \left(\frac{2\pi k_B T}{m} \right)^{1/2} \frac{1}{2} (2\pi mk_B T)^{1/2}}{\frac{1}{2} (2\pi mk_B T)^{1/2} \frac{1}{2w} \left(\frac{2\pi k_B T}{m} \right)^{1/2}} = k_B T \quad (2.12)$$

şeklinde elde edilir. Buradan N tane atomdan oluşan örgünün üç boyutlu uzaydaki toplam enerjisi; $U = 3N\langle E \rangle = 3Nk_B T$ olur. Sabit hacimdeki ısı kapasitesi ise;

$$C_V = \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_V = 3Nk_B = 3R \quad (2.13)$$

olarak bulunur. Klasik modelde elde edilen ısı kapasitesi sabit ve sıcaklıktan bağımsız olup Şekil 2.1.'de verilmiştir.



Şekil 2.1. Klasik Modelde Isı Kapasitesinin Sıcaklıkla Değişimi

Klasik model tarafından bulunan ısı kapasitesi değerleri elde edilen deneysel verilerle yüksek sıcaklık bölgesinde uyuşmakta ancak düşük sıcaklıklarda uyuşmamaktadır.

2.1.2. Einstein Modeli

Klasik modelin eksik olan yanı, harmonik osilatörün enerji durumlarını sürekli kabul etmesidir. Bu hesaplamalarda kuantum teorisine uymak için faz uzayındaki integraller yerine osilatörün izinli enerji halleri üzerindeki toplamların alınması gerekir. Bir lineer harmonik osilatörün n 'inci durumunun enerjisi [15-17,19-20];

$$E_n = \left(n + \frac{1}{2} \right) \hbar \omega \quad (2.14)$$

Einstein; bütün osilatörlerin aynı ω_0 frekansında titreştiklerini kabul ederek ısı kapasitesini incelemiştir. Bu kabul hesaplamaları basitleştirir ve her osilatörün ortalama enerjisi;

$$\langle E \rangle = \frac{\sum E_n C_o e^{-\frac{E_n}{k_B T}} \sum \left(n + \frac{1}{2} \right) \omega_0 \hbar e^{-\left(n + \frac{1}{2} \right) \frac{\omega_0 \hbar}{k_B T}}}{\sum C_o e^{-\frac{E_n}{k_B T}} \sum \left(n + \frac{1}{2} \right) \frac{\omega_0 \hbar}{k_B T}} \quad (2.15)$$

$$\langle E \rangle = \frac{e^{-\frac{w_0 \hbar}{2k_B T}} \sum \left(n + \frac{1}{2} \right) w_0 \hbar e^{-\frac{nw_0 \hbar}{k_B T}}}{e^{-\frac{w_0 \hbar}{2k_B T}} \sum e^{-\frac{nw_0 \hbar}{k_B T}}} \quad (2.16)$$

$$\langle E \rangle = \frac{w_0 \hbar}{2} + \frac{w_0 \hbar \sum n e^{-\frac{nw_0 \hbar}{k_B T}}}{\sum e^{-\frac{nw_0 \hbar}{k_B T}}} = \frac{w_0 \hbar}{2} + w_0 \hbar \langle n \rangle \quad (2.17)$$

olarak verilir. (2.17) eşitliğinde verilen $\langle n \rangle$ büyüklüğü, T sıcaklığında uyarılan w_0 frekanslı osilatörlerin ortalama sayısıdır. Fonon sayısı $\langle n \rangle$, fonon sayısının hesabı ise birkaç yolla şu şekilde hesaplanabilir:

a) $x = -\frac{w_0 \hbar}{k_B T}$ olmak üzere;

$$\langle n \rangle = \frac{\sum_{n=0}^{\infty} n e^{nx}}{\sum_{n=0}^{\infty} e^{nx}} = \frac{e^x + e^{2x} + e^{3x} + \dots}{1 + e^x + e^{2x} + e^{3x} + \dots} = \frac{d}{dx} \ln(e^x + e^{2x} + e^{3x} + \dots)$$

$$\langle n \rangle = \frac{d}{dx} \ln(1 - e^x)^{-1} = \frac{e^x}{1 - e^x} = \frac{1}{e^{-x} - 1} = \frac{1}{e^{\left(\frac{w_0 \hbar}{k_B T}\right)} - 1} \quad (2.18)$$

b) $x = e^{-\frac{w_0 \hbar}{k_B T}}$ olmak üzere ;

$$\langle n \rangle = \frac{\sum_{n=0}^{\infty} n x^n}{\sum_{n=0}^{\infty} x^n} = \frac{x \sum_{m=0}^{\infty} m x^{m-1}}{\sum_{m=0}^{\infty} x^m} = x \frac{d}{dx} \left(\ln \sum_{m=0}^{\infty} x^m \right) \text{ olur.}$$

$$\left(\sum_{m=0}^{\infty} x^m \right) = 1 + x + x^2 + x^3 + \dots = \frac{1}{1 - x}$$

$$\langle n \rangle = x \frac{d}{dx} \left[\ln(1 - x)^{-1} \right] = \frac{x}{1 - x} = \frac{1}{x^{-1} - 1} = \frac{1}{e^{\left(\frac{w_0 \hbar}{k_B T}\right)} - 1} \quad (2.19)$$

c) $x = e^{-\frac{w_0 \hbar}{k_B T}}$ olmak üzere; $\langle n \rangle = \frac{\sum_{n=0}^{\infty} n x^n}{\sum_{n=0}^{\infty} x^n} = x \frac{d}{dx} \frac{\sum_{n=0}^{\infty} x^n}{\sum_{n=0}^{\infty} x^n}$ olur.

$\left(\sum_{m=0}^{\infty} x^m \right) = 1 + x + x^2 + x^3 + \dots = \frac{1}{1-x}$ bu denklemden yararlanarak elde edilen fonon sayısı;

$$\langle n \rangle = \frac{x}{(1-x)^2} = \frac{x}{(1-x)} = \frac{1}{e^{\left(\frac{w_0 \hbar}{k_B T}\right)} - 1} \quad (2.20)$$

Fononlar, Bose-Einstein dağılımına uyarlar. Her osilatörün T sıcaklığındaki ortalama enerjisi [14,21-22];

$$\langle E \rangle = \frac{w_0 \hbar}{2} + \frac{w_0 \hbar}{e^{\frac{w_0 \hbar}{k_B T}} - 1} \quad (2.21)$$

olarak bulunur. N atomlu üç boyutlu bir örgü için termal enerjinin Einstein modeline göre ifadesi,

$$U = 3N \langle E \rangle = \frac{3}{2} N w_0 \hbar + \frac{3N w_0 \hbar}{e^{\left(\frac{w_0 \hbar}{k_B T}\right)} - 1} \quad (2.22)$$

ve termal enerjiye bağlı ısı kapasitesi ifadesi ise;

$$C_V = \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_V = 3Nk \left(\frac{w_0 \hbar}{kT} \right)^2 \frac{e^{\frac{w_0 \hbar}{k_B T}}}{\left(e^{\frac{w_0 \hbar}{k_B T}} - 1 \right)^2} \quad (2.23)$$

olur. Einstein sıcaklığı olarak; $k_B \theta_E = w_0 \hbar$ bağıntısını sağlayan θ_E değerinin tanımı uygun olmaktadır. O halde örgünün ısı kapasitesi [16-18,21].

$$C_V = 3Nk_B \left(\frac{\theta_E}{T} \right)^2 \frac{e^{\frac{\theta_E}{T}}}{\left(e^{\frac{\theta_E}{T}} - 1 \right)^2} \quad (2.24)$$

şeklinde yazılabilir.

Yüksek sıcaklıklarda $T \gg \theta_E$ ise $e^{\frac{\theta_E}{T}} \approx 1 + \frac{\theta_E}{T}$ alınabileceğinden;

$$C_V \approx 3Nk_B \left(\frac{\theta_E}{T} \right)^2 \frac{1}{\left(\frac{\theta_E}{T} \right)^2} = 3Nk = 3R \quad (2.25)$$

Bu sonuç klasik modelin yüksek sıcaklık limitleriyle uyum içerisindedir.

Alçak sıcaklıklarda ise (2.24) eşitliği $e^{\frac{\theta_E}{T}} \gg 1$

$$C_V \approx 3Nk_B \left(\frac{\theta_E}{T} \right)^2 e^{-\theta_E/T} \quad (2.26)$$

Son bağıntı $T \rightarrow 0$ yaklaştırıldığında klasik modele göre gerçek katıların durumunu belirlemede bir ilerleme demektir. Bu modelde alçak sıcaklıklarda C_V 'nin T sıcaklığına üstel bağlandığını gösterip gerçek yalıtkan katılarda geçerli olan T^3 kanununu vermediğinden dolayı doğru değildir. Bu sonuç teorik modelin bir miktar daha geliştirilmesi gerektiğini göstermektedir.

2.1.3. Debye Modeli ve Metallerdeki Özgül Isıya Elektronik Katkı

Debye modeli, N atomlu bir örgüde $3N$ normal titreşim modu bulunduğu esasına dayanmaktadır. Bu durumda lineer zincirdeki atomik yer değiştirmeler ayrı ayrı göz önüne alınmayıp, sistem bütün olarak normal mod problemi şeklinde incelenir. Debye, Einstein modelindeki tek harmonik osilatör frekansı yerine; sıfırdan bir

maksimum veya w_D kesilme frekansına kadar olan frekans aralığını göz önüne almıştır. $w + dw$ frekans aralığının ısı kapasitesine katkısı;

$g(w)$, hallerin yoğunluğu olmak üzere

$$dU = \langle E(w) \rangle g(w) \quad (2.27)$$

olur. Bu bağıntı k cinsinden yazılırsa;

$$dU = \langle E(k) \rangle g(k) \frac{dk}{dw} dw \quad (2.28)$$

olacaktır. Buradaki $\frac{dk}{dw}$ dispersiyon bağıntısından hesaplanabilir. Hallerin yoğunluğu

$g(k) = \frac{L^3 k^2}{2\pi^2}$ ile verilir. Genellikle bir hal için birisi boyuna, ikisi enine olmak üzere

üç polarizasyon vardır. Bundan dolayı $g(k)$ 'nin bulunan değeri ilk olarak üç ile çarpılmalıdır:

$$g(k) = 3 \frac{L^3 k^2}{2\pi^2} \quad (2.29)$$

Debye dispersiyon eğrisi için basitleştirici bir yol izlemiştir. $w(k)$ 'nin sinüzoidal olmayıp, sinüzoidal eğrinin uzun dalga boyundaki teğeti doğrultusunda bir eğri olarak almıştır. Bu ise;

$$wk = v_0 k \quad (2.30)$$

olarak kabul etmek demektir. Burada v_0 uzun dalga boyları için esas ses hızıdır. k uzayında yarıçapı k_D olan küre içinde $3N$ mod bulunmaktadır. Burada k_D , yüksek kesilme frekansı değeri olan w_D 'ye tekabül eden dalga vektörüdür. Moda ait hacim:

$$\left[\frac{2\pi}{L} \right]^3 = \frac{8\pi^3}{V} \quad (2.31)$$

olarak bulunduğu hatırlanırsa ve polarizasyon halleri için üç çarpanı ilave edilirse her moda ait hacim ise

$$\frac{8\pi^3}{3V} \quad (2.32)$$

olacaktır. Bu modlara ait hacimlerden yola çıkarak: $\frac{4}{3}\frac{\pi k_D^3}{8\pi^3} = 3N$ ve $k_D^3 = \frac{6\pi^2 N}{V}$ elde

edilir.

$$w_D = v_0 k_D = V_0 \left(\frac{6\pi^2 N}{V} \right)^{1/3} \quad (2.33)$$

w_D 'yi hesaplamak için diğer bir yol hallerin yoğunluğu fonksiyonundan yararlanmaktır. Buna göre modların toplam sayısı:

$$3N = \int_0^{w_D} g(w)dw = \int_0^{w_D} g(k) \frac{dk}{dw} dw \quad (2.34)$$

Eşitlik (2.29) ve (2.30)'dan yararlanarak $g(w)$ ifadesi:

$$g(w) = g(k) = \frac{dk}{dw} = \frac{3k^2 V}{2\pi v_0} = \frac{3Vw^2}{2\pi^2 v_0^3} \quad (2.35)$$

olacaktır. (2.34) eşitliğini, (2.33) eşitliğinde yerine yazalım:

$$3N = \frac{3V}{2\pi^2 v_0^3} \int_0^{w_D} w^2 dw = \frac{Vw_D^3}{2\pi^2 v_0^3} \quad (2.36)$$

Bir katının Debye modeline göre toplam örgü enerjisi;

$$U = \int_0^{w_D} \langle E \rangle g(w)dw = \int_0^{w_D} \left[\frac{\hbar w}{2} + \frac{\hbar w}{e^{k_B T} - 1} \right] \left[\frac{3Vw^2}{2\pi^2 v_0^3} \right] dw \quad (2.37)$$

$$U = \left[\frac{3V\hbar}{4\pi^2 v_0^3} \right] \int_0^{w_D} w^3 dw + \left[\frac{3V\hbar}{2\pi^2 v_0^3} \right] \int_0^{w_D} \frac{w^3}{e^{\frac{\hbar w}{k_B T}} - 1} dw \quad (2.38)$$

Burada osilatör başına enerji olarak verilen $\langle E \rangle = \frac{\hbar w_0}{2} + \frac{\hbar w_0}{e^{\frac{\hbar w}{k_B T}} - 1}$ bağıntısı ile belirli

olan Einstein değeri kullanılmıştır.

Birinci integral hesaplanır ve eşitlik (2.33) bağıntısından yararlanılırsa toplam enerji ifadesi [23]:

$$U = \frac{9}{8} N \hbar w_D + \frac{9 N \hbar}{w_D^3} \int_0^{w_D} \frac{w^3}{e^{\frac{\hbar w}{k_B T}} - 1} dw \quad (2.39)$$

olarak elde edilir. (2.39) ifadesindeki birinci terim U_0 ile gösterilir ve sıfır noktası enerjisi adını alır. İkinci terim ise fonon enerjisidir. Yeni bir değişken olarak; $x = \frac{\hbar w}{k_B T}$, $w = \frac{k_B T}{\hbar} x$ ve $dw = \frac{k_B T}{\hbar} dx$ alınır, toplam enerji [14-17,21-22,];

$$U = \frac{9}{8} N n w_D + \frac{9 N (k_B T)^4}{w_D^3 n^3} \int_0^{x_D} \frac{x^3}{e^x - 1} dx \quad (2.40)$$

şeklinde elde edilir. Burada θ_D Debye sıcaklığıdır. $n w_D = k \theta_D$ olursa toplam enerji ifadesi:

$$U = \frac{9}{8} N k_B \theta_D + 9 N k_B \frac{T^4}{\theta_D^3} \int_0^{\theta_D / T} \frac{x^3}{e^x - 1} dx \quad (2.41)$$

Eğer V ve ν_0 'ın sıcaklığa bağılıkları ihmal edilirse θ_D , T 'ye bağlı olmaz [15]. Debye ısı kapasitesi (2.37)'de integre edilerek ve sıcaklığa göre türevi alınarak hesaplanabilir:

$$C_V = \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_V = \frac{9 N \hbar}{w_D^3} \int_0^{w_D} \left[\frac{- w^3 e^{\frac{\hbar w}{k_B T}} \left[\frac{\hbar w}{k_B T^2} \right]}{\left(e^{\frac{\hbar w}{k_B T}} - 1 \right)^2} \right] dw \quad (2.42)$$

$$C_V = \frac{9N\hbar}{w_D^3 k_B T^2} \int_0^{w_D} \frac{w^4 e^{\frac{\hbar w}{k_B T}}}{\left(e^{\frac{\hbar w}{k_B T}} - 1 \right)} dw \text{ elde edilir. Burada } w_D^3 = v_0^3 \left(\frac{6\pi^2 N}{V} \right) \text{ dir.}$$

Önceden elde edilen; $x = \frac{\hbar w}{k_B T}$, $\hbar w_D = k_B \theta_D$ yerine yazılırsa

$$C_V = 9Nk_B \left(\frac{T}{\theta_D} \right)^3 \int_0^{\theta_D/T} \frac{x^4 e^x}{(e^x - 1)^2} dx \quad (2.43)$$

$T \gg \theta_D$ olacak kadar yüksek sıcaklıklarda $e^x \approx 1 + x$ alınabilir ve C_V ifadesi:

$$C_V = 9Nk_B \left(\frac{T}{\theta_D} \right)^3 \int_0^{\theta_D/T} \frac{x^4 (x+1)}{x^2} dx = 3Nk_B \quad (2.44)$$

elde edilir.

$T \ll \theta_D$ alçak sıcaklıklarda enerji ifadesinin üst limiti “ ∞ ” alınabilir [24].

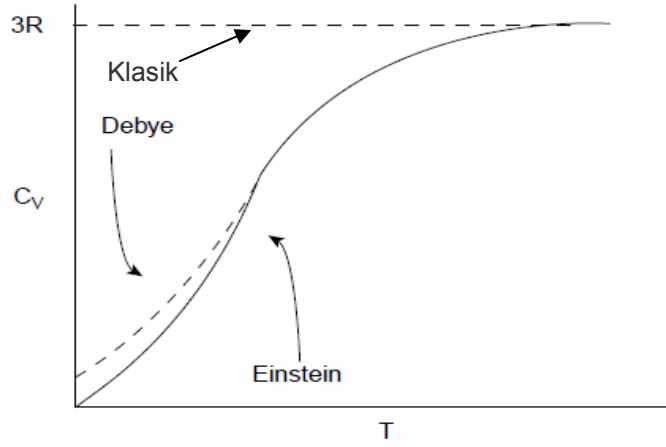
$$C_V = 9Nk_B \left(\frac{T}{\theta_D} \right)^3 \int_0^\infty \frac{x^3}{e^x - 1} dx \Leftrightarrow \left[\int_0^\infty \frac{x^3}{e^x - 1} dx = \frac{\pi^4}{15} \right]$$

Bundan hareketle enerji denklemimiz; $U = \frac{9}{8} Nk_B \theta_D + \frac{3}{5} Nk_B \pi^4 \frac{T^4}{\theta_D^3}$ olur.

$$C_V = \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_V = \frac{12}{5} Nk_B \pi^4 \left[\frac{T}{\theta_D} \right]^3 \quad (2.45)$$

elde edilir. Bu bağıntı ‘*Debye T^3 Kanunu*’ adını alır. Yalıtkan katılarda çok alçak sıcaklıklarda elde edilen deneysel sonuçları doğrular.

Isı kapasitesi için geliştirilmiş olan Klasik, Einstein ve Debye modellerinin şematik olarak karşılaştırılması Şekil 2.2.’de gösterilmiştir.



Şekil 2.2. Klasik, Einstein ve Debye Isı Kapasitesi Modellerinin Karşılaştırılması [25]

1900'lü yıllarda Drude ve Lorentz, metallerdeki serbest elektronları Maxwell-Boltzmann istatistiği ile ele alıp bir çok fiziksel özelliği açıkladılar [22]. Ancak bu çalışma metallerin elektronik özgül ısısını vermiyordu. Eş bölüşüm teoremine göre elektronların her birinin ortalama iç enerjisi $\frac{3}{2}k_B T$ olacağından, özgül ısıda ek bir $\frac{3}{2}k_B$ 'lik katkı bulunması gerekir. Oysa alçak sıcaklıklarda gözlenen davranış;

$$C_V = aT + bT^3 \quad (2.46)$$

şeklinde olmaktadır. 1928 yılında Sommerfeld, Maxwell-Boltzmann istatistiği yerine ancak Fermi-Dirac istatistiği kullanılırsa, bu davranışın açıklanabileceğini gösterdi. Sommerfeld yaklaşımının ana fikri, her ne kadar valans elektronları serbest halle geçebiliyorsa da, Fermi-Dirac dağılımına göre,

$$E \approx k_B T_F \quad (2.47)$$

civarındaki dar bir aralıktaki elektronlar özgül ısıya katkıda bulunurlar. Daha alt enerji düzeyindeki elektronlar $\approx k_B T$ kadar bir enerji alarak gidebildikleri düzeyler dolu olduğundan uyarılmazlar. Elektronik özgül ısının Fermi-Dirac dağılımına göre nasıl hesaplandığını görelim: Fonon sayısı, elektron sayısı ve toplam iç enerjisi ifadeleri sırasıyla,

$$\langle n_r \rangle = \frac{1}{e^{\beta(E_r - \mu)}}$$

$$N = \sum_r \langle n_r \rangle$$

$$E = \sum_r E_r \langle n_r \rangle$$

Bu toplamları integrale dönüştürmek üzere durum yoğunluğu $D(w)$ ifadesi kullanılırsa;

$$N = \int_0^\infty \frac{D(w)dw}{e^{\beta(E-\mu)} + 1} = A \int_0^\infty \frac{E^{1/2}dE}{e^{\beta(E-\mu)} + 1} \quad (2.48)$$

$$E = \int_0^\infty \frac{ED(E)dE}{e^{\beta(E-\mu)} + 1} = A \int_0^\infty \frac{E^{3/2}dE}{e^{\beta(E-\mu)} + 1} \quad \text{ve} \quad A = \frac{V}{2\pi^2} \left(\frac{2m}{\hbar^2} \right)^{3/2} \quad (2.49)$$

olmak üzere; N integralini hesap edelim. Bu integralin analitik çözümü yoktur. Fakat alçak sıcaklıklarda kullanılmak üzere seri çözümleri bulunabilir. Genel yapıyı görmek için;

$$f(E) = \frac{1}{e^{\beta(E-\mu)} + 1} \quad \text{ve} \quad \begin{array}{l} g(E) = E^{1/2} \\ g(E) = E^{3/2} \end{array} \quad \text{fonksiyonları tanımlanırsa;}$$

$$I(T, \mu) = \int_0^\infty f(E)g(E)dE \quad (2.50)$$

yazılabilir. Bu ifadeye kısmi integrasyon uygularsak,

$$I(T, \mu) = \int_0^\infty f(E)g(E)dE = [f(E)G(E)]_0^\infty - \int_0^\infty f'(E)G(E)dE$$

$$f'(E) = -\frac{\beta e^{\beta(E-\mu)}}{(e^{\beta(E-\mu)} + 1)^2} \quad \text{ve} \quad G(E) = \int_0^\infty g(E')dE'$$

$$G(E) = \frac{2}{3} e^{2/3} \quad \text{veya} \quad G(E) = \frac{5}{2} e^{5/2} \quad (2.51)$$

$f(E)$, fonksiyonu μ civarındaki bir aralıkta değişir. Diğer yerlerde neredeyse sabittir. Buna bağlı olarak $f(E)$ 'nin türevi $E = \mu$ değerinde keskin bir maksimum gösterir ve dar bir aralıkta sıfırdan farklı olur. Bu özelliği kullanmak üzere boyutsuz x değişkenini tanımlayalım. $x = \beta(E - \mu) \rightarrow E = \mu + kTx$ ve $dE = kTdx$ olmak üzere;

$$I(T, \mu) = \int_{-\beta\mu}^{\infty} \frac{e^x}{(e^x + 1)^2} G(\mu + kTx) dx \quad (2.52)$$

yazılabilir. Bu defa integralin içindeki ifade $x \approx 0$ değeri civarında sıfırdan farklı olacaktır. O halde integralin alt sınırındaki $-\beta\mu = -\frac{\mu}{kT}$ değerini eksi sonsuza uzatırsak, integralin değeri fazla değişmez.

$$I(T, \mu) = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{e^x}{(e^x + 1)^2} G(\mu + kTx) dx$$

Şimdi $G(\mu + kTx)$, fonksiyonunun küçük x değerleri için Taylor açılımı yaparsak;

$$G(\mu + kTx) \approx G(\mu) + G'(\mu)kTx + \frac{1}{2} G''(\mu)(kTx)^2 + \dots \quad (2.53)$$

$$I(T, \mu) = I_0 G(\mu) + I_1 G'(\mu)kTx + \frac{1}{2} I_2 G''(\mu)(kTx)^2 + \dots \quad (2.54)$$

Buradaki I_m integral tablolarından aşağıdaki şekilde bulunabilir,

$$I_0 = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{e^x}{(e^x + 1)^2} = 1$$

$$I_1 = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{xe^x dx}{(e^x + 1)^2} = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{xdx}{(e^x + 1)(e^{-x} + 1)} = 0$$

$$I_2 = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{x^2 e^x dx}{(e^x + 1)^2} = \frac{\pi^2}{3}$$

$$I(T, \mu) = G(\mu) + \frac{\pi^2}{6} G''(\mu)(kTx)^2 \quad (2.55)$$

elde edilir. Şimdi N ve E ifadelerini hesaplayalım. Önce $g(E) = E^{1/2}$ ve $G(\mu) = \frac{2}{3} \mu^{3/2}$ alınıp N seri ifadesi bulunur.

$$N = A \left[\frac{2}{3} \mu^{3/2} + \frac{\pi^2}{12} \mu^{-1/2} (k_B T)^2 + \dots \right] \quad (2.56)$$

buna benzer şekilde $g(E) = E^{3/2}$ ve $G(\mu) = \frac{2}{5} \mu^{5/2}$ için enerjinin seri açılım ifadesi;

$$E = A \left[\frac{2}{5} \mu^{5/2} + \frac{3\pi^2}{12} \mu^{1/2} (k_B T)^2 + \dots \right] \quad (2.57)$$

Burada $\frac{N}{A}$ oranını Fermi enerjisi cinsinden yazmak kolaylık sağlar.

$$\frac{N}{A} = \frac{N}{\frac{V}{2\pi^2} \left(\frac{2m}{\hbar^2} \right)^{3/2}} = \frac{2}{3} E_F^{3/2} \quad (2.58)$$

Buna göre E_F seri ifadesi şöyle yazılabilir;

$$E_F^{3/2} = \mu^{3/2} \left[1 + \frac{\pi^2}{8} \left(\frac{k_B T}{\mu} \right)^2 + \dots \right] \quad (2.59)$$

Bu seri ifadesini tersine çevirip, μ değerini E_F ve T cinsinden yazmak ve bunu E ifadesinde kullanmak gerekir.

$$\mu = E_F \left[1 + aT^2 + bT^4 \right] \quad (2.60)$$

Şeklinde bir açılım öngörüp, seri ifadesinde kullanır ve benzer katsayılar eşitlenirse;

$$\mu = E_F \left[1 - \frac{\pi^2}{12} \left(\frac{T}{T_F} \right)^2 + \dots \right] \quad (2.61)$$

Bu ifadeyi enerji denkleminde yerine yazarsak iç enerji için seri ifadesi bulunur.

$$E = \frac{3}{5}NE_F \left[1 - \frac{5\pi^2}{12} \left(\frac{T}{T_F} \right)^2 + \dots \right] \quad (2.62)$$

Buradan sabit hacimdeki öz ısı hesap edilirse [14,17];

$$C_V = \left(\frac{\partial E}{\partial T} \right)_V = \frac{\pi^2}{2} Nk \left(\frac{T}{T_F} \right) + \beta T^3 = \alpha T + \beta T^3 \quad (2.63)$$

olur. Sonuç olarak Fermi düzeyi civarında dar bir enerji aralığındaki elektronların katkısını göz önüne alan Fermi-Dirac istatistiği metallerde elektronik özgül ısıyı doğru olarak verebilmektedir.

2.2. Metalik Alaşımların ve Metalik İnce Filmlerin Isı Kapasitelerinin ve Öz Isılarının Ölçülmesi ile İlgili Önceki Çalışmalar

Metalik alaşımların öz ısı ölçümleri ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır ve yapılmaya da devam edilmektedir. *Specific Heat, Metallic Elements and Alloys* (Öz Isı, Metalik Element ve Alaşımlar), birçok metalik alaşımların öz ısılarının sıcaklıkla değişimini bulabileceğimiz çok önemli bir el kitabıdır. Birinci bölümde öz ısı ölçümü teorisi ve ölçüm metotları hakkında detaylı bilgiler vardır. İkinci bölümde ise ikili, üçlü ve çoklu alaşımların öz ısılarının sıcaklıkla değişim grafikleri verilmiştir. Ayrıca bu grafikleri çizerken kullanılan veriler tablolar halinde de verilmiştir. Grafiklerde kritik bölgeler büyütülerek incelenmiştir. Ayrıca çok detaylı referans listeleri hazırlanmış ve literatür oluşturulmuştur [26]. *Measurement of the thermal capacity of solids by DSC* (DSC ile Katıların Isı Kapasitelerinin Ölçülmesi), SETARAM DSC III kalorimetre cihazıyla katı malzemelerin ısı kapasitelerinin ölçüm metotları üzerinedir. Çalışmada periyodik ısıtma ve sürekli ısıtma metotları incelenmiş ve karşılaştırılmıştır. Periyodik ısıtma metoduyla % 0.6 ve sürekli ısıtma metoduyla % 5 hata ile ölçümler yapılmıştır.

DSC ile metalik sistemlerin ısı kapasitelerinin ve öz ısılarının ölçümlerinin yapıldığı birçok çalışma mevcuttur. Şimdi bu çalışmalara bazı örnekler verelim:

Alüminyum oksit (corundum), bakır oksit ve demir oksit (magnetit) için ısı kapasiteleri rapor edilmiştir [27]. $MgCNi_3$ ve $(Mg_{0,85}Zn_{0,15})CNi_3$ alaşımlarına 9 Tesla'ya kadar manyetik alan uygulayarak çok düşük sıcaklıklarda ($0,5K < T < 10K$) öz ısıları ölçülmüştür. Alaşıma Zn safsızlıkları katıldığında $(Mg_{0,85}Zn_{0,15})CNi_3$

alaşımının kristallenme sıcaklığının düştüğü ve öz ısısının da süperiletkenlerde olduğu gibi sabit kaldığı görülmüştür. Her iki numune için de T_c verilerinin özdeş olarak elde edildiği tespit edilmiştir [28]. Yüksek sıcaklık Calvet mikroklorimetresi kullanılarak 335 K-826 K sıcaklık aralığında $Cs_2Cr_2O_7$ nin entalpi değişimi belirlenmiştir. $(620,5 \pm 1,5 \text{ K})$ sıcaklığında bir katı-katı geçişi gözlenmiş ve erime sıcaklığı da $(657,0 \pm 1 \text{ K})$ olarak tespit edilmiştir. Bu durumlar için entalpi değerleri $(15,6 \pm 0,2) \text{ kJ/mol}$ ve $(170 \pm 0,22) \text{ kJ/mol}$ olarak belirlenmiştir. Ayrıca molar ısı kapasiteleri, standart entropileri ve serbest enerji fonksiyonları da bulunmuştur. Entalpi değişimleri polinomlara fit edilmiş ve bu polinom denklemleri verilmiştir [29]. Otomatik-dijital kontrollü Tian-Calvet ısı akış kalorimetresi kalibre edilerek 85 K-290 K sıcaklık aralığında sentetik safir numunesi kullanılmış ve ısı kapasitesi ve erime entalpisi ölçülmüştür. Ölçümler 85 K-100 K arasında % 1,5 doğrulukla, 100 K üzerinde ise % 1 doğrulukla yapılmıştır [30]. Sr ve Ba bileşiklerinin ısı kapasiteleri DSC yardımıyla 312 K-712 K aralığında ölçülmüştür. Ölçülen ısı kapasitesi değerleri standart entropi hesaplamasında kullanılmıştır. Isı kapasitelerinin polinom ifadeleri de elde edilmiştir [31]. Sıcaklık kontrollü DSC ile Zr ve Mg tabanlı metalik camların termal özellikleri incelenmiştir. Numunelerin özellikle camsı geçiş ve kristalizasyonu üzerinde durulmuştur [32].

İnce film teknolojisinin gelişmesi ve birçok alanda uygulanmaya başlanması, ince filmlerin çalışma alanını genişletmiştir. İnce filmlerin manyetik, elektrik ve termal özelliklerinin araştırılması, bu gelişmeye bağlı olarak her geçen gün daha da kapsamlı yapılmaktadır. Çünkü günümüz teknolojisi küçük boyutlu ve çok hızlı çalışan araçlardan oluşmaktadır. İnce filmler de bu araçların oluşturulmasında kullanılan malzemelerin önemli bir bölümünü oluşturmaktadır. İnce filmlerle ilgili yapılan bazı çalışmalar aşağıda verilmiştir.

İnce filmlerin ısı kapasitelerinin ve öz ısılarının ölçümleri ile ilgili bazı çalışmalar aşağıda verilmiştir:

Kadmiyum Sülfür, Çinko Sülfür ve Çinko Selenür ince filmleri Kimyasal Depolama Yöntemi ile cam alt tabanlar üzerine depolanmıştır. Bu filmlerin optiksel, yapısal ve elektriksel özellikleri, hava ve azot ortamında farklı sıcaklıklarda tavlamanın bu

özellikler üzerindeki etkileri XRD, SEM, EDX ve 4'lü Prob Yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Tavlamayla filmlerin yasak enerji aralığının ve direncinin azaldığı; tanecik büyüklüğünün ve iletkenliğin arttığı gözlenmiştir [33]. Vanadium (V) Oxytriisopropoxide ve Tantalum (V) Ethoxide başlangıç maddeleri ile sol-jel daldırma ve döndürme yöntemi kullanılarak ince filmler hazırlanmıştır. Kaplamaların geçirgenlik ölçümlerini NKD 7000 cihazı s ve p polarize elektromanyetik dalga ile 300 nm - 1000 nm dalga boyları arasında yapılmıştır. Yüzey morfolojileri SPM9500J3 Shimatzu cihazı ile alınan tapping mode AFM ölçümleri ile karakterize edilmiştir [34]. Elektriksel kaplama metodunun avantajlarından yararlanılarak, iyi optik ve elektriksel özellikler gösteren CdS ince filmleri üretilmiştir. CdS ince filmleri, tutucu etkisini gözlemlemek için cam tutucular üzerine de üretilmiştir. Çeşitli sıcaklıklar ve kaplama sürelerinde üretilmiş ince filmlerin yapısal ve optik özelliklerinin belirlenmesinde EDX ekipmanlı Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM-EDX), X-Işını Kırınım Cihazı (XRD) ve Ultraviyole ve Görünür Işık Absorpsiyon Spektroskopisi (UV-Vis) kullanılmıştır [35]. X -ışını toz kırınım desenlerinden, elde edilen $Cd_{1-x}In_xS$ ince filmlerinin kristal sistemlerinin kübik, tetragonal, hegzagonal, ortorombik ve monoklinik olduğu belirlenmiştir. Elde edilen $Cd_{1-x}In_xS$ yüzey topografları Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ile çekilmiş ve incelenmiştir [36]. Bu çalışmada Cu_xS/CdS güneş pillerinin özellikleri, hücreyi etkileyen çeşitli faktörler, bozulma mekanizmaları ve hücreden elde edilebilecek gücün bir ölçüsü olan dönüştürme verimleri incelenmiştir. Bu tip bir yapı ve bölgesel ışınma değerleri için, belirli yaklaşımlar altında, yapıdan sağlanabilecek verim değeri teorik olarak da hesaplanmıştır [37].

3. MATERYAL ve METOT

3.1. Numunelerin Hazırlanışı

Kesim 1.3.'te açıklandığı gibi ince film üretmek için genel olarak buharlaştırma, püskürtme, döküm ve kimyasal buharlaşma ile kaplama olmak üzere dört farklı teknik kullanılmaktadır. Günümüzde bu teknikler daha da geliştirilerek çalışma amacına yönelik üretimler yapılmaktadır.

Çok önceden kullanılmış olan püskürtme tekniğinde yüksek sıcaklığa gereksinim yoktur. Bu sebepten, yüksek sıcaklıkların istenmediği yerlerde ve buharlaşma sıcaklığı yüksek olan metallerin kaplanması için kullanılmaktadır. Püskürtme tekniğinde, basıncı düşük bir gaz içerisinde, belli uzaklıkta iki elektrot arasına bir yüksek gerilim uygulanmasıyla meydana gelen deşarjdan faydalanılmaktadır. Vakum odasının havası yaklaşık 10^{-4} mm-Hg basıncına kadar boşaltılır. Sisteme bir asal gaz (genellikle Argon) verilerek, basıncın 10^{-1} ile 10^{-2} mm-Hg civarında sabit tutulması temin edilir. Kaplanacak metal, levha halinde katoda, metal anot üzerine de yalıtkan taşıyıcılar yerleştirilir. Katot-anot arasına 1-4 kV gibi yüksek bir gerilim tatbik edilince, pozitif asal gaz iyonları hızla katoda çarpmaya başlarlar. Bu hızlı iyonlar katoda çarpınca, yüzeyin sıcaklığı yüksek sıcaklıklara çıkmakta ve buharlaşma meydana gelmektedir. Nötrleşmiş olarak katottan çıkan atomlar anoda doğru hızla hareket eder ve orada bulunan taşıyıcılar üzerinde yoğunlaşarak bir film tabakasının meydana gelmesi sağlanmış olur.

Bu çalışmada, vakum altında püskürtme tekniğini kullanarak üretilen ve 2,5 nm ve 5,0 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ ile kaplanmış SiO_2 tabanlı manyetik ince filmler kullanıldı. Numuneler, İngiltere'de Sheffield Üniversitesi İleri Manyetik Malzemeler Laboratuvarı'nda (Sheffield University, Centre for Advanced Magnetic Materials and Devices) üretilmiş olup Prof. Dr. M.R.J. Gibbs'in müsaadesi ile kullanılmıştır. Uzunluğu 50–60 mm genişliği 10 mm olan numuneler alt tabandan kesilerek alkol ve aseton ile temizlendi ve analizlere hazır hale getirildi.

3.2. EDAX (Enerji Dağılımlı X-Işını) Analizleri

EDAX analizleri enerji dağılımlı x-ışınlarının kantitatif olarak ölçülmesiyle yapılmaktadır. Geleneksel XRD analizlerinde numunelerin yapısal özellikleri aydınlatılırken, EDAX analizinde çalışılacak bölgeye odaklanılarak yüzeyden itibaren belli bir derinliğe kadar (yaklaşık 5 µm) elemental analiz yapılarak numunenin kimyasal kompozisyonu tespit edilmektedir. Bu nedenle özellikle ince film numunelerin yüzey kaplamalarında analiz sonuçlarının geçerliliği açısından EDAX verileri çok önemlidir. EDAX analizlerinde numunenin kompozisyon oranları ağırlıkça veya atomik olarak detaylı bir şekilde tespit edilebilmektedir.

Bu çalışmadaki EDAX analizleri Şekil 3.1.'de gösterilen EDAX NOVA Si 4.32 EDS sistemiyle Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvar'ında yapıldı.

3.3. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizleri

Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir.

Taramalı Elektron Mikroskobu, optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır. Optik kolon kısmında elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için yoğunlaştırma mercekleri, demeti numune üzerinde odaklamak için objektif merceği, bu merceğe bağlı çeşitli çapta aparatlar ve elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10^{-4} Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır. Görüntü sisteminde, elektron demeti ile numune girişimi sonucunda oluşan çeşitli elektron ve ışınları toplayan detektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune

yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır [38].

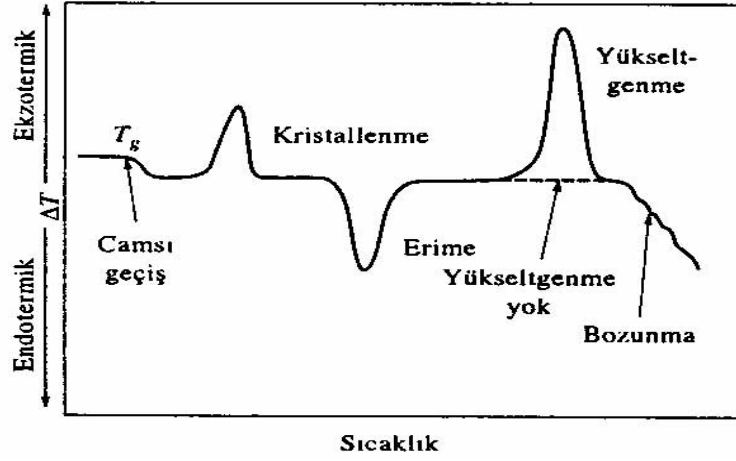
Bu çalışmadaki SEM analizleri Şekil 3.1.'de gösterilen QUANTA 400 FEG SEM sistemiyle Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvar'ında yapıldı.



Şekil 3.1. SEM ve EDAX Analiz Sistemleri

3.4. DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Analizleri

DTA yönteminde örnek ve referans madde arasındaki sıcaklık farkı izlenirken, DSC yönteminde örnek ve referansın sıcaklıklarının eşit olması sağlanır [39]. DSC, kararlı çevre şartlarında tutulan bir çift mikro-kalorimetreden ibarettir. Bunlardan biri incelenen örneğe, diğeri ise referans maddeye aittir. Örnek ve referans kalorimetrelerin ısıtıcıları elektrik güç ilavesi ile yaklaşık aynı programlanmış sıcaklıkta sabit tutulur. İki kalorimetreye bağlanmış güçler arasındaki fark, örnekteki enerji değişim hızını ölçer ve zamanın bir fonksiyonu olarak kaydeder. Malzemelere kontrollü sıcaklık programı uygulandığında oluşabilecek değişimleri gösteren diferansiyel termogram şeması Şekil 3.2'de verilmiştir [40].

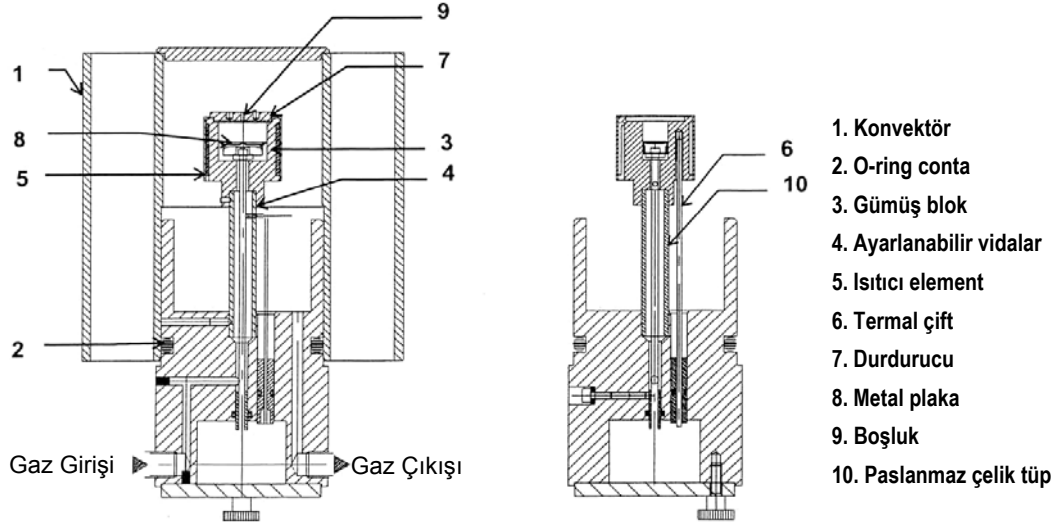


Şekil 3.2. Malzemelere Kontrollü Sıcaklık Programı Uygulandığında Oluşabilecek Değişimleri Gösteren Diferansiyel Termogram Şeması [40]

Numunelerimizin DSC analizlerinde kullandığımız SETARAM DSC 131 sistemi Şekil 3.3.'te, cihazın şematik gösterimi ve genel özellikleri ise Şekil 3.4.'te verilmiştir.



Şekil 3.3. SETARAM DSC 131 Sistemi



Şekil 3.4. SETARAM DSC 131 Cihazının Şematik Gösterimi

SETARAM DSC 131'in bazı önemli teknik özellikleri şöyledir: Diferansiyel taramalı kalorimetre cihazı ısı akışı (Head-Flux) tipindedir. Cihazın çalışma sıcaklık aralığı; -170°C ile $+700^{\circ}\text{C}$ arasındadır. Isı akış ölçüm aralığı: $-15\mu\text{V} < \text{drift} < 15\mu\text{V}$ 'dur. Isıtma hızı $0,001$ ile $100^{\circ}\text{C}/\text{dk.}$ arasında programlanabilir. Cihazda numune atmosferi olarak asal gaz (azot veya helyum), reaktif gazlar veya hava kullanılabilir. Bu gazların akış hızları cihazla birlikte verilecek gaz akış kontrol ünitesi vasıtasıyla ayarlanabilir. Cihazın sensör kısmında zamanla oluşacak kontaminasyonu düzenli olarak gidermek için otomatik temizleme programı bulunmaktadır. Cihazda -170°C sıcaklığa inebilmek için sıvı azot soğutma ünitesi bulunur. Cihaz, sıvı azot ile de 400°C den 0°C ye yaklaşık 3 dakikada, 400°C den -70°C ye ise yaklaşık 4,5 dakikada soğutmaktadır. Analiz bittikten sonra cihaz helyum taşıyıcı gaz ve cihazda bulunan soğutma ünitesi kullanılarak 500°C den 40°C ye 10 dakikada gelmektedir. Soğutma ünitesi kullanmadan 30 dakikada soğutmaktadır. Bunun için ekstra fan ve vantilatör sistemlerine ihtiyaç duyulmamaktadır. Cihazın tüm kontrolü ve veri işleme fonksiyonları interface ünitesi PC/yazıcı ve Windows XP altında çalışan yazılımıyla gerçekleştirilir. Cihaz bir analizi gerçekleştirirken önceden alınmış termograflar hafızadan çağrılarak veri manipülasyon işlemleri (multi taking) yapabilme imkanı verir. Sistem yazılımının rapor formatı tamamen kullanıcının istediği şekilde ayarlanabilir ve rapora Word, Excel gibi Windows nesnelere eklenebilir. Yazılımda

termogram üzerinde endotermik/ekzotermik reaksiyon, T_g noktası, erime noktası, kristalizasyon noktası, termal dekopozisyon gibi termal reaksiyonlar tespit edilip reaksiyon enerjileri ile reaksiyon sıcaklıkları termogram üzerinde gösterilebilmektedir. Yazılımda 1. ve 2. dereceden türev, zemin düzeltmesi, pürüzsüzleştirme ve farklı termogramların tek pencerede gösterilmesi gibi veri işlemleri yapabilir.

3.5. DSC ile C_p Ölçüm Metodları

DSC ile öz ısı ölçümü sürekli modda ve basamaklı modda yapılmaktadır. Bu metodlar da kendi içinde referanslı ve referanssız olarak ikiye ayrılmaktadır.

3.5.1. Sürekli Modda C_p Ölçümü

Sürekli ısıtma modu ile C_p ölçümü, DSC ile öz ısı elde edilmesinde en çok tercih edilen metoddur. Basit ve hızlı bir metoddur. Bu metotta; numuneli ve numunesiz olarak alınan veriler arasındaki fark analiz edilir. Kalorimetrelerin çoğu ve DSC yazılımları bu metod için uygundur. Sürekli ısıtma modu ile C_p ölçümü için iki ayrı seçenek vardır:

1. Referanssız - Sürekli Modda C_p Ölçümü
2. Referanlı - Sürekli Modda C_p Ölçümü

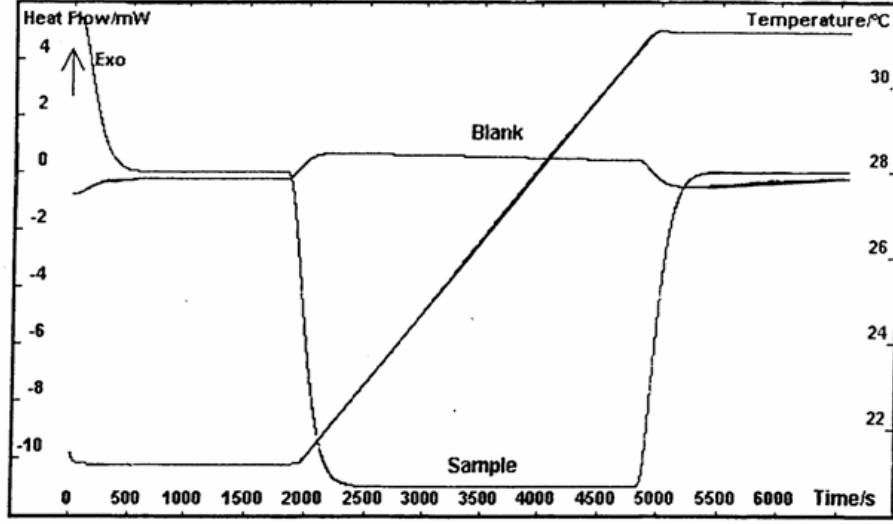
Bu metodları kısaca inceleyelim.

3.5.1.1. Referanssız - Sürekli Modda C_p Ölçümü

Referans madde kullanmadan sürekli modda C_p ölçümü yapabilmek için Şekil 3.5.'de görüldüğü gibi deneysel şartları hemen hemen aynı olan iki ayrı ölçüm alınır [41]:

1. DSC nin her iki kabı da BOŞ olan ölçüm
2. DSC nin bir kabı BOŞ, diğerinde NUMUNE olan ölçüm

Bu iki sinyal arasındaki fark, numunenin öz ısısı ile orantılıdır. Bu fark, DSC eğrilerinin kalibrasyonu ile direk olarak termal güce dönüştürülür.



Şekil 3.5. Referanssız - Sürekli Modda Isı Akışı - Sıcaklık Verileri [41]

Bu metod, safır gibi bir referans kullanmadan her bir sıcaklık değeri için direk olarak C_p değerini belirleme imkanı sağlar. Metod için önerilen formül,

$$C_p(T)_{\text{Num}} = \frac{HF_{\text{Num}} - HF_{\text{Boş}}}{\text{Hassasiyet}(T) \cdot \text{Kütle}_{\text{Num}} \cdot \frac{dT}{dt}} \quad (3.1)$$

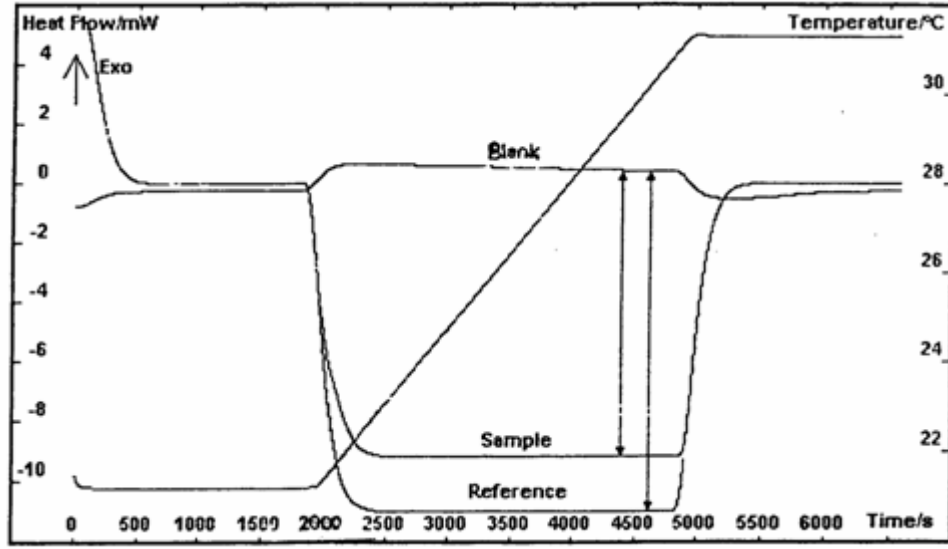
şeklindedir. Buradaki $C_p(T)_{\text{Num}}$ numunenin ilgili sıcaklıktaki öz ısısı, HF_{Num} numunenin ısı akışı değeri, $HF_{\text{Boş}}$ boş haznenin ısı akışı değeri, $\text{Hassasiyet}(T)$ DSC cihazının ilgili sıcaklıktaki hassasiyet katsayısı, $\text{Kütle}_{\text{Num}}$ numunenin kütlesi ve $\frac{dT}{dt}$ ise ısıtma hızıdır (β).

3.5.1.2. Referanslı - Sürekli Modda C_p Ölçümü

Referans numune kullanarak sürekli modda C_p ölçüm metodu standart numunelerle kalibre edilen cihazlar için geçerlidir. Bu tür kalibrasyonlar erime ve faz geçişi gibi termal olaylar için çok daha uygundur. SETARAM DSC 131 cihazı standart numunelerle kalibre edilen bir cihazdır. Malzemelerin ısı kapasitelerinin belirlenmesi amacıyla kalibrasyon yapılırken öz ısısı bilinen standart numuneler (ör: safır) kullanılır. Bu metodla öz ısı analizi yapabilmek için Şekil 3.6.'da gösterildiği gibi deneysel şartları hemen hemen aynı olan üç ayrı ölçüm alınır [41]:

1. DSC nin her iki kabı da BOŞ olan ölçüm
2. DSC nin bir kabı BOŞ, diğesinde NUMUNE olan ölçüm
3. DSC nin bir kabı BOŞ, diğesinde öz ısısı bilinen referans (safir) numunenin olduğu ölçüm

Bütün ölçümlerde T_i ilk sıcaklığından T_f son sıcaklığına aynı β ısıtma hızıyla çıkarılır.



Şekil 3.6. Referanslı - Sürekli Modda Isı Akışı - Sıcaklık Verileri [41]

Referanslı - Sürekli Modda C_p Ölçümü metodunda numunenin öz ısısı,

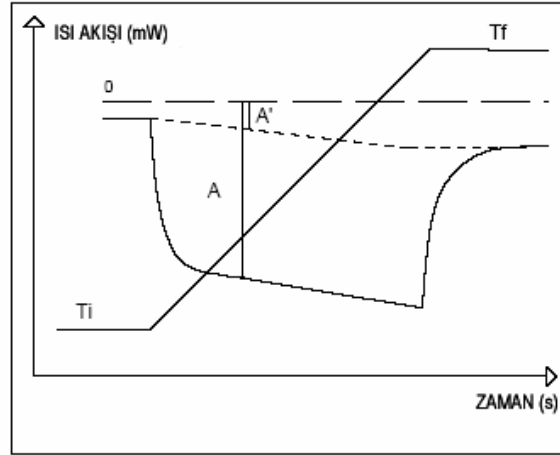
$$C_p(T)_{\text{Num}} = \frac{HF_{\text{Num}} - HF_{\text{Bos}}}{HF_{\text{Ref}} - HF_{\text{Bos}}} \cdot \frac{Kütle_{\text{Ref}}}{Kütle_{\text{Num}}} \cdot C_{p\text{Ref}}(T) \quad (3.2)$$

eşitliğinden elde edilmektedir. Buradaki $C_p(T)_{\text{Num}}$ numunenin ilgili sıcaklıktaki öz ısısı, HF_{Num} numunenin ısı akışı değeri, HF_{Bos} boş haznenin ısı akışı değeri, HF_{Ref} referans olarak kullanılan maddenin ısı akışı değeri, $Kütle_{\text{Ref}}$ referans maddenin kütlesi, $Kütle_{\text{Num}}$ numunenin kütlesidir. $C_{p\text{Ref}}(T)$ ise referans maddenin (safir) öz ısı değeridir.

Analizlerde dikkat edilmesi gereken noktalar şunlardır: 1) Genlikler rastgele birimlerle gösterilebilirler. 2) Bütün ölçümlerde aynı ısıtma hızı kullanıldığı sürece ısıtma hızının sonucu etkilemeyeceği açıktır. 3) Kararlı bir sinyal elde etmek için ısıtma öncesi ve sonrası eş-ısılı bölgelerde görülen süreler yeterince uzun tutulmalıdır. 4) C_p formülü uygulanmadan önce, yazılım her bir eğri için düzeltme yapmaktadır.

Eğrilerde yapılacak olan düzeltmelerle şu şekildedir: Pratikte, eş-ısılı bölgelerde; eğriler ideal olarak T_i ve T_f sıcaklıklarına Şekil 3.7’de olduğu gibi tam olarak oturmazlar. Bu sebepten dolayı C_p yazılımı önce deneysel eğrileri düzeltmektedir.

C_p formülü uygulanmadan önce orijinal A genliğini $A-A'$ farkı dikkate alınarak eğrilerde düzeltme yapılır. Şekil 3.7’de noktalı olarak gösterilen bu düzeltme, eş-ısılı bölgeler ve ramp kullanılarak, yazılım tarafından yapılmaktadır [41].



Şekil 3.7. Referanslı - Sürekli Modda Eğrilerde Düzeltme [41]

Bu tez çalışmasında 2,5 nm ve 5,0 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ ile kaplanmış SiO_2 tabanlı ince filmlerin DSC analizleri yapılmıştır, Referanslı - Sürekli Modda C_p Ölçümü Metodu ile Eşitlik 3.2.’den öz ısı elde edilmiştir.

3.5.2. Basamaklı Modda C_p Ölçümü

Öz ısı, basamaklı ısıtma modunda da ölçülebilir. Bu metodla; verilen bir sıcaklık basamağında ısıtılan numunenin termal etkisi integre edilir, numunenin ilgili sıcaklık basamağına ulaşır dengeye ulaşması beklenir. Bu durum metodun hassasiyetini artırır

Basamaklı modda C_p ölçümü yapılan iki ayrı metod vardır:

- 1.Referanssız - Basamaklı Modda C_p Ölçüm Metodu,
- 2.Referanlı - Basamaklı Modda C_p Ölçüm Metodu,

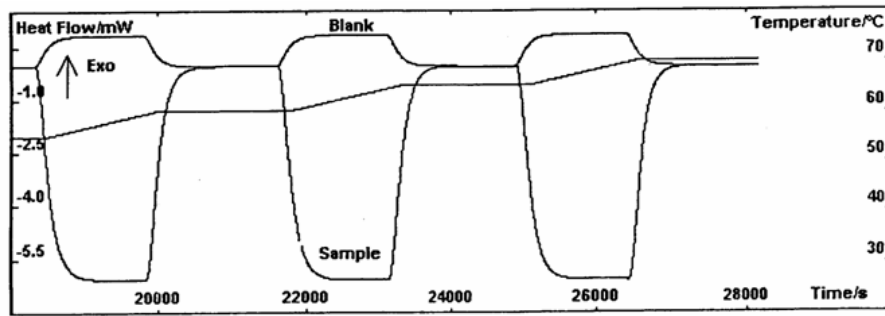
Bu metodları kısaca inceleyelim.

3.5.2.1. Referanssız - Basamaklı Modda C_p Ölçümü

Bu metodla DSC'lerle öz ısı ölçümü yapabilmek için Şekil 3.8'de gösterildiği gibi deneysel şartları hemen hemen aynı olan iki ayrı ölçüm alınır [41]:

1. DSC nin her iki kabı da BOŞ olan ölçüm
2. DSC nin bir kabı BOŞ, diğerinde NUMUNE olan ölçüm

İki sinyal arasındaki fark numunenin öz ısısı ile orantılıdır. Bu fark, DSC'nin kalibrasyon eğrisiyle direk olarak termal güce dönüştürülür.



Şekil 3.8. Referanssız - Basamaklı Modda Isı Akışı - Sıcaklık Verileri [41]

Bu metod, safir gibi bir referans madde kullanmadan her bir sıcaklık değeri için direk olarak C_p değerini belirleme imkanı sağlar. Bu metodda kullanılan formül,

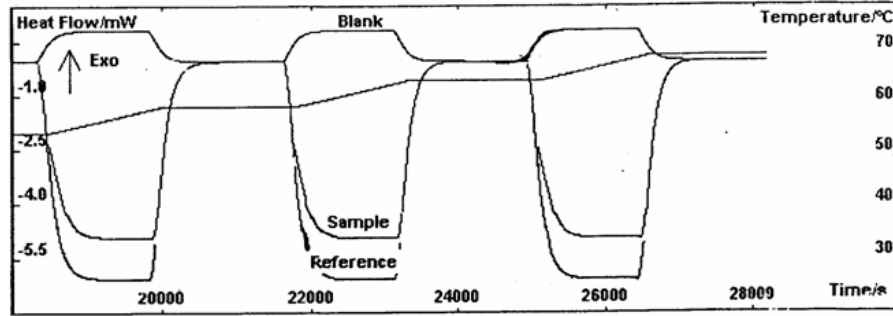
$$C_p(T_i \rightarrow T_{i+1}) = \frac{\int_{T_i}^{T_{i+1}} HF_{Num} dT - \int_{T_i}^{T_{i+1}} HF_{Boş} dT}{Hassasiyet \left[\frac{T_i + T_{i+1}}{2} \right] Küt\le_{Num} (T_{i+1} - T_i)} \quad (3.3)$$

ile verilir.

3.5.2.2. Referanslı - Basamaklı Modda C_p Ölçümü

Bu metot standart numunelerle kalibre edilen cihazlar için geçerlidir. Ölçüm yapabilmek için kalibrantın öz ısısı bilinmelidir. Ölçüm yapılabilmesi amacıyla Şekil 3.9'da gösterildiği gibi deneysel şartları hemen hemen aynı olan üç ayrı ölçüm alınır [41]:

1. DSC nin her iki kabı da BOŞ olan ölçüm
2. DSC nin bir kabı BOŞ, diğ\erinde NUMUNE olan ölçüm
3. DSC nin bir kabı BOŞ, diğ\erinde ısı kapasitesi bilinen KALİBRANT'ın olduđu ölçüm



Şekil 3.9. Referanslı - Basamaklı Modda Isı Akışı - Sıcaklık Verileri [41]

Her bir sıcaklık artışında ortalama sıcaklık için ölçülen ortalama öz ısı,

$$C_{Port}(T_i \rightarrow T_{i+1}) = \frac{\int_{T_i}^{T_{i+1}} HF_{Num} dT - \int_{T_i}^{T_{i+1}} HF_{Bos} dT}{\int_{T_i}^{T_{i+1}} HF_{Ref} dT - \int_{T_i}^{T_{i+1}} HF_{Bos} dT} \cdot \frac{Küt\le_{Ref}}{Küt\le_{Num}} \cdot C_{P_{Ref}} \left[\frac{T_i + T_{i+1}}{2} \right] \quad (3.4)$$

Buradaki HF_{Num} numunenin ısı akışı değeri, $HF_{\text{Boş}}$ boş haznenin ısı akışı değeri, HF_{Ref} referans olarak kullanılan maddenin ısı akışı değeri olup birimleri mW cinsindedir. $K\ddot{u}tle_{\text{Ref}}$ referans maddenin kütlesi, $K\ddot{u}tle_{\text{Num}}$ numunenin kütlesidir. $C_{p\text{Ref}}$ (T) ise referans maddenin (safir) öz ısı değeridir.

Analizlerde dikkat edilmesi gereken noktalar şunlardır: 1) Isı değerleri rasgele birimlerle gösterilebilirler. 2) Her üç ölçüm için de aynı sıcaklık artış incrementi kullanıldığı sürece, sıcaklık artış adımlarının sonucu etkilemeyeceği açıktır.

Crenel İntegrali: Her bir eğride crenel dizileri otomatik olarak integre edilir. Basamak metodu ile ısı kapasitesi ölçümü, crenel şeklindeki ısı akış eğrilerinin integralinin alınmasıyla mümkün olabilmektedir. Her bir basamakta T_i ve T_f sıcaklık değerleri ve ısı akış sinyali farklı değerler alır. Bu farklılıkları hesaba katabilmek için eş-ısılı bölgeler arasında her bir crenel integrali için baseline olarak düz bir çizgi seçilir. Sıcaklık sabitse (T_f) seçilen bu baseline dikey çizgi olur.

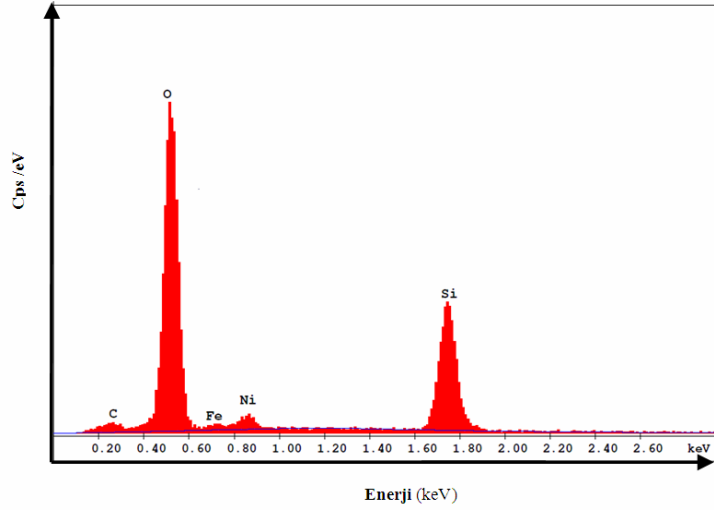
4. ARAŞTIRMA BULGULARI

4.1. EDAX (Enerji Dağılımlı X- Işını) Analiz Verileri

Bu çalışmadaki numunelerin kaplamalarının nanometrik boyutta olmasından dolayı kaplamaların düzgün yapıya yapılmadığının tespit edilmesi hassas bir EDAX analizi gerektirmektedir. Bu çalışmada 2,5 nm ve 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile kaplanmış SiO₂ tabanlı ince filmlerin EDAX analizleri Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvar'ında bulunan EDAX NOVA Si 4.32 EDS sistemiyle yapılmıştır. Analizler, asetonla temizlenen numunelerin mümkün olduğu kadar düzgün olan orta bölgelerinde yapılmıştır. Elementel analiz sonuçları ağırlıkça % ve atomik % olarak elde edilmiştir.

4.1.1. 2,5 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin EDAX Analizi

2,5 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile kaplanmış SiO₂ tabanlı ince filmin EDAX analiz verileri Şekil 4.1.'de ve Tablo 4.1.'de verilmiştir. Elde edilen veriler nitel olarak değerlendirildiğinde çok ince bir kaplama tabakası olmasına rağmen bileşimin iyi ayarlandığı açıktır. Sonuçlar numune kompozisyonunun doğruluğunu, kaplamanın iyi yapıldığını göstermektedir. Numunelerde çok az miktarda Karbon (C) safsızlığı bulunduğu da görülmektedir. Tablo 4.1'den de görülebileceği gibi 2,5 nm ile kaplanmış numune için ortalama % atomik dağılımları C: 5,02, O: 59,70, Fe: 1,14, Ni: 2,02, Si: 32,13 (Toplam: 100,00) şeklinde elde edilmiştir.



Şekil 4.1. 2,5 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin EDAX Analizi

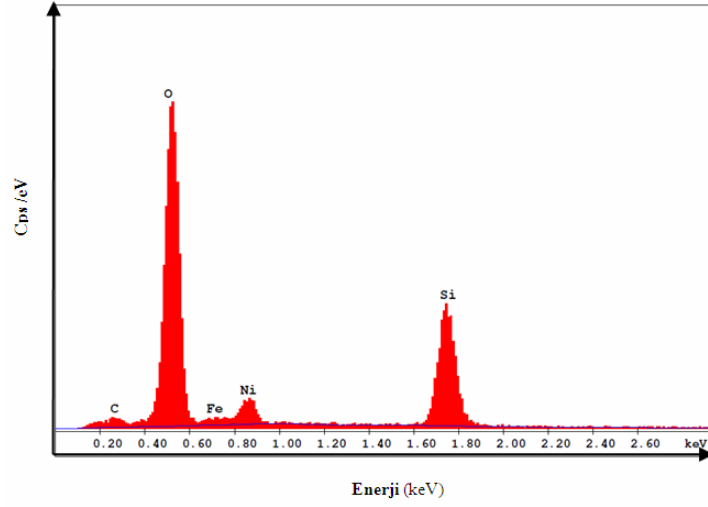
Tablo 4.1. 2,5 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin EDAX Verileri

Element	Lines	Ağırlıkça %	Atomik %	K-Oranı	Z	A	F
C	K	2,87	5,02	0,0152	1,0845	0,4887	1,0003
O	K	45,48	59,70	0,4048	1,0545	0,8438	1,0003
Fe	L	3,03	1,14	0,0197	0,8018	0,8092	1,0005
Ni	L	5,65	2,02	0,0405	0,8153	0,8784	1,0007
Si	K	42,97	32,13	0,4082	0,9700	0,9794	1,0000
Toplam		100,00	100,00				

Element	Line	Net Şiddet	Zemin Şiddeti	Şiddet Hatası	P/B
C	K	5,56	0,67	6,71	8,33
O	K	228,55	1,74	0,95	131,47
Fe	L	3,01	2,73	13,73	1,10
Ni	L	9,99	3,48	5,86	2,87
Si	K	102,75	2,77	1,44	37,10

4.1.2. 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin EDAX Analizi

5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile kaplanmış SiO₂ tabanlı ince filmin EDAX analizi Şekil 4.2.'de verileri ise Tablo 4.2.'de verilmiştir. Bu veriler değerlendirildiğinde, kaplamanın iyi yapıldığını fakat numunede yine çok az miktarda Karbon (C) safsızlığı bulunduğu görülmektedir. Tablo 4.2'den de görülebileceği gibi 5,0 nm ile kaplanmış numune için ortalama % atomik dağılımı C: 5,28, O: 59,22, Fe: 1,25, Ni: 3,82, Si: 30,43 (Toplam: 100,00) şeklinde elde edilmiştir.



Şekil 4.2. 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin EDAX Analizi

Tablo 4.2. 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin EDAX Verileri

Element	Lines	Ağırlıkça %	Atomik %	K-Oranı	Z	A	F
C	K	2,93	5,28	0,0159	1,0930	0,4959	1,0003
O	K	43,87	59,22	0,3945	1,0632	0,8454	1,0003
Fe	L	3,23	1,25	0,0213	0,8087	0,8153	1,0006
Ni	L	10,39	3,82	0,0754	0,8220	0,8814	1,0006
Si	K	39,57	30,43	0,3772	0,9780	0,9746	1,0000
Toplam		100,00	100,00				

Element	Line	Net Şiddet	Zemin Şiddeti	Şiddet Hatası	P/B
C	K	5,69	0,73	6,06	7,77
O	K	217,99	1,86	0,88	116,95
Fe	L	3,20	2,88	12,08	1,11
Ni	L	18,19	3,69	3,59	4,92
Si	K	92,93	2,46	1,37	37,73

Tablo 4.1.'deki ve Tablo 4.2.'deki veriler EDAX NOVA Si 4.32 EDS model EDAX analiz sisteminin yazılım çıktılarını inceleyelim. *Lines* sütununda yazılı olan *K* ve *L*, yayınlanan x-ışınlarının enerji seviyelerini göstermektedir. *Wt %* ve *At %* sırasıyla numunenin ağırlıkça ve atomik olarak kimyasal kompozisyonlarının yüzde oranlarını göstermektedir. *K-Ratio* (K-oranı) ise, aynı yarma şartları altında saf elementin x-ışını yoğunluğunun, bilinmeyen malzemedeki karakteristik x-ışını yoğunluğuna oranıdır. *Z*, *A* ve *F* ise EDAX yazılımındaki düzeltme faktörleridir: *Z*, atom numarası düzeltme

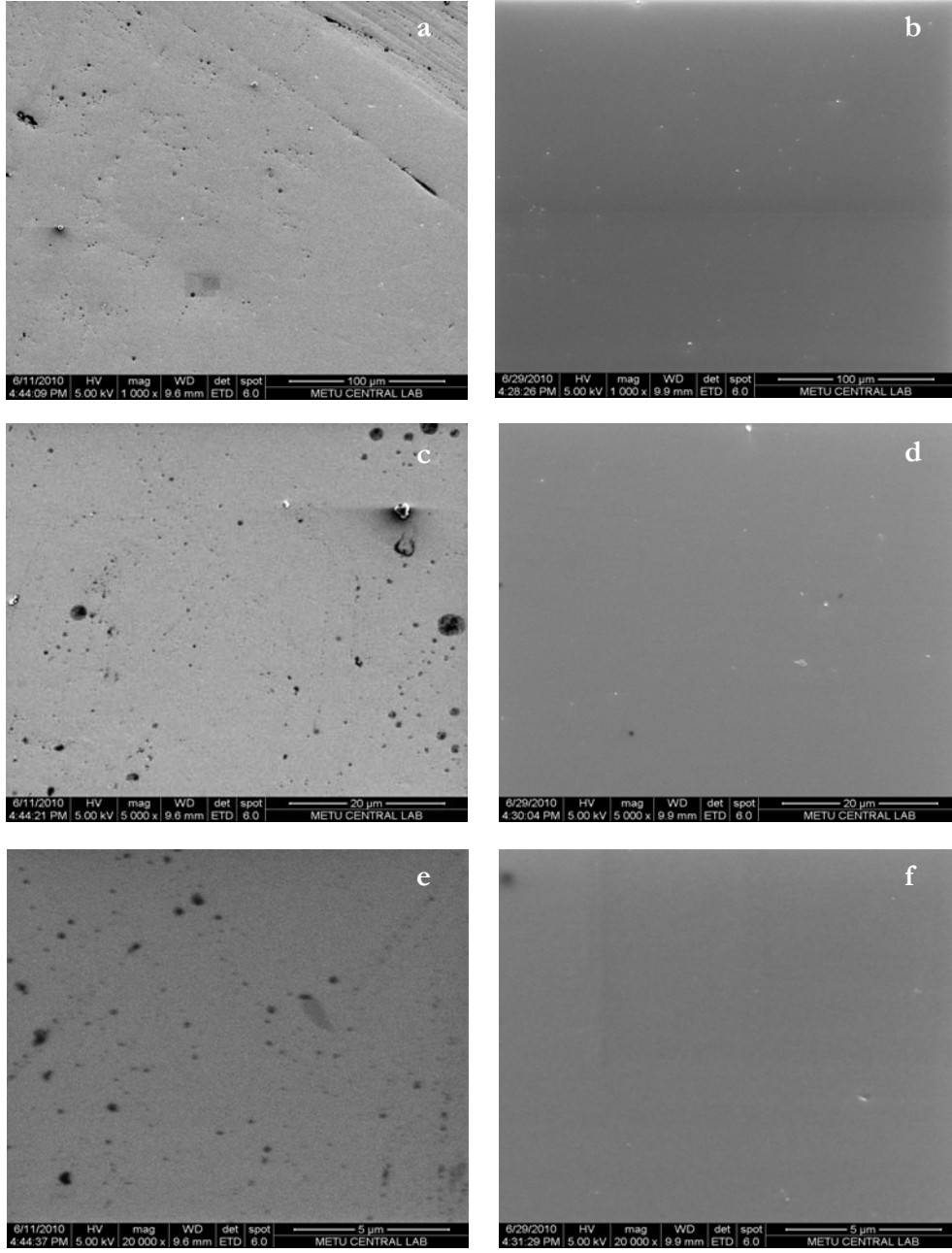
faktörü olup, incelenen numuneden yayılan x-ışınları ile standart numuneden yayılan x-ışınları arasındaki farkla ilgili düzeltme faktörüdür. *A*, absorpsiyon (x-ışını emilimi) faktörü olup, incelenen numuneden çıkan fakat yüzeye gelip detektöre erişmeden kaybolan x-ışınlarını düzeltme parametresidir. *F*, ikincil floresans faktörü olup, detektör tarafından toplanan, fakat gerçekte elektron ışınları tarafından oluşturulmamış elementlerin ışımalarını düzeltir. Bu x-ışınında incelenen numunenin içindeki başka elementlerin karakteristik x-ışınlarının ürettiği floresans faktörüdür. *Net Inte.* (Net Şiddet), analiz sonucunda gözlenen büyük piklerin şiddetidir. *Bkgd Inte.* (Background Şiddeti) ise analizde gözlenen ve istenmeyen öğelerin şiddeti (3 keV'a kadar) olarak açıklanabilir. *Inte Error* (Şiddet Hatası) kompozisyonu oluşturan elementler için tespit edilen şiddet hata faktörüdür. *P/B* ise net şiddetin background şiddetine oranıdır.

4.2. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analiz Verileri

Bu çalışmadaki SEM analizleri QUANTA 400 FEG SEM sistemiyle Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvar'da yapıldı. SEM görüntüleri $\times 1000$, $\times 5000$ ve $\times 20000$ büyütme oranlarında alındı. Numuneler PROTERM fırınında 400 °C'de 30 dakika tavlandıktan sonra tekrar aynı büyütme oranlarında SEM görüntüleri alındı ve tavlamanın etkisi gözlemlendi.

4.2.1. 2,5 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin SEM Analizi

2,5 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile kaplanmış SiO₂ tabanlı ince filmin SEM görüntüleri alındı. Numune PROTERM fırınında 400 °C'de 30 dakika tavlandıktan sonra aynı sistemde, aynı büyütme oranlarında SEM görüntüleri tekrar alındı, tavlamanın etkisi gözlemlendi ve sonuçlar Şekil 4.3.'de verildi. Oda sıcaklığında yapılan SEM analizinde, her büyütme oranı için numune yüzeyinde çok az miktarda kirlilik ve oksitlenmenin olduğu görülmektedir. Büyütme oranı arttıkça bu durumlar detaylı olarak gözlenebilmektedir. Tavlama işleminden sonra yapılan SEM analizinde oksitlenmenin arttığı görülmektedir.

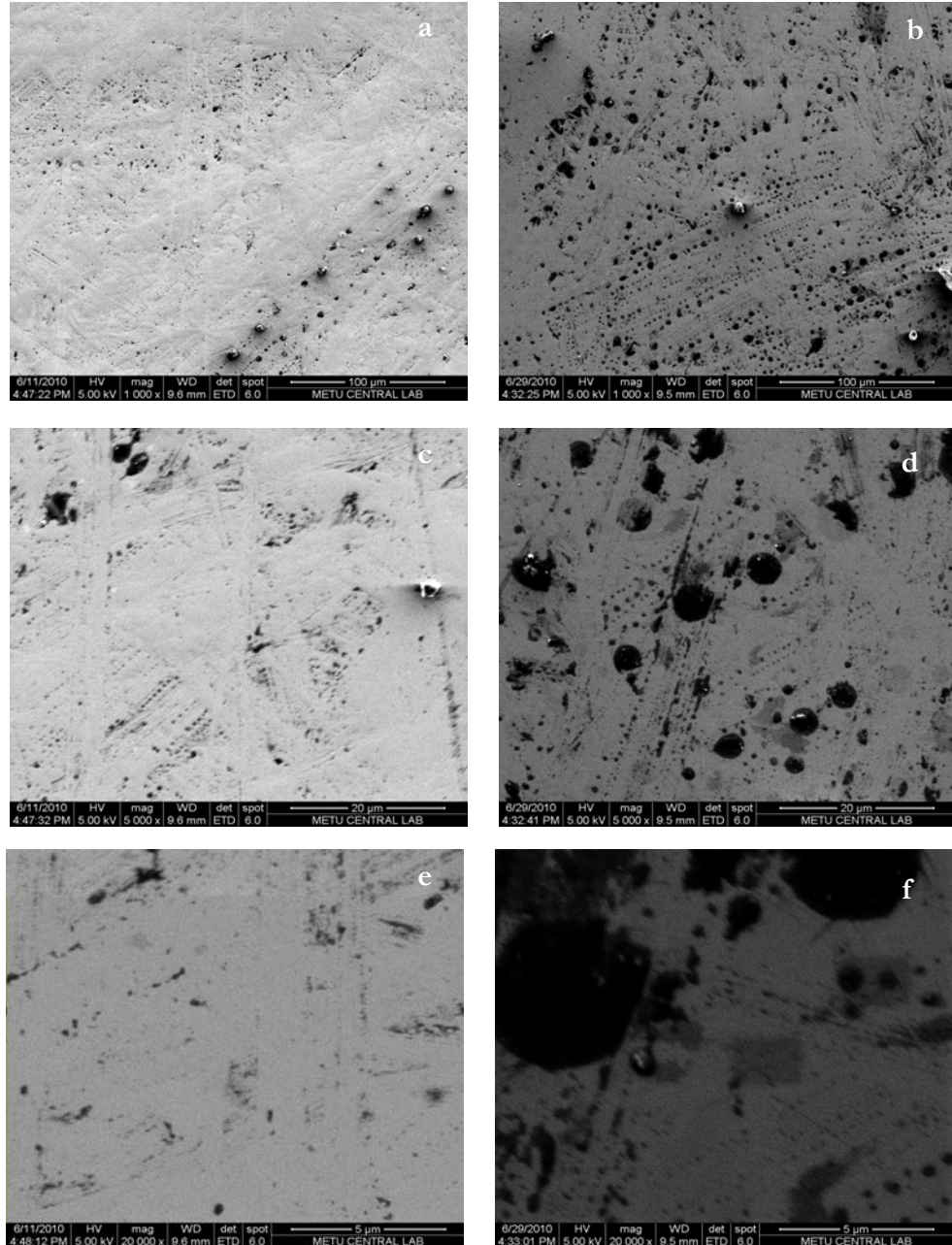


Şekil 4.3. 2,5 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin SEM Görüntüleri
a) Oda Sıcaklığında ×1000 b) 400 °C’de 30 dk. Tavlanmış ×1000
c) Oda Sıcaklığında ×5000 d) 400 °C’de 30 dk. Tavlanmış ×5000
e) Oda Sıcaklığında ×20000 f) 400 °C’de 30 dk. Tavlanmış ×20000

4.2.2. 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin SEM Analizi

5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile kaplanmış SiO₂ tabanlı ince filmin SEM görüntüleri alındı, numune PROTHERM fırınında 400 °C’de 30 dakika tavlandıktan sonra aynı sistemde, aynı büyütme oranlarında SEM görüntüleri tekrar alındı, tavlamanın etkisi gözlemlendi ve sonuçlar Şekil 4.4.’de verildi. Oda sıcaklığında yapılan SEM analizinde, numune

yüzeyinde kirlilik ve oksitlenmenin olduğu görülmekte olup büyütme oranı arttıkça bu durum daha detaylı olarak gözlenebilmektedir. Tavlama işleminden sonraki SEM analizinde, odaklanmanın iyi yapıldığı ve numune yüzeyinde ilave karamaların olduğu görülmektedir. Tavlanmadan sonra numune yüzeyinde oksitlenmenin arttığı tespit edilmiştir.



Şekil 4.4. 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin SEM Görüntüleri

- a) Oda Sıcaklığında ×1000 b) 400 °C’de 30 dk. Tavllanmış ×1000
c) Oda Sıcaklığında ×5000 d) 400 °C’de 30 dk. Tavllanmış ×5000
e) Oda Sıcaklığında ×20000 f) 400 °C’de 30 dk. Tavllanmış ×20000

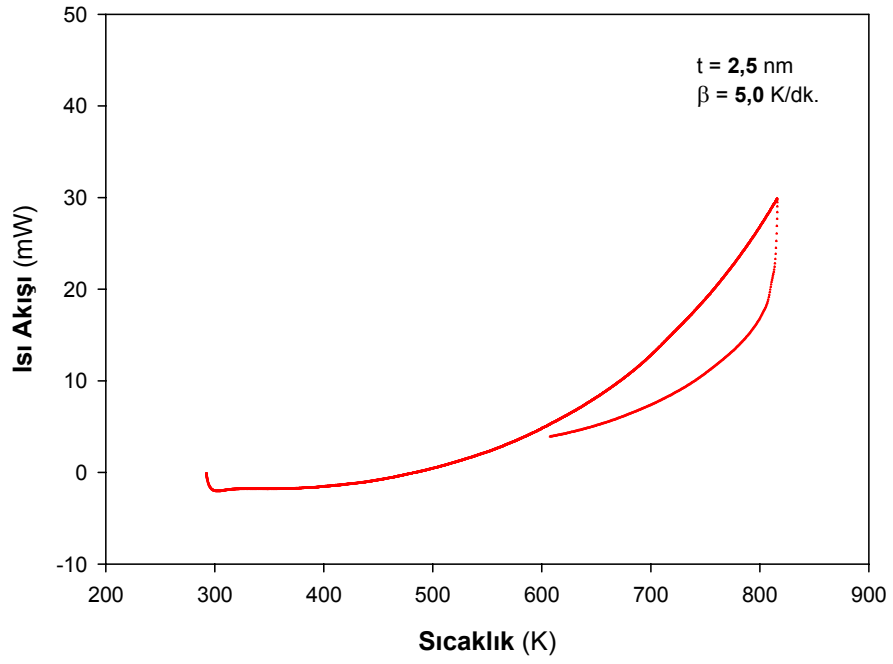
4.3. DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Analiz Verileri

4.3.1. Isı Akışı (HF) - Sıcaklık (T) Verileri

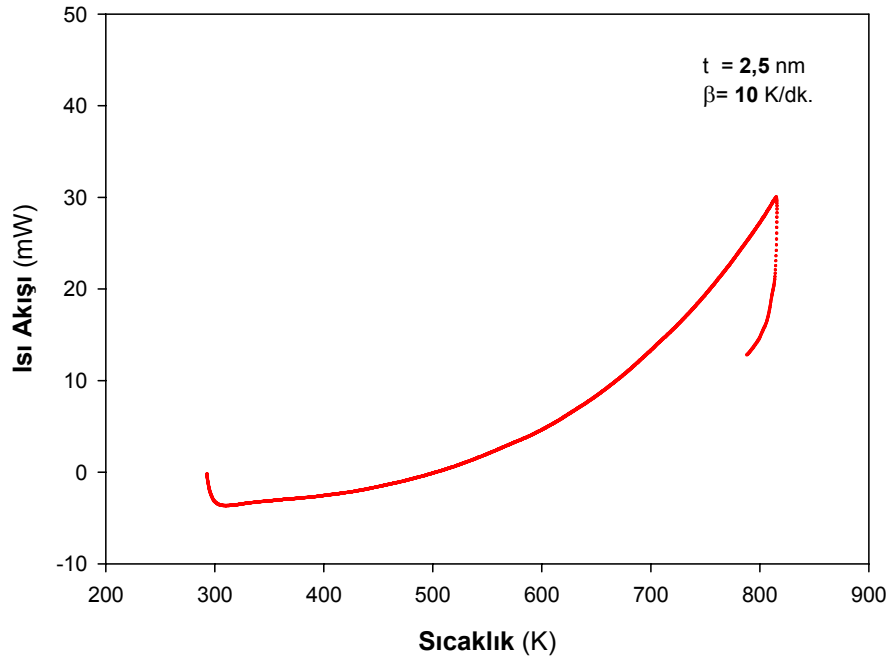
İki farklı kalınlıkta (2,5 nm ve 5 nm) $Ni_{81}Fe_{19}$ ile kaplanmış SiO_2 tabanlı ince film numunelerin ısı kapasiteleri DSC verilerinden yola çıkılarak analiz edildi. Referanslı sürekli C_p ölçüm metodu ile numunelerin ısı kapasitelerini hesaplayıp analizlerini yapabilmek amacıyla Kesim 3.4.'de açıklandığı şekilde ısı akışı (HF) - sıcaklık (T) eğrileri (DSC verileri) elde edildi. Bütün veriler SETARAM DSC 131 model cihaz ile 20 °C - 550 °C aralığında sırasıyla 5 K/dk., 10 K/dk., 15 K/dk. ve 20 K/dk. sabit ısıtma hızları (β) için tekrarlandı. Isıtma hızını sabit tutarak sırasıyla DSC'nin (1) her iki kabı da BOŞ olan ölçüm (test ölçümü), (2) bir kabı BOŞ, diğesinde NUMUNE olan ölçüm ve (3) bir kabı BOŞ, diğesinde öz ısısı bilinen kalibrantın (SAFİR) olduğu durumlar için HF – T verileri elde edildi.

Farklı ısıtma hızlarında analiz yapabilmek amacıyla ölçümler tekrarlandı. (1) numaralı ölçümde her iki hazne de boş olduğu durumda, 4 farklı ısıtma hızı için 4 analiz, (2) numaralı ölçümde 2 ayrı numunenin 4 farklı ısıtma hızında toplam 8 analiz ve (3) nolu ölçümden ise 4 farklı ısıtma hızında 4 analiz yapıldı. Setaram DSC 131 cihazı maksimum 700°C'ye çıkabildiği için analizler 550 °C'ye kadar alınabilmiştir. Bu sıcaklığa kadar faz dönüşümü olmamıştır, bu beklenen bir sonuçtur.

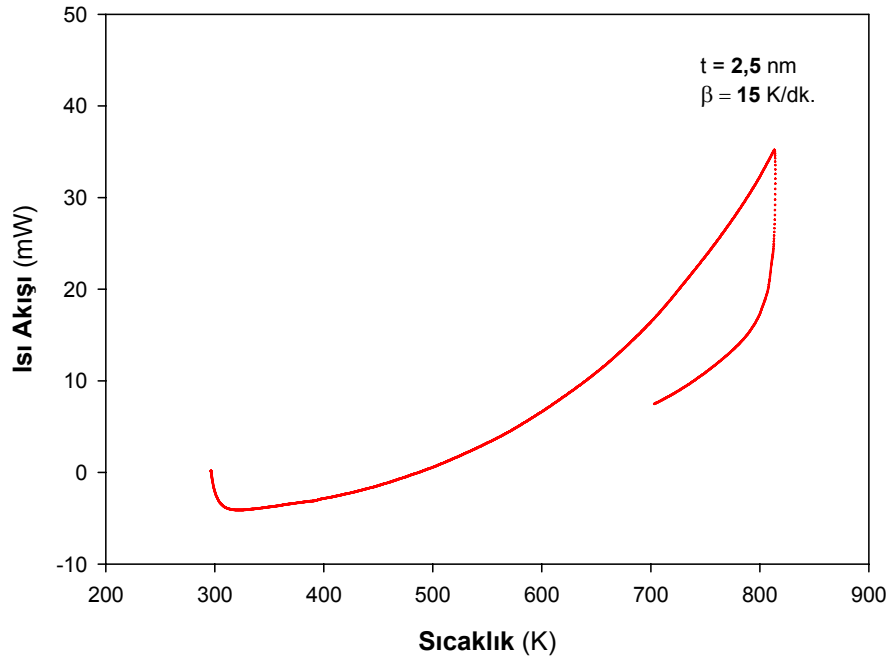
Elde edilen verilere örnek olarak 2,5 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ kaplanmış SiO_2 tabanlı ince filmin farklı ısıtma hızları için (2) numaralı HF - T ölçüm eğrileri Şekil 4.5, Şekil 4.6., Şekil 4.7. ve Şekil 4.8.'de verilmiştir.



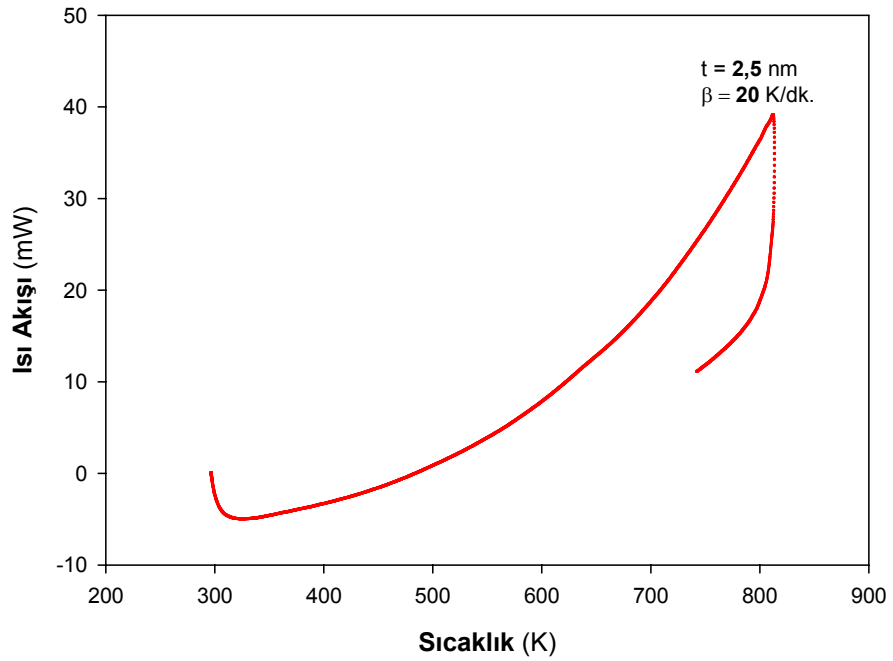
Şekil 4.5. $\beta = 5$ K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin Isı Akışı - Sıcaklık Eğrisi



Şekil 4.6. $\beta = 10$ K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin Isı Akışı - Sıcaklık Eğrisi



Şekil 4.7. $\beta = 15$ K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin Isı Akışı - Sıcaklık Eğrisi



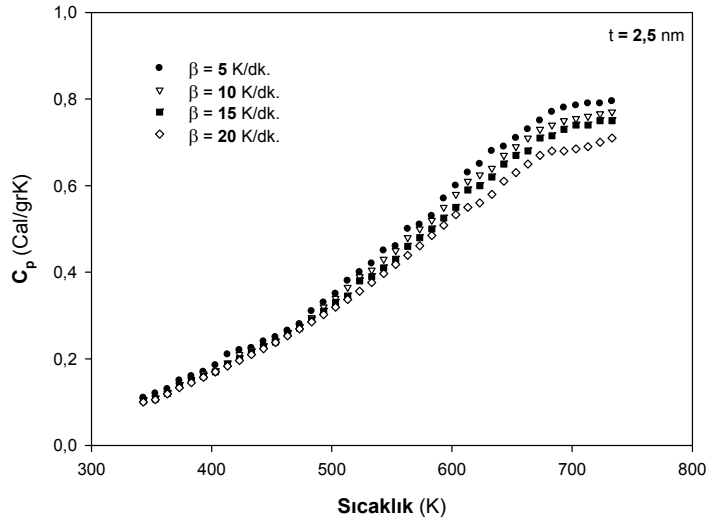
Şekil 4.8. $\beta = 20$ K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin Isı Akışı - Sıcaklık Eğrisi

4.3.2. Öz Isı (C_p) - Sıcaklık (T) Verileri

Kesim 4.3.1.'de anlatıldığı gibi elde edilen HF-T verileri analiz edildi ve Kesim 3.5.1.2'de detayları verilen Referanslı - Sürekli Modda C_p Ölçümü Metodu ile öz ısı hesaplama ifadesi olan Eşitlik 3.2'de yerine yazılarak numunelerin öz ısı değerleri hesaplandı.

4.3.2.1. 2,5 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ ile Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin Öz Isı -Sıcaklık Analizi

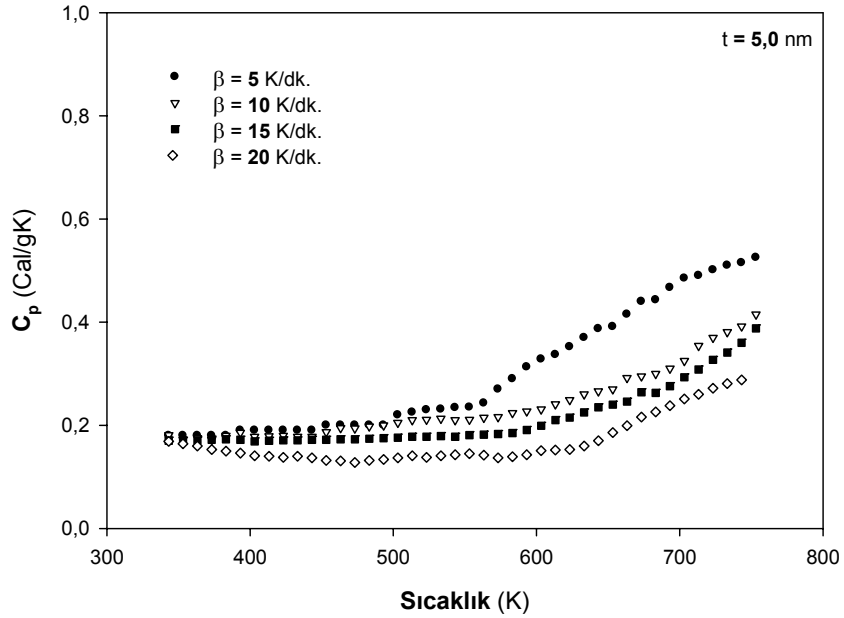
2,5 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ kaplanmış SiO_2 tabanlı ince film numunesi için farklı hızlarda hesaplanan C_p -T değişim verileri Şekil 4.9'da verilmiştir. Şekil 4.9 incelendiğinde, öz ısının sıcaklıkla değişiminin Debye modelinde olduğu gibi düşük sıcaklık değerlerinde hızlı bir artış gözlenirken, yüksek sıcaklıklarda sabit değerler alma eğiliminde olduğu görülmektedir. Isıtma hızı arttıkça malzemenin öz ısısında bir miktar azalma görülmektedir. Düşük sıcaklıklarda farklı hızlar için ısı kapasiteleri birbirlerine çok yakın değerler alırken, sıcaklık arttıkça ısı kapasiteleri arasındaki farkın büyüdüğü görülmektedir.



Şekil 4.9. 2,5 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmin Farklı Isıtma Hızlarında Öz Isı - Sıcaklık Grafiği

4.3.2.2. 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin Öz Isı Sıcaklık Analizi

Şekil 4.10'da 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ kaplanmış SiO₂ tabanlı ince filmin farklı ısıtma hızları için C_p-Sıcaklık değişim grafiği verilmiştir. 2,5 nm ile kaplanmış numuneden farklı olarak öz ısı değerlerinde belli bir sıcaklık değerine kadar (≈ 600 K) küçük artışlar gözlenirken, sıcaklık arttıkça bu değerler hızla artmaya başlamaktadır. 2,5 nm ile kaplanmış numune için elde edilen sonuçlara benzer şekilde, ısıtma hızı arttıkça öz ısı değerinde bir miktar azalma görülmektedir. β=5 K/dk. ısıtma hızı için öz ısıdaki artış diğerlerine göre daha yüksek olduğu görülmektedir.

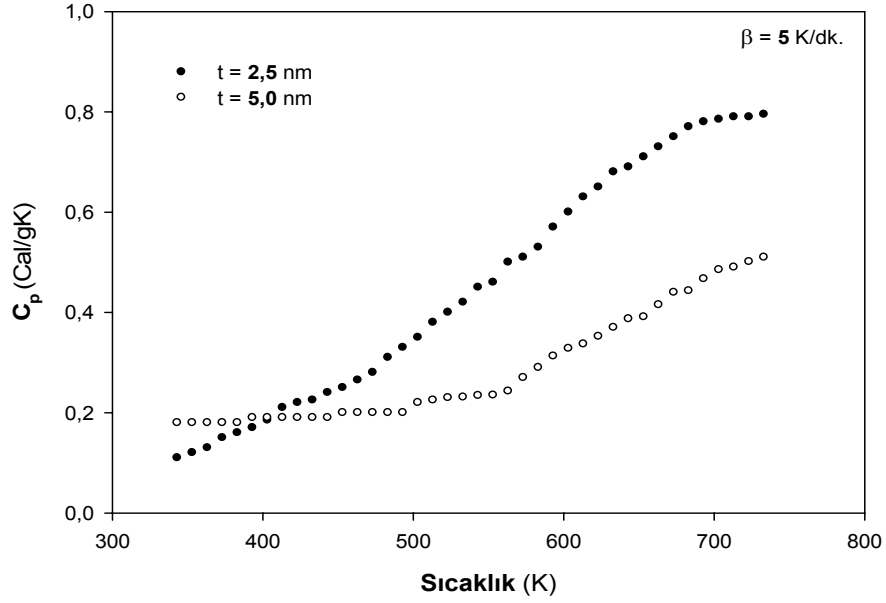


Şekil 4.10. 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin Farklı Isıtma Hızlarında Öz Isı - Sıcaklık Grafiği

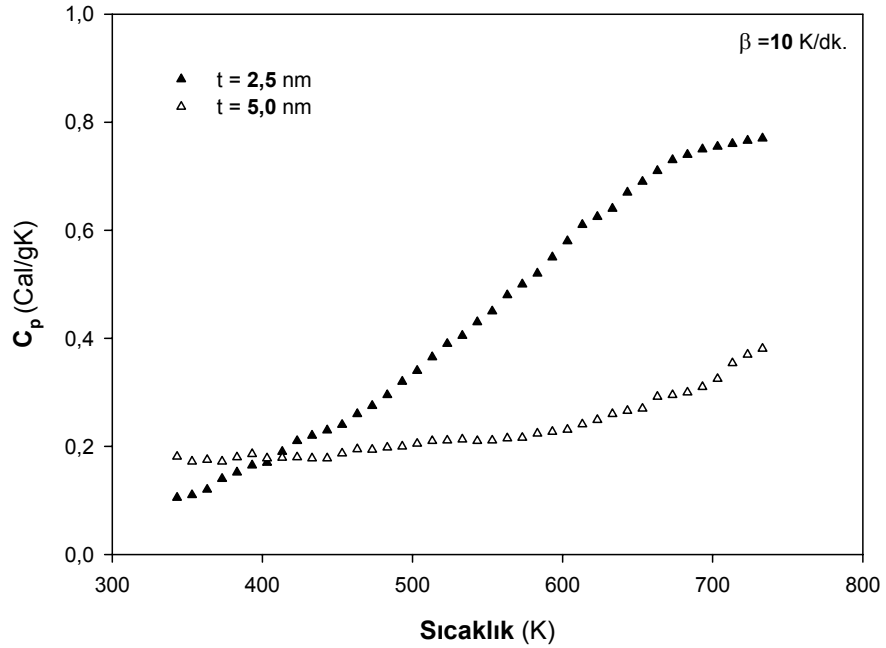
4.3.2.3. Farklı Kalınlıklarda Ni₈₁Fe₁₉ ile Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmlerin Isı Kapasitelerinin Karşılaştırılması

2,5 nm ve 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ ile kaplanmış SiO₂ tabanlı ince filmlerin sabit ısıtma hızlarında C_p- T verilerinin karşılaştırılması 5 K/dk. ısıtma hızı için Şekil 4.11'de, 10 K/dk. ısıtma hızı için Şekil 4.12'de, 15 K/dk. ısıtma hızı için Şekil 4.13'de ve 20 K/dk. ısıtma hızı için Şekil 4.14'te verilmiştir. Bu şekiller incelendiğinde; 2,5 nm ile kaplanmış numunelerin öz ısılarının 5,0 nm ile kaplanmış numunelerin öz ısı değerlerinden daha hızla yükseldiği görülmektedir. Sıcaklık arttıkça da farklı

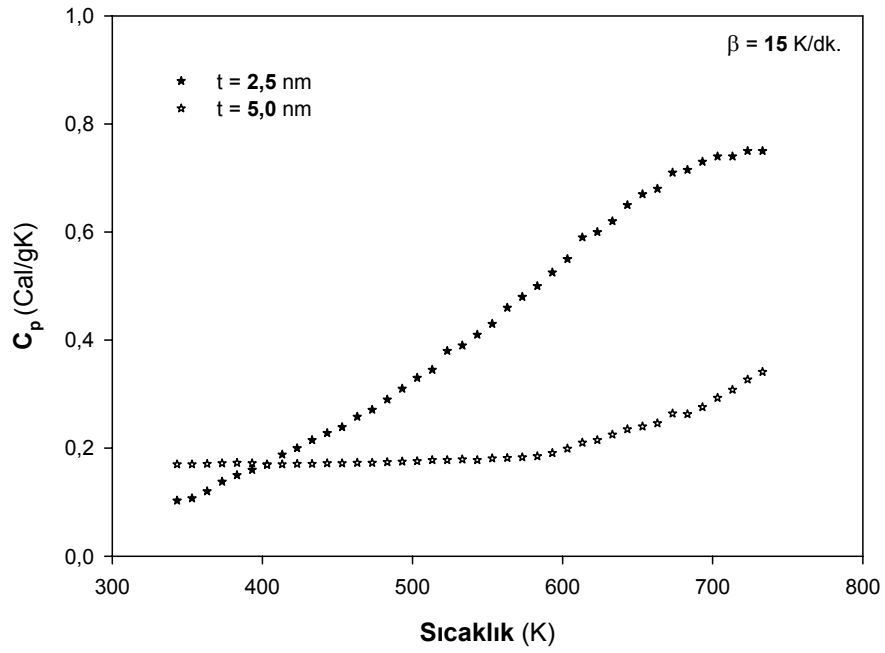
kalınlıktaki filmlerin ısı kapasiteleri arasındaki fark da büyükmektedir. 5,0 nm ile kaplanmış numunenin ısıyı depolama özelliği 2,5 nm'ye göre fazla olacağından ve iç etkileşmelerden dolayı öz ısı değerlerinin küçük olması beklenen bir sonuçtur.



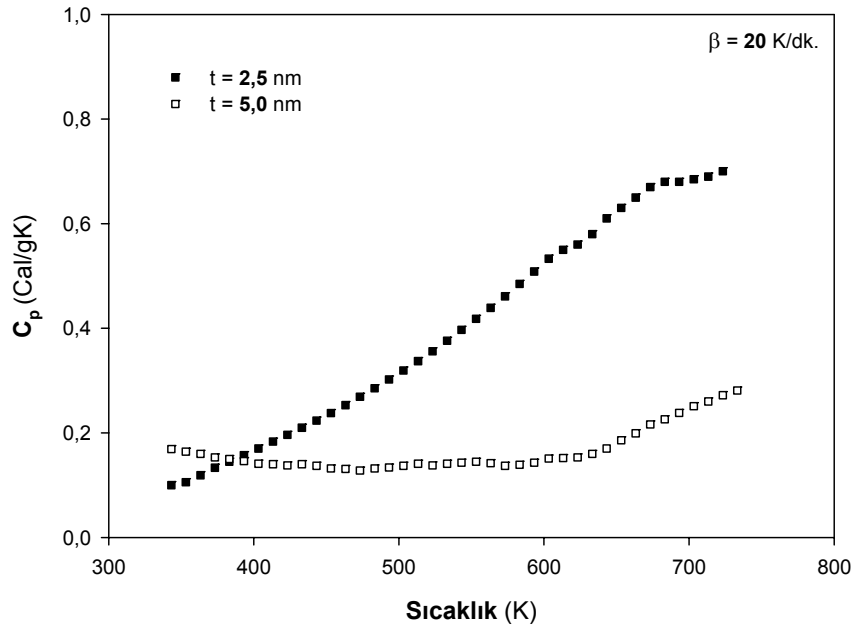
Şekil 4.11. β=5 K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm ve 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmlerin Öz Isı - Sıcaklık Değişimlerinin Karşılaştırılması



Şekil 4.12. β=10 K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm ve 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmlerin Öz Isı - Sıcaklık Değişimlerinin Karşılaştırılması

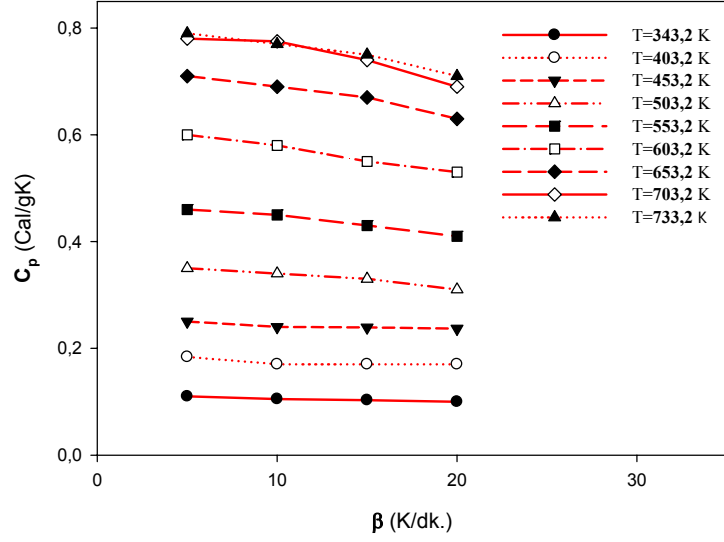


Şekil 4.13. $\beta=15$ K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm ve 5,0 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmlerin Öz Isı - Sıcaklık Değişimlerinin Karşılaştırılması

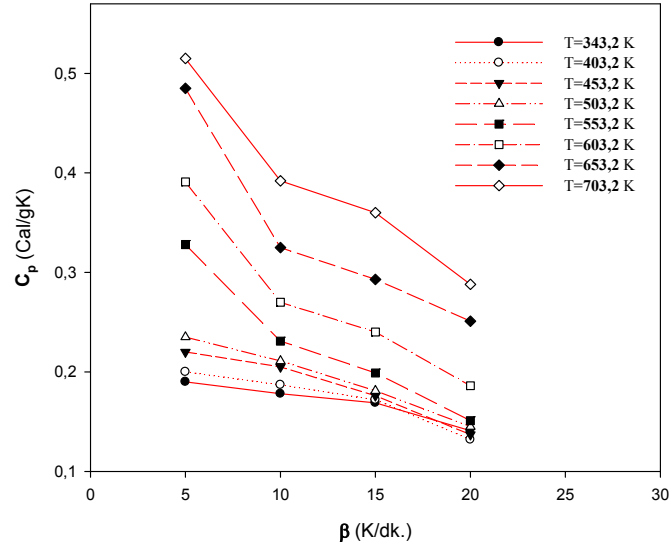


Şekil 4.14. $\beta=20$ K/dk. Isıtma Hızı için 2,5 nm ve 5,0 nm $Ni_{81}Fe_{19}$ Kaplanmış SiO_2 Tabanlı İnce Filmlerin Öz Isı - Sıcaklık Değişimlerinin Karşılaştırılması

Numunelerin belirli sıcaklıklardaki öz ısılarının ısıtma hızı ile değişimleri Şekil 4.15 ve Şekil 4.16’da verilmiştir. Bu şekillerde çizilen eğrilerin eğimi öz ısı değişimleri hakkında bilgi vermektedir.

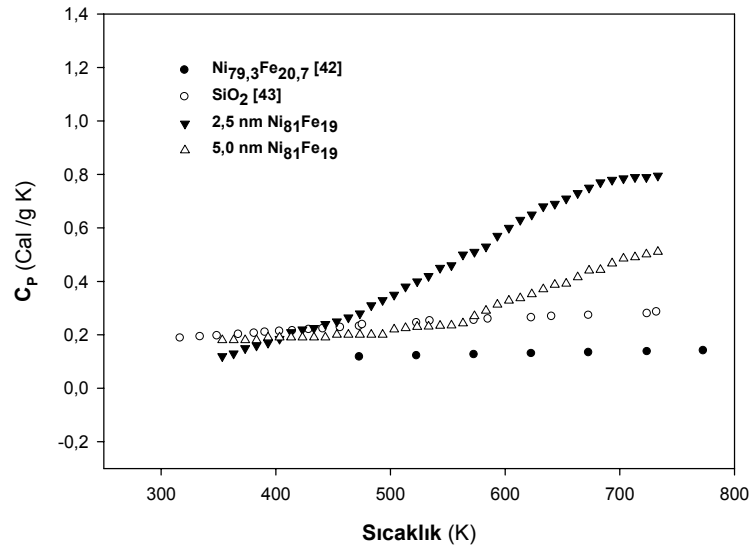


Şekil 4.15. 2,5 nm Ni₈₁Fe₁₉ Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin Belirli Sıcaklıklardaki Öz Isılarının Isıtma Hızı ile Değişim Grafiği



Şekil 4.16. 5,0 nm Ni₈₁Fe₁₉ Kaplanmış SiO₂ Tabanlı İnce Filmin Belirli Sıcaklıklardaki Öz Isılarının Isıtma Hızı ile Değişim Grafiği

2,5 nm ve 5,0 nm $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ kaplanmış SiO_2 tabanlı ince filmlerin C_p -T değişimleri daha önce çalışılmadığı için literatürle karşılaştırması yapılamamıştır. Bu tez çalışmasında elde edilen veriler, literatürde $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ metalik alaşımının C_p -T verileri bulunmadığı için $\text{Ni}_{79,3}\text{Fe}_{20,7}$ metalik alaşımı verileri [42] ve SiO_2 kuartz kristali [43] için tespit edilen verilerle Şekil 4.17’de karşılaştırılmıştır. Bu çalışmalarda ısıtma hızları belirtilmemiştir. Sonuç olarak kaplamanın öz ısısında bir değişime yol açtığı görülmektedir.



Şekil 4.17. $\text{Ni}_{79,3}\text{Fe}_{20,7}$ Metalik Alaşımı, SiO_2 Kuartz Kristali, 2,5 nm ve 5,0 nm SiO_2 Tabanlı $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ Kaplanmış Numunelerin Öz Isı - Sıcaklık Değişimlerinin Karşılaştırılması

SONUÇ ve TARTIŞMA

Bu çalışmada, nanometrik ince filmlerin termal ve yapısal özellikleri araştırılmıştır. Bu özellikleri araştırmak için önce EDAX, SEM, DSC analizleri yapılmış ve sonra da öz ısının sıcaklıkla değişimi tespit edilmiştir.

Püskürtme metodu ince film üretmek için kullanılan başarılı bir metottur. Bu çalışmada 2,5 nm ve 5,0 nm $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ ile kaplanmış SiO_2 tabanlı ince filmlerin C_p -T değişimleri incelenmiştir. Her büyütme oranı için yapılan SEM analizlerinde, taban malzeme yüzeyine metalik alaşımın homojen bir şekilde kaplandığı görülmüştür. EDAX analizi ile nanometrik ince filmlerin, yapısında bulunan elementlerin kompozisyonun % atomik ve % ağırlıkça oranları belirlendi. EDAX analizi ile incelenen ince filmlerin kompozisyonlarının doğruluğu tespit edilmiştir.

Tavlamanın numune yüzeyine etkisi SEM görüntüleri ile incelendi. SEM analizleri önce oda sıcaklığında yapılmıştır. 5,0 nm kaplama için 400°C 'de 30 dakika süreyle yapılan tavlama işleminin sonucunda oksitlemenin az olmasından dolayı SEM görüntüleri net olarak gözlenirken, 2,5 nm kaplama için numune yüzeyindeki fazla oksitlenmeden dolayı SEM görüntüleri net olarak gözlenememiştir.

SiO_2 tabanına $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ metalik alaşımı kaplanınca numunenin termal özelliklerinde büyük değişiklikler görülmektedir. Bu değişiklikler kaplama kalınlığına duyarlı bir şekilde değişmektedir. Farklı ısıtma hızlarında 2,5 nm ve 5,0 nm kalınlıkla kaplanmış olan ince filmlerin öz ısısı sıcaklıkla artmakta, bu artış 2,5 nm kaplı film için daha yüksek hızda olmaktadır.

İnce film numunelerimizde kaplama kalınlığı ve ısıtma hızı arttıkça öz ısı değerlerinde azalmalar gözlenmektedir. Çünkü malzeme içindeki atom sayının artmasına bağlı olarak verilen ısı her atoma iletilmekte ve ısı malzemenin bünyesinde tutulmaktadır. Bundan dolayı ısıtma hızına bağlı olarak, sıcaklık artsa bile malzeme çok az miktarda ısyı bünyesinde depolayacaktır. Isının dışarıya verilmemesi öz ısı değerinde bir azalışa neden olmaktadır. Bu durum 5,0 nm ince film için vuku bulmakta ancak 2,5 nm ince film için yapısındaki atom sayının az olması sebebiyle

öz ısı artmakta, sabit bir sıcaklıkta ısıtma hızına bağılı olarak azalmaktadır. Yalnız bu azalmalar keskin düşüşler sergilememektedir.

Öz Isı - Isıtma Hızı deęişim grafikleri incelendiğinde; incelenen herhangi bir sıcaklıkta ısıtma hızı arttıkça öz ısı deęerleri azalmaktadır. 5,0 nm ince filmde iç etkileşmeler 2,5 nm ile karşılaştırıldığında çok fazla olduğundan yüksek sıcaklık deęerlerinde öz ısı ısıtma hızının artmasıyla keskin düşüşler sergilemektedir.

Elde edilen bilgi birikimi ve tecrübeler ışığında, gelecekte, yeni üretilen tek ve çok katmanlı ince film numunelerin öz ısı analizi, yüksek sıcaklık DSC çalışmaları, dięer C_p ölçüm metotları ile karşılaştırmalar, başka termal analizler, manyetik, elektriksel, optik ve mekanik özelliklerin incelenmesi ile ilgili çalışmalar planlanmaktadır.

KAYNAKLAR

1. Gür, T.M., Tools and Strategies for Developing New Materials, Advanced Materials, v8, p 883-894, 1996.
2. Michael W. Davidson and The Florida State University, Magnetic Thin Film Collection, <http://micro.magnet.fsu.edu/micro/gallery/magnetfilm/> magnetfilm.html.
3. Barabasi, A.L., and Stanley, H.E., Fractal Concepts in Surface Growth, Cambridge University Press, New York, 1995.
4. Kumar, A., Chung, Y., W., Moore, J.J., Smugeresky, J.E., The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, Surface Engineering, Science and Technology I, 1999.
5. Kumar, A., Chung, Y- W., Chia, R.W.J., Hard Coatings, The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, 1998.
6. Gürler, Y., İnce Film Devre Teknolojisi, Elektrik Mühendisleri Odası Aylık Yayın Organı, s.15,174,32, 1971.
7. The Energy Blog, About Thin Film Potovoltaic Solar Power, August 10, 2005, http://www.thefraserdomain.typepad.com/energy/2005/08/about_thin_film.html
8. MEM Sand Nanotechnology Clearinghouse, http://maltiel-consulting.com/deposition_Oxidation_CVD_Electrodeposition_Epitaxy.html
9. Yang, Y., Yang, J., Thin Film Process, Campbell, Ch 12, 13, 14 <http://www-yiy.me.ntu.edu.tw/mems/download/6.pdf>
10. Institute of Nanotechnology (UK) www.nanoroadmap.it/roadmaps/NRM_SYNTHESIS.pdf
11. Serway, R.A., Beichner, R.J., Fen ve Mühendislik için Fizik, Termodinamik, 5. Baskı, Palme Yayıncılık, 2000, s.606-607
12. Cutnell, J.D., Johnson, K.W., John Wiley & Sons, Inc., Physics, 3rd ed., p. 375, 1995.
13. Alfa Aesar Research Chemicals, Pure Elements, 2006 - 2007.
14. Gopal, E.S.R., Specific Heat at Low Temperatures, Plenum Press, 1-111, 1966.
15. Kittel, C., Intruduction to Solid State Physics, John Wiley and Sons, Inc., 122-5, 1963.
16. Kittel, C., Elementary Solid State Physics, John Wiley and Sons, Inc., 49-52,1962.
17. Sears, F.W., The Kinetics Theory of Gases and Statistical Mechanics, Addison-

- Wesley Publishing Co., Inc., An Introduction to Thermodynamics, 1-373, 1964.
18. Tolman, R.C., Principles of Statistical Mechanics, Oxford Univ. Press, London, 1938.
 19. Baxter, H., Determination of Specific Heat of Metals, Nature 153, 316, 1944.
 20. Born, M. and Karman, T., Vibrations in Space Lattices, Physik Z., 13, 297-309, 1912.
 21. Dekker, A.J., Solid States Physics, Prentice-Hall, Inc., 1-525, 1961.
 22. Drude, P., The Electronic Theory Of Metals, Ann. Physik 1, 566-613, 1900.
 23. King, A.L., Thermophysics, W.H. Freeman and Company, 1-369, 1962.
 24. Whittakker, E.T. and Watson, G.N., Modern Analysis, Cambridge Univ.Press, 4th Edition, 1938.
 25. Linder, B., Thermodynamics and Introductory Statistical Mechanics, 2004.
 26. Touloukian, Y.S., Buyco, E.H., Specific Heat of Metallic Elements and Alloys, Thermophysical Properties of Matter, Volume 4, IFI/PLENUM, 1970.
 27. Measurement of the thermal capacity of solids by DSC, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Volume 32, 451–461, G.K. 2, Number 2 / March, 1987.
 28. Park, S.H., Lee, Y.W., Gim, J.J., S.H., Ri H.C., Choi, E.J., Specific heat study of $(\text{Mg}_{0.85}\text{Zn}_{0.15})\text{CNi}_3$ and MgCNi_3 , Physica C, Volume 400, Number 3, pp. 160–164(5), 1 January 2004.
 29. Prasad, R., Agarwal, R., Roy, K.N., Iyer, V.S., Venugopal, V., and Sood, D.D., Determination of Thermal Properties of $\text{Cs}_2\text{Cr}_2\text{O}_7(\text{s,l})$ by High Temperature Calvet Calorimetry, Journal of Nuclear Materials vol 167, p261–264 (HT1000 / Drop method: B0599), 1989.
 30. Handa, Y.P., Hawkins, R.E. and Murray, J.J., Enthalpies of Fusion and Heat Capacities for Ice and Tetrahydrofuran Hydrate in The Range 85 to 270 K, J.Chem. Thermodynamics vol 16, p623–632 (BT215: AN102+B0428), 1984.
 31. Gambino, M., Gaune, P., and Bros, J.P., Thermodynamic properties of strontium and barium feldspars, Thermochemica acta vol 175, p119-127 (DSC111: AN080+B0733), 1991.
 32. Lu, Z.P., Li, Y., Ng, S.C., Feng, Y.P., Study of glass transition of metallic glasses by temperature-modulated differential scanning calorimeter (MDSC),

- Thermochim. Acta, 357–358 ,65-69, 2000.
33. Şad, F., Yarıiletkenlerde İletkenlik Ölçümleri, Yüksek Lisans Tezi, Mersin Üniversitesi, MERSİN, 2010.
 34. Türhan, İ., Tepehan, G.G., Tantalum Oksit Katkılı Vanadyum Oksit İnce Filmlerin Özellikleri, İTÜ dergisi/c fen bilimleri Cilt:7, Sayı:1, 27-37 Kasım 2009.
 35. Tezel, T., Bükülebilir Fotovoltaik Uygulamalar İçin Yarıiletken İnce Filmlerin Sentezi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Orta Doğu Teknik Üniversitesi, ANKARA, 2009.
 36. İzci, F., Spray Pyrolysis Metodu ile Elde Edilen $Cd_{1-x}In_xS$ Filmlerin Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Osmangazi Üniv., ESKİŞEHİR, 1996.
 37. Şafak, H., İnce Film Cu_xS/CdS Güneş Pilleri, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniv., KONYA,1989.
 38. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM),
<http://www.istanbul.edu.tr/eng2/metalurji/sem.htm>
 39. Saçak, M., Polimer Kimyası, ISBN:975-8640-27-5, p.87, ANKARA, 2002.
 40. Schukken Jr, R.M., Roy Jr, R.E. and Cox , R.H., J. Polymer Sci. Part C, 6,18, 1964
 41. SETARAM Scientific & Industrial Equipments, LABSYS TG-DTA/DSC Users Manual, Appandix p. 125-138 yılll ve SETARAM Scientific & Industrial Equipments, DSC 131 Manual, Commussioning Utilisations, p. 14-15 yıl
 42. Zuithoff, A.J., Rec. Trav. Chim., 59, 131-60, 1940.
 43. Touloukian, Y.S., Buyco, E.H., Thermophysical properties of matter volume 5, Ifi/Plenum, New York –Washington-1970.

ÖZGEÇMİŞ

1983 Yılında Mersin’de doğdum. İlk ve Ortaöğretimi sırasıyla Mersin Fatih İ.Ö.O. ve Mersin Tevfik Sırrı Gür Lisesi’nde tamamladım. Erciyes Üniversitesi Yozgat Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünü 2008 yılında bölüm birincisi olarak başarıyla bitirdim. Yüksek lisans eğitimime Bozok Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik A.B.D.’da 2008 yılında başladım.

İletişim:

Çilek Mah.6341 Sokak No:9

33020 Akdeniz/MERSİN

E-Posta: sinankaya33@gmail.com