

KİMYASAL DEPOLAMA YÖNTEMİ İLE ELDE
EDİLEN PbS YARI İLETKEN FİLMLEİN YAPISAL
VE OPTİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi

Fizik Anabilim Dalı

Fatma YAVUZ

Danışman:

Yrd. Doç. Dr. Fatma GÖDE

Ocak, 2012

BURDUR



T.C.
MEHMET AKİF ERSOY ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS JÜRİ ONAY FORMU

Fatma YAVUZ tarafından Yrd. Doç. Dr. Fatma GÖDE yönetiminde hazırlanan “Kimyasal Depolama Yöntemi ile Elde Edilen PbS Yarı İletken Filmlerin Yapısal Ve Optik Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi 20/01/2012

Doç. Dr. CebraİL GÜMÜŞ
Çukurova Üniversitesi

Başkan

Yrd. Doç. Dr. Serdar ÜNLÜ
Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi

Jüri Üyesi

Yrd. Doç. Dr. Fatma GÖDE
Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi

Jüri Üyesi

ONAY

Bu tez, Enstitü Yönetim Kurulunun/...../..... tarih ve/..... sayılı kararı ile kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Ekrem ÇİÇEK
Enstitü Müdürü

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
İÇİNDEKİLER	i
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
2. MATERYAL ve YÖNTEM	3
2.1. X-Işını Kırınımı	3
2.2. Difraksiyon Metotları	4
2.2.1. Laue Metodu	5
2.2.2. Döner Kristal Metodu	6
2.2.3. Toz Metodu	7
2.3. X-Işınları Spektroskopisi	8
2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	9
2.4.1. SEM'in Yapısı ve Görüntü Oluşumu	9
2.5. Soğurma	12
2.5.1. Temel Soğurma Olayı	17
2.5.2. Direkt Bant Geçişi	18
2.5.3. İndirekt Bant Geçişi	20
2.6. PbS İnce Filmlerin Elde Edilmesi	21
2.6.1. Kimyasal Depolama Yöntemi	21
2.6.2. Cam Alttabanların Hazırlanması	22
2.6.3. Çözelti hazırlanması	23
2.6.4. Deneyin yapılışı	23

2.6.5. Kimyasal Reaksiyon	24
2.6.6. Elde Edilen Filmlerin Kalınlıklarının Hesaplanması	25
3. ARAŞTIRMA BULGULARI	26
3.1. PbS Yarı İletken Filmlerin Yapısal Özellikleri	26
3.1.1. Deney A Sonucunda Elde Edilen PbS Filmlerin X-ışını Kırınım Desenleri	26
3.1.2. Deney B sonucunda Elde Edilen PbS Filmlerin X-ışını Kırınım Desenleri	35
3.2. PbS Yarı İletken Filmlerin Optik Özellikleri	37
3.2.1. Deney A sonucunda Elde Edilen Filmlerin Optik Özellikleri	38
3.2.2. Deney B sonucunda Elde Edilen Filmlerin Optik Özellikleri	54
3.3. PbS Filmlerin Yüzeysel Özellikleri	62
3.3.1. Deney A Sonucunda Elde Edilen PbS Filmlerin Yüzeysel Özellikleri	62
3.3.2. Deney B Sonucunda Elde Edilen PbS Filmlerin Yüzeysel Özellikleri	67
4. TARTIŞMA ve SONUÇ	72
5. KAYNAKLAR	73
ÖZGEÇMİŞ	76

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

KİMYASAL DEPOLAMA YÖNTEMİ İLE ELDE EDİLEN PbS YARI İLETKEN FİLMLEİN YAPISAL VE OPTİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Fatma YAVUZ

Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Bu çalışmada, PbS yarı iletken ince filmleri, kompleks arabulucu olarak kullanılan tri-sodyum sitrat (TSS) miktarı hacim olarak 0,1 ml'den 0,5 ml' ye kadar değiştirilerek oda sıcaklığında (30 °C) ve farklı bekleme sürelerinde cam alttabanlar üzerine kimyasal depolama yöntemi kullanılarak elde edilmiştir. Elde edilen filmlerin kalınlıkları tartım yöntemi kullanılarak 1020–1270 nm arasında hesaplanmıştır. X-ışını kırınım desenlerinden, elde edilen filmlerin kübik yapıda oldukları saptanmıştır. Soğurma spektrumu ölçümlerinden filmlerin doğrudan bant aralığına sahip olduğu ve yasak enerji aralığının 2,48–3,04 eV arasında değiştiği belirlenmiştir. Elde edilen filmlerin kırılma indisleri (n), 2,14–3,63 arasında değişmiştir. Soğurma, geçirgenlik ve yansıma eğrileri kullanılarak elde edilen PbS filmlerin optik parametreleri, sönüm katsayıları (k), dielektrik sabitinin reel (ϵ_1) ve sanal (ϵ_2) kısımları hesaplanmıştır. Sönüm katsayısı değeri 0,11–0,35 arasında değişirken dielektrik sabitinin reel kısmı 4,58–13,08 arasında ve sanal kısmı ise 0,49–2,58 arasında değişmiştir.

Anahtar Kelimeler: PbS, Kimyasal Depolama Yöntemi, X-ışınları Kırınımı, Optik Özellikler

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Fatma GÖDE, Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü

Hazırlanan bu Yüksek Lisans tezi Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından 0119-YL-10 no'lu projeden desteklenmiştir.

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

STRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF PbS SEMICONDUCTOR FILMS PRODUCED BY CHEMICAL BATH DEPOSITION METHOD

Fatma YAVUZ

Mehmet Akif Ersoy University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics

In this study, PbS semiconductor thin films have been obtained changing the complex agent (tri-sodium citrate) amount in volume from 0,1 ml to 0,5 ml at room temperature for different deposition times on glass substrates through the chemical bath deposition method. The thicknesses of films have been calculated between 1026 and 1270 nm by using the weight difference method. X-ray diffraction spectra of the films have shown that PbS films are cubic in structure. PbS films have been determined to have direct band gap characteristics and it is observed that the band gap value changes from 2,48 eV to 3,04 eV. Obtained films have refractive index (n) values in the range 2,14–3,63. From the absorption and transmission curves, the optical parameters of the PbS films such as extinction coefficient (k) real (ϵ_1) and imaginary (ϵ_2) parts of dielectric constant were also evaluated. Extinction coefficient value has changed between 0,11 and 0,35 while the real and imaginary parts of dielectric constant have changed in the range 4,58–13,08 and 0,49–2,58, respectively.

Keywords: PbS, Chemical Bath Deposition Method, X-Ray Diffraction, Optical Properties

Advisor: Asst. Prof. Dr. Fatma GÖDE, Mehmet Akif Ersoy University, Arts and Science Faculty, Department of Physics

The present M.Sc. thesis was supported by Management Unit of Scientific Research Projects of Mehmet Akif Ersoy University under the project no of 0119-YL-10.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesinde beni yönlendiren, bilimsel katkılarını ve tecrübelerini benimle paylaşan sayın hocam Yrd. Doç. Dr. Fatma Göde'ye en içten saygı ve teşekkürlerimi sunarım. X-ışınları kırınım desenlerinin analizinde yardımcı olan Erciyes Üniversitesi Eğitim Fakültesi Bölümünden Öğr. Gör. Dr. Emine Güneri'ye teşekkür ederim. Ayrıca, bugünlere gelmemde emeği ve katkısı olan değerli anneme ve babama, ayrıca sevgili kardeşlerim Seda ve Eda'ya çalışmam süresince gösterdikleri sabır ve verdikleri sonsuz destek için çok teşekkür ederim.

Son olarak, bu çalışma Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenmiştir (Proje No: 0119-YL-10). Bu sebepten dolayı Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonuna ayrıca teşekkürü borç bilirim.

Fatma YAVUZ
BURDUR, 2012

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1. X-ışınlarının kristal tarafından kırınımına uğratılması	4
Şekil 2.2. Geçirmeli (a) ve geri yansımali Laue metodları (Cullity, 1978).	5
Şekil 2.3. Döner kristal metodu ile birim hücre tayini (Cullity, 1978)	6
Şekil 2.4. (a) Toz metodunda duran bir toz kütesinden oluşan hkl..... yansıması, (b) difraksiyona uğramış radyasyon konisi.....	7
Şekil 2.5. X-ışını spektrometresi	8
Şekil 2.6. Taramalı elektron mikroskobunun şekli	10
Şekil 2.7. SEM de görüntü oluşumu	11
Şekil 2.8. İnce bir filmde çok yansımali ışık geçirimi	15
Şekil 2.9. Yarı iletken de temel soğurma spektrumu	17
Şekil 2.10. Direkt bant geçişi	19
Şekil 2.11. Bir yarı iletken de indirekt vadiler arası indirekt bant geçişi.....	20
Şekil 3.1. Deney A'nın hazırlama koşullarında 30 °C'de 0,1 ml TSS..... kullanılarak elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	27
Şekil 3.2. Deney A'nın hazırlama koşullarında 30 °C'de 0,2 ml TSS..... kullanılarak elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	27
Şekil 3.3. Deney A'nın hazırlama koşullarında 30 °C'de 0,3 ml TSS..... kullanılarak elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	28
Şekil 3.4. Deney A'nın hazırlama koşullarında 30 °C'de 0,4 ml TSS..... kullanılarak elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	28
Şekil 3.5. Deney A'nın hazırlama koşullarında 30 °C'de 0,5 ml TSS..... kullanılarak elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	29
Şekil 3.6. A4 nolu numunenin hazırlama koşullarında 30 °C'de 75 dakika	30
Şekil 3.7. A4 nolu numunenin hazırlama koşullarında 30 °C'de 90 dakika	30
	bekletilerek elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri

Şekil 3.8.	A4 nolu numunenin hazırlama koşullarında 30 °C’de 105 dakika	31
	bekletilerek elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	
Şekil 3.9.	A4 nolu numunenin hazırlama koşullarında 30 °C’de 135 dakika	31
	bekletilerek elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	
Şekil 3.10.	PbS’ye ait standart kart (PDF kart no: 05-0592)	32
Şekil 3.11.	Tetragonal yapıdaki Pb ₃ O ₄ ’e ait standart kart.....	33
	(PDF kart no: 76-1799).....	
Şekil 3.12.	Deney B sonucunda elde edilen B1 numunesine ait 100 dakika	35
	bekletilerek elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	
Şekil 3.13.	Deney B sonucunda elde edilen B2 numunesine ait 115 dakika	36
	bekletilerek elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	
Şekil 3.14.	Deney B sonucunda elde edilen B3 numunesine ait 130 dakika	36
	bekletilerek elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	
Şekil 3.15.	Deney B sonucunda elde edilen B4 numunesine ait 145 dakika	37
	bekletilerek elde edilen PbS filminin x-ışını kırınım desenleri	
Şekil 3.16.	Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak.....	39
	elde edilen PbS ince filmlerin temel soğurma	
	spektrumlarının dalgaboyuna göre değişim grafiği	
Şekil 3.17.	Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak.....	39
	elde edilen PbS ince filmlerin geçirgenlik spektrumlarının.....	
	dalgaboyuna göre değişim grafiği.....	
Şekil 3.18.	Deney A sonucunda 0,1 ml TSS kullanılarak elde edilen	40
	film için $(\alpha hv)^2$ ’nin foton enerjisi (hv)’ye göre grafiği.....	
Şekil 3.19.	Deney A sonucunda 0,2 ml TSS kullanılarak elde edilen	41
	film için $(\alpha hv)^2$ ’nin foton enerjisi (hv)’ye göre grafiği.....	
Şekil 3.20.	Deney A sonucunda 0,3 ml TSS kullanılarak elde edilen	41
	film için $(\alpha hv)^2$ ’nin foton enerjisi (hv)’ye göre grafiği.....	
Şekil 3.21.	Deney A sonucunda 0,4 ml TSS kullanılarak elde edilen	42
	film için $(\alpha hv)^2$ ’nin foton enerjisi (hv)’ye göre grafiği.....	
Şekil 3.22.	Deney A sonucunda 0,5 ml TSS kullanılarak elde edilen	42
	film için $(\alpha hv)^2$ ’nin foton enerjisi (hv)’ye göre grafiği.....	

Şekil 3.23. Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak.....	44
elde edilen PbS ince filmlerin kırılma indisinin	
dalgaboyuna göre değişim grafiği.....	
Şekil 3.24. Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak.....	45
elde edilen PbS ince filmlerinin sönüm katsayısının	
dalgaboyuna göre değişim grafiği.....	
Şekil 3.25. Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak.....	46
elde edilen PbS ince filmlerinin dielektrik sabitinin	
reel kısmının dalgaboyuna göre değişim grafiği.....	
Şekil 3.26. Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak.....	47
elde edilen PbS ince filmlerinin dielektrik sabitinin	
sanal kısmının dalgaboyuna göre değişim grafiği	
Şekil 3.27. 0,4 ml TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında.....	47
elde edilen PbS ince filmlerin $A-\lambda$ grafiği	
Şekil 3.28. 0,4 ml TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında.....	48
elde edilen PbS ince filmlerin $T-\lambda$ grafiği	
Şekil 3.29. 0,4 ml TSS kullanılarak 75 dakika bekletilerek elde	49
edilen film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.....	
Şekil 3.30. 0,4 ml TSS kullanılarak 90 dakika bekletilerek elde	49
edilen film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.....	
Şekil 3.31. 0,4 ml TSS kullanılarak 105 dakika bekletilerek elde	50
edilen film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.....	
Şekil 3.32. 0,4 ml TSS kullanılarak 135 dakika bekletilen elde	50
edilen film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.....	
Şekil 3.33. 0,4 ml TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında.....	51
elde edilen PbS ince filmlerin $n-\lambda$ grafiği	
Şekil 3.34. 0,4 ml TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında.....	52
bekletilen PbS ince filmlerin $k-\lambda$ grafiği	
Şekil 3.35. 0,4 ml TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında.....	53
bekletilen PbS ince filmlerin $\varepsilon_1 - \lambda$ grafiği.....	
Şekil 3.36. 0,4 ml TSS kullanılarak, farklı depolama zamanlarında.....	54
bekletilen PbS ince filmlerin $\varepsilon_2 - \lambda$ grafiği.....	

Şekil 3.37. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında.....	55
elde edilen PbS ince filmlerin $A-\lambda$ grafiği	
Şekil 3.38. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında.....	55
elde edilen PbS ince filmlerin $T-\lambda$ grafiği	
Şekil 3.39. Deney B sonucunda 100 dakika bekletilerek elde edilen	56
film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.....	
Şekil 3.40. Deney B sonucunda 115 dakika bekletilerek elde edilen	57
film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.....	
Şekil 3.41. Deney B sonucunda 130 dakika bekletilerek elde edilen	57
film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.....	
Şekil 3.42. Deney B sonucunda 145 dakika bekletilerek elde edilen	58
film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.....	
Şekil 3.43. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında.....	59
elde edilen PbS ince filmlerin $n-\lambda$ grafiği	
Şekil 3.44. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında.....	60
elde edilen PbS ince filmlerin $T-\lambda$ grafiği	
Şekil 3.45. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında.....	61
elde edilen PbS ince filmlerin $\varepsilon_1 - \lambda$ grafiği	
Şekil 3.46. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında.....	61
elde edilen PbS ince filmlerin $\varepsilon_2 - \lambda$ grafiği	
Şekil 3.47. Deney A şartlarında, 0,4 ml TSS kullanılarak ve	63
75 dakika bekletilerek elde edilen filmin.....	
(a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve	
(d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.....	
Şekil 3.48. Deney A şartlarında, 0,4 ml TSS kullanılarak ve	64
90 dakika bekletilerek elde edilen filmin.....	
(a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve	
(d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.....	
Şekil 3.49. Deney A şartlarında, 0,4 ml TSS kullanılarak ve	65
105 dakika bekletilerek elde edilen filmin.....	
(a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve	
(d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.....	

Şekil 3.50. Deney A şartlarında 0,4 ml TSS kullanılarak ve66	120 dakika bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken.....
	ince filminin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve
	(d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.....
Şekil 3.51. Deney A şartlarında 0,4 ml TSS kullanılarak ve67	135 dakika bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken.....
	ince filminin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX,(c) 20.00KX ve
	(d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.....
Şekil 3.52. Deney B şartlarında 100 dakika bekletilerek68	elde edilen PbS yarı iletken ince filminin.....
	(a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX
	büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri
Şekil 3.53. Deney B şartlarında 115 dakika bekletilerek69	elde edilen PbS yarı iletken ince filminin (a) 5.00KX,
	(b) 10.00KX,(c) 20.00KX ve (d) 30.00KX.....
	büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri
Şekil 3.54. Deney B şartlarında 130 dakika bekletilerek70	elde edilen PbS yarı iletken ince filminin (a) 5.00KX,
	(b) 10.00KX,(c) 20.00KX ve (d) 30.00KX.....
	büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri
Şekil 3.55. Deney B şartlarında 145 dakika bekletilerek71	elde edilen PbS yarı iletken ince filminin (a) 5.00KX,
	(b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX.....
	büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 2.1. Difraksiyon metotları.....	5
Çizelge 3.1. A4 numunesinin şartlarında ve farklı zamanlarda elde edilen filmlerin 2θ , d (Å), FWHM, D ve (hkl) değerlerinin standart değerlerle karşılaştırılması	34
Çizelge 3.2. B1, B2, B3, B4 numunelerine ait..... 2θ , d (Å), a (Å), D , FWHM ve (hkl) değerlerinin standart değerlerle karşılaştırılması	38
Çizelge 3.3. Deney A şartlarında farklı miktarlarda TSS kullanılarak elde edilmiş filmlerin kalınlıkları, yasak enerji aralıkları, kırılma indisleri, sönüm katsayıları, reel ve sanal dielektrik sabitleri ($\lambda = 600$ nm)	43
Çizelge 3.4. Deney A şartlarında 0,4 ml TSS kullanılarak farklı kalınlıklarda elde edilmiş filmlerin kalınlıkları, yasak enerji aralıkları, kırılma indisleri, sönüm katsayıları, reel ve sanal dielektrik sabitleri ($\lambda = 600$ nm)	51
Çizelge 3.5. Deney B şartlarında farklı depolama zamanlarında elde edilen filmlerin kalınlıkları, yasak enerji aralıkları, kırılma indisleri, sönüm katsayıları, reel ve sanal dielektrik sabitleri ($\lambda = 600$ nm)	58

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

PbS	Kurşun sülfür
TEA	Trietanolamin
TSS	Tri-sodyum sitrat
h	Planck sabiti $\hbar = h/2\pi$
θ	Bragg açısı
c	Işık hızı
λ	Gelen fotonun dalgaboyu
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
I	Film içine giren ışık miktarı
I_0	Materyale gelen ışının şiddeti
I_T	Ortamdan geçen ışının şiddeti
Δx	Soğurmaya uğrayan materyalin kalınlığı
α	Lineer soğurma katsayısı
ΔI	Δx kalınlıktaki bölgeden geçtikten sonra gelen ışığın şiddetindeki azalma
Δm	Filmin kütlesi
ρ_f	Filmin yoğunluğu
S	Cam tabanın yüzey alanı
a	Örgü parametresi
d	Kristal düzlemleri arası uzaklık
E_g	Yasak enerji aralığı

E_c	İletim bandı enerji seviyesi
E_v	Valans bandı enerji seviyesi
E_F	Fonon enerjisi
e	Temel yük
$f(E)$	Fermi-Dirac dağılım fonksiyonu
k_B	Boltzman sabiti
m_e^*	İletim bandındaki elektronların etkin kütlesi
m_h^*	Valans bandındaki hollerin etkin kütlesi
ν	Işığın frekansı
t_f	Film kalınlığı
XRD	X-ışınları kırınımı
D	Ortalama parçacık boyutu
FWHM	Yansıma düzlemine ait pikin radyan cinsinden yarı pik genişliği
A	Soğurma
T	Geçirgenlik
R	Yansıma
n	Kırılma indisi
k	Sönüm katsayısı
ϵ_1	Dielektrik sabitinin reel kısmı
ϵ_2	Dielektrik sabitinin sanal kısmı

1. GİRİŞ

21. yüzyılın ilk çeyreğinde insanoğlunun enerji kaynaklarına bakış açısı değişmiştir. Petrol ve diğer fosil yakıtların tükenmeye başlaması, çevre kirliliği ve küresel ısınma gibi etkenler yenilenebilir enerji kaynaklarının araştırılmasını zorunlu hale getirmiştir. Yeni enerji kaynağı arayışına giren insanoğlu, mevcut diğer enerji kaynaklarına göre kıyaslanamayacak kadar uzun ömürlü, bitmek tükenmek bilmez bir kaynak olarak gözükten güneşten yararlanabilmek için yoğun bir araştırma temposuna girmiştir. Bu arayışın sonucunda, güneş enerjisinin günlük hayatta yaygın bir şekilde kullanılması amacı ile güneş pilleri bulunmuştur.

Güneş pili, güneş ışığını doğrudan elektrik enerjisine çeviren bir p-n eklemidir. Güneş pillerinin yapımı bir ölçüde kolay olup, iyi kullanılırsa ömürleri uzun, yüksek verim için sıcaklık gerektirmeyen bir aygıt olmaları, verdikleri enerjiye göre kütlelerinin küçük olması, artıkları ve çevreye zararlarının olmaması, çok kolay taşınabilme özellikleriyle kullanım alanını gün geçtikçe artırmaktadır. İnorganik güneş pillerinin temelini ise yarı iletken teknolojisi oluşturmaktadır. Günlük yaşamımızda hemen her alanda kullandığımız yarı iletken aygıtlar içerisinde önemli bir yere sahip olan yarı iletken ince filmlerin kalınlıkları 100–1500 nm arasında değişmektedir. Yarı iletken ince filmler farklı birçok malzeme üzerine (örnek olarak cam alttabanlar, indiyum oksit kaplı alttabanlar (ITO) ve flor katkılı indiyum oksit kaplı alttabanlar (FTO) olmak üzere) kaplanarak malzemelerin yapısal, optiksel ve elektriksel özelliklerini değiştirmektedirler.

Bu çalışmanın konusu olan PbS oldukça dar yasak enerji aralığına sahiptir. PbS diğer VI-VI yarı iletkenlerle karşılaştırıldığında sıcaklık ve bant aralığı değişimlerine çok daha fazla tepki verir. Ayrıca Si gibi diğer yarı iletkenlerle karşılaştırıldığında tane boyutuna oldukça duyarlıdır. Bu özellikleri ise PbS bileşimini, nanoyapıdaki cihazların üretiminde yaygın olarak kullanılmasına yol açmıştır. IV-VI grup elementlerinin en önemlilerinden birisi olan PbS bileşiğinin bant aralığı 0,41 eV olan hacim değerinden nanoparçacık boyutu değiştirilerek 2,3 eV değerine kadar arttırılabilir (Wise, 2001). PbS, Bohr yarıçapı düşünüldüğünde ($a_0 = 0,529 \text{ \AA}$) oldukça yüksek eksiton Bohr yarıçapına sahiptir (180 \AA). Bu sebepten dolayı kristal boyutu Bohr yarıçapından küçük olduğu zaman soğurma sınırı kuantum sınırlamalarından dolayı görünür bölgede maviye doğru kayar [Kostić ve diğ.,

2008; Cottey, 1971; Hugh ve diğ., 2009]. Yani diğeri bir değışle yasak enerji aralığında artma gözlenir.

PbS ince filmler bir çok alanda kullanım alanlarına sahiptir. Bunlardan bazıları ince film transistörler (Morales-Fernández ve diğ., 2010), ışık yayan diyotlar (Konstantatos ve diğ., 2005), kızıl ötesi dedektörler (Zhu ve diğ., 2000) ve soğurucu tabaka olarak güneş pillerinde (Moreno-García ve diğ., 2011; Hernández-Borja ve diğ., 2011).

PbS yarı iletken filmler birçok yöntemle hazırlanabilmektedir. Elektrodepolama (Wang ve diğ., 2000), Solvothermal (Duan ve diğ., 2007), mikrodalga ve sonokimyasal (Zhao ve diğ., 2004), mikrodalga ile ısıtma (Wang ve diğ., 2001), SILAR (Preetha ve diğ., 2012) ve kimyasal depolama (Rempel ve diğ., 2005;) yöntemleri PbS filmlerin üretiminde kullanılan yöntemlerden bazılarıdır. Bu metotların çoğu geniş yüzey kaplamaları, düşük sıcaklık süreci ve düşük üretim maliyeti için uygun değildir. Ayrıca geniş alanları kaplamak için kullanılacak malzemeler oldukça pahalıdır. Kimyasal depolama yöntemi (Göde, 2011; Kariper ve diğ., 2011) ince film üretimi için düşük maliyetli ve uygulanması kolay olduğundan dolayı da ilgi çekici bir yöntemdir.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. X-Işını Kırınımı

Bir kristal, atomların üç boyutlu uzayda periyodik dizilmeleriyle oluşturdukları katı olarak tarif edilebilir. Katıların kristal yapısı materyali oluşturan atom, atom grupları ve moleküllerin üç boyutlu uzayda belirli bir geometrik düzende sıralanarak bir araya gelmesi ile oluşur (Cullity, 1978; Durlu, 1992).

Görünür ışık kullanarak kristalin iç yapısı hakkında bilgiler elde edemeyiz. Çünkü görünür ışığın dalgaboyu, kristalin atom ve molekülleri arasındaki boşluklarla kıyaslandığında oldukça büyüktür. Kristal yapısını incelemek için dalgaboyları görünür ışığa göre çok daha küçük olan X-ışını, nötron ve elektronlar kullanılır. Fakat bunların içinde en fazla kullanılanı X-ışınlarıdır (Kittel, 1996; Blakemore, 1985).

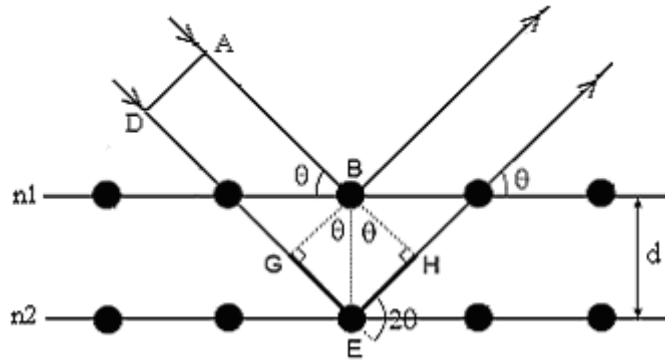
X-ışınlarının kristaller aracılığıyla kırınımının mümkün olduğunu ilk olarak 1912'de Alman fizikçi Von Laue göstermiştir. Laue'nin yaptığı deneyler hem X-ışınlarının dalga karakterini, hem de atomların bir kristal içerisinde periyodik düzende olduğunu ispatlamıştır. Bu deneyleri inceleyen İngiliz fizikçi W.L. Bragg yine 1912 yılında Laue deneyini başarılı bir şekilde analiz etmiş ve kırınım için gerekli koşulları Laue tarafından kullanılan daha basit bir matematiksel formda ifade edebilmiştir. Sonraki yıllarda da bazı kristal yapıları ilk olarak eksiksiz analiz etmiştir (Cullity, 1978).

Materyallerin kristal yapıları ile ilgili çalışmalarda X-ışınlarının kırınımından yararlanılmaktadır. Bir X-ışınının enerjisi, dalgaboyu ile ters orantılıdır ve enerjisi $E = hc/\lambda$ 'dır, dalgaboyu ise 0,1-100 Å arasında değişir. Kristal çalışmalarında 0,2 Å ile 2,5 Å arasındaki dalgaboylu X-ışınları kullanılır. Bu çalışmada dalgaboyu 1,54056 Å olan $CuK_{\alpha 1}$ tek dalgaboylu X-ışınları kullanılmıştır.

X-ışınlarının kristalde kırınıma uğraması için belirli geometrik şartların gerçekleşmesi gerekmektedir. Bir kristale X-ışını gönderildiği zaman, kristaldeki atomlara ait elektronlar aynı frekansta titreşmeye zorlanırlar. Böylece, kristaldeki elektronlar, her yönde aynı dalgaboyunda ışın yayınlırlar. Kristaldeki her atomun bütün elektronları, X-ışınlarının saçılmasına katkıda bulunurlar ve küresel dalga şeklinde aynı faz ile aynı frekansta ışın yaparlar. Aynı frekansta ışın yapan bu örgü noktalarındaki atomlar birer

kaynak gibi davranırlar. Bu ışınlar bazı yönlerde birbirlerini kuvvetlendirirken bazı yönlerde ise zayıflatırlar. Yani, bu ışınlar yapıcı ve yıkıcı girişim yaparlar.

Bir kristalden kırınım olayının açıklanması W.L. Bragg tarafından yapılmıştır. Kırınım olayı Şekil 2.1’de gösterildiği gibi, kristaldeki atomların oluşturduğu farklı düzlem tabakalarından yansıyan dalgaların girişimleri sonucu oluşur. Yansıma düzlemleri kristalin yüzeyini oluşturan düzlemlerden tamamen farklı olabilir. Kristalin paralel düzlemlerine θ açısı yaparak gelen tek dalgaboylu X-ışınlarının kırılmadığı kabul edilirse, kristale giren X-ışınları düzlemlerden θ açısı yaparak yansıyacaktır. Bu ışınlar yol farkından dolayı birbirlerini yapıcı veya yıkıcı yönde etkilerler. Girişim yapıcı ise A ve D nolu ışınlar arasındaki yol farkı, dalgaboylarının tam katlarına eşit olmalıdır.



Şekil 2.1. X-ışınlarının kristal tarafından kırınımına uğratılması.

Yol Farkı = $\overline{GE} + \overline{EH} = d\sin\theta + d\sin\theta$ ile verilir. Buradan

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.1)$$

yol farkının dalgaboyunun tam katlarına eşit olması gerektiği görülür. Bu eşitlik Bragg yasası olarak bilinir. Burada, d kristal düzlemleri arası uzaklığı, n bir tam sayı olmak üzere yansıma mertebesini, λ ise ışının dalgaboyunu göstermektedir.

Bir kristalde X-ışınları kırınımı Bragg yasası sınırları içinde meydana gelir. Bragg yasasının koşulları sağlanarak üç farklı yöntemle X-ışınları kırınımından veri elde edilebilir. Bunlar Laue, döner kristal ve toz yöntemleridir.

2.2. Difraksiyon Metotları

Difraksiyonun olması için $\lambda = 2d\sin\theta$ şartının sağlanması gerekir. Bu denklem verilen herhangi bir kristal için λ ve θ üzerine çok sınırlayıcı şartlar koyar. Monokromatik bir radyasyonla, bir monokristalin bir X-ışını demeti içine keyfi şekilde konulması halinde, genel olarak hiç difraksiyon demeti ortaya çıkmaz. Bragg kanununun gerçekleşmesi için bir yol bulunmalıdır ve bu deney süresince λ yı ya da θ yı değiştirmekle mümkün olur (Çizelge 2.1). Bunların değiştirilme tarzına göre üç esas difraksiyon metoduna varılır.

Çizelge 2.1. Difraksiyon metotları (Cullity, 1978).

Metot	λ	θ
Laue metodu	Değişken	Sabit
Döner kristal metodu	Sabit	Değişken(kısmen)
Toz metodu	Sabit	Değişken

2.2.1. Laue Metodu

Laue yönteminde kristal sabit tutularak değişen dalgalarda X-ışınları gönderilerek difraksiyon koşulları sağlanır. X-ışınları demeti heterojen olarak kullanılır yani beyaz ışınım söz konusudur. Kaynak, kristal ve filmin izafi durumuna göre Laue metodunun Geçirmeli Laue (Şekil 2.2a) ve geri yansımali Laue (Şekil 2.2b) olmak üzere iki şekli vardır. Her birinde film düzdür ve gelen demete dik konur.

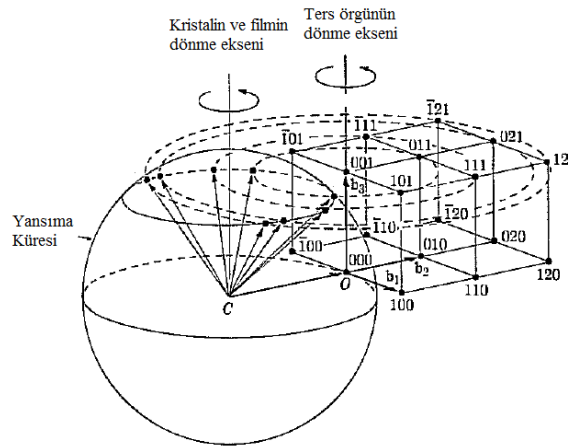


Şekil 2.2. Geçirmeli (a) ve geri yansımali Laue metodları (Cullity, 1978).

Geçirmeli Laue metodunda film kristalin arkasına konur ve öne doğru olan difraksiyon demetlerini kaydeder. Bu metoda Geçirme Laue metodu denmesinin sebebi difraksiyon demetlerinin kısmen kristal içinden geçmesidir. Geri yansımalı Laue metodunda ise film kristal ile X-ışınları kaynağı arasına konur. Gelen demet filmdeki bir delikten geçer ve geriye doğru olan difraksiyon demetleri kaydedilir.

2.2.2. Döner Kristal Metodu

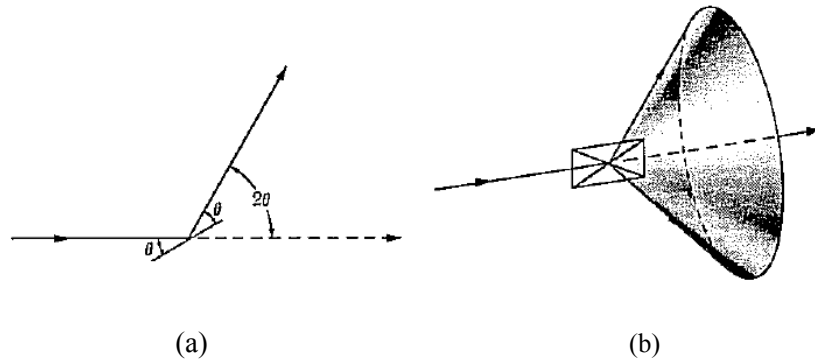
Döner kristal yönteminde monokromatik X-ışınları kullanılırken kristal belirlenmiş bir eksen etrafında döndürülerek Bragg yasasını gerçekleyen açılarda difraksiyon meydana gelmesi sağlanır. Bir tek kristal, monokromatik X-ışını demetine dik olarak yerleştirilir ve silindirik bir film kristalin etrafına sarılır. Kristal seçilen bir eksen etrafında döndürülürken filmin ekseni kristal ekseni ile çakışmalıdır. Difraksiyonun gerçekleşmesiyle film üzerinde düzenli lekeler meydana gelecektir. Film üzerinde meydana gelen lekeler film açıldığı zaman bir takım zahiri paralel doğrular üzerinde bulunacaktır. Bu metodun sağladığı en büyük avantaj, ortaya çıkan yansımada kristalin ayrı düzlemler takımına ait yansımalarının birbirlerinden kolaylıkla ayrılabilmesidir. Dezavantajı ise, kristal yapıya ait eksenlerden birinin bilinmesinin gerekliliğidir. Eğer kristal yapısı bilinmeyen bir numune üzerinde çalışılıyorsa, eksenlerden birini belirlemek uzun zaman alabilir. Şekil 2.3 döner kristal metodu ile birim hücrenin nasıl tayin edildiğini göstermektedir.



2.2.3. Toz Metodu

Toz yönteminde incelenecek kristal çok ince toz haline getirilir ve monokromatik X-ışınları içine yerleştirilir. Her bir toz parçası gelen demete göre keyfi bir şekilde yönlendirilmiş küçük bir kristaldir. Bu durumda Bragg koşulunu sağlayan örgü düzlemlerinde difraksiyon meydana gelir. Toz örnek, merkezinden geçen bir eksen etrafında kolayca dönebilen silindirik bir cam tüp içine konulur. Kırınımın kaydedileceği film ise, tüpün dönme eksenini aynı eksenli silindirin iç yüzeyine yerleştirilir. Çok büyük sayılardaki küçük kristal taneleri tüpte rastgele yöneldiğinden, hemen her zaman, Bragg yasasını sağlayacak şekilde yönelmiş yeterli sayıda kristal tanesi bulunur. Tüpün içindeki örnek tüple beraber tüpün eksenini etrafında döndürülürse, her yeni durum için, başka kristal taneleri kırınım konumuna geçer. Tozun tamamı ele alındığında, bir eksen etrafında değil fakat bütün mümkün eksenler etrafında döndürülen bir tek kristale denktir.

Özel bir hkl yansımasını göz önüne alalım. Tozun bir yahut daha çok zerresi, tesadüfi olarak (hkl) düzlemleri yansıma için doğru Bragg açısı yapacak şekilde yönlendirilmiş olacaktır. Şekil 2.4a bu takıma dahil bir düzlemi ve var olan difraksiyon demetini gösteriyor. Eğer şimdi bu düzlem gelen ışın etrafında θ açısı sabit tutularak döndürülürse yansıyan demet Şekil 2.4b'de görüldüğü gibi bir koni yüzeyi üzerinde gezinecek ve koninin eksenini geçiren demetle çakışacaktır. Aslında toz metodunda bu dönme yoktur fakat her doğrultuyu alması mümkün olan çok sayıda kristal zerrelerinin mevcut olması bu dönmeye denktir.

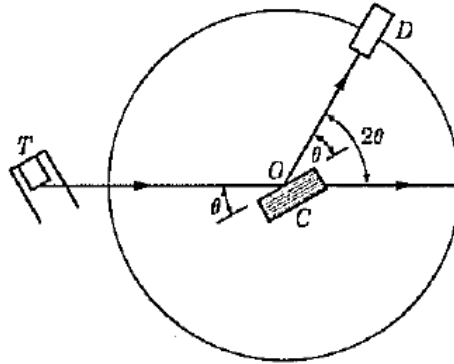


Şekil 2.4. (a) Toz metodunda duran bir toz kütesinden oluşan hkl yansıması ve (b) difraksiyona uğramış radyasyon konisi (Cullity, 1978).

Çünkü bu zerreler (hkl) düzlemleri gelen demet ile doğru Bragg açısı yapan bir kısım vardır ve bu tip düzlemler gelen demet eksenini etrafında bütün dönme durumlarında bulunurlar. Böylece duran bir toz kütesinden oluşan hkl yansıması difraksiyona uğramış radyasyon konisi oluşturur ve latis düzlemleri mesafesi farklı her takım ayrı bir koni verir. Kristal yapı önceden bilinirse, örgü sabitleri büyük bir duyarlılıkla tayin edilir (Dikici, 1993; Rodrigues, 2006). Toz yönteminin en büyük avantajı tek kristal kullanmadan kırınım desenlerini bulmayı mümkün kılmasıdır.

2.3. X-Işınları Spektroskopisi

DeneySEL bakımdan Bragg kanunundan iki şekilde faydalanılabilir. λ dalgaboyu bilinen X-ışını kullanarak θ açısını ölçüp kristal içerisindeki farklı düzlemlerin d mesafesini tayin edebiliriz. Diğer taraftan d düzlemler arası mesafesi bilinen bir kristal kullanılır ve θ açısını ölçerek kullanılan radyasyonun λ dalgaboyunu tayin edebiliriz. Bu X-ışınları spektroskopisidir. X-ışınları spektrometresinin esas kısımları Şekil 2.5'te gösterilmiştir. T tüpünden çıkan X-ışınları, spektrometrenin O merkezinden geçen bir eksen tarafında döndürülerek gelen demete nazaran istenilen açıda konulabilen C kristali üzerine düşer. D bir iyonizasyon odası yahut difraksiyona uğramış X-ışınlarının şiddetini ölçen herhangi bir sayıcıdır ve O etrafında dönebilir, istenilen açısal duruma getirilebilir. Kristal, şekilden de anlaşılacağı gibi, dış yüzü mesafeleri bilinen düzlemler takımına paralel olarak kesilir veya bölünebilir bir kristal ise bölünür.



Şekil 2.5. X-ışını spektrometresi (Cullity, 1978).

Kullanılırken kristale öyle bir durum verilir ki yansıtıcı düzlemleri gelen demetle özel bir θ açısı yapar ve D bu açığa tekabül eden 2θ durumuna konur sonra difraksiyon demetinin şiddeti ölçülür ve Bragg kanunundan dalgaboyu hesaplanır ve bu işlem farklı θ açıları içinde tekrarlanır.

2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) yüksek çözünürlüklü resim oluşturmak için vakum ortamında oluşturulan ve aynı ortamda elektromagnetik lenslerle inceltelen elektron demeti ile incelenecek malzemeyi analiz etmede kullanılan mikroskop çeşididir.

SEM cihazında 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 bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir.

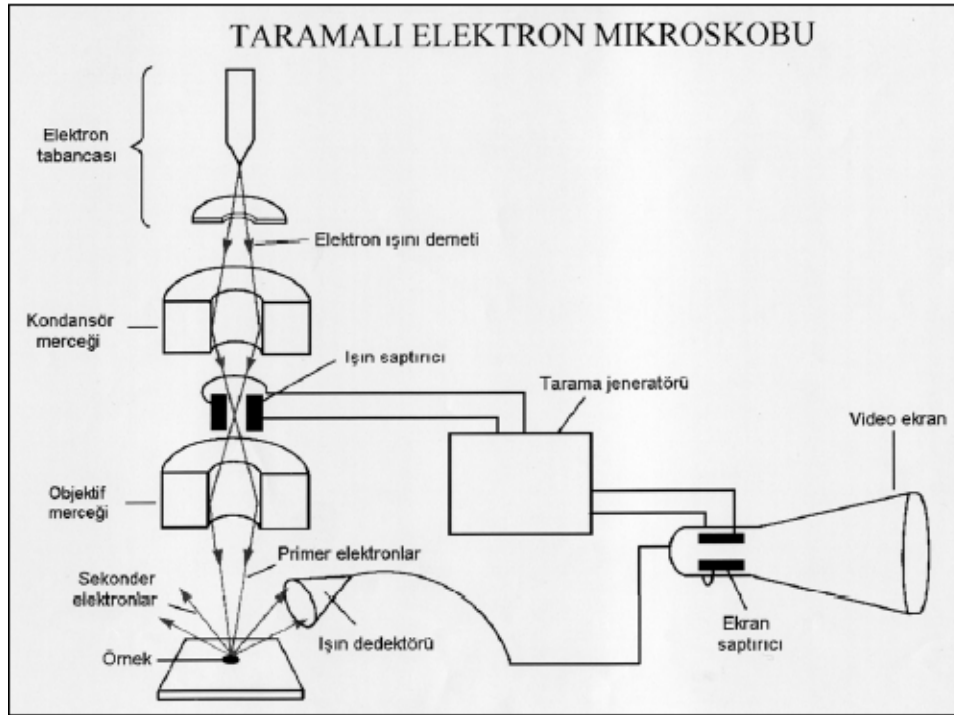
SEM cihazı ile numunelerin yüzey yapılarının incelenmesinin yanı sıra incelenen element analizi için de kullanılabilir. İncelenebilecek örnek çeşitleri oldukça geniş spektrumludur. Anatomi, histoloji, emriyoloji, biyokimya, hücre biyolojisi, adli tıp, mikrobiyoloji, parazitoloji, patoloji, toksitoloji, diş hekimliği gibi biyolojik ve biyomedikal alanlarda, botanik, ziraat, zooloji, oşinografi, çevre ve gıda endüstrisi alanlarında kullanılır.

2.4.1. SEM'in Yapısı ve Görüntü Oluşumu

SEM'in yapısı kısaca optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır (Şekil 2.6). 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 yoğunlaştırıcı mercek, bu merceğe bağlı çeşitli çapta aparatlar ve elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromagnetik alan ile elektron demetini incelemekte ve 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 dedektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla eşzamanlı (senkronize) tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır.

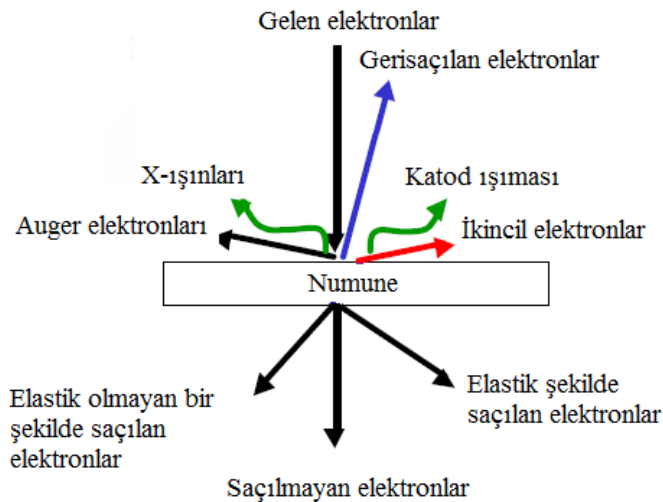
Temel olarak SEM, Tungsten, Lantan hekza borit katottan veya alan emisyonlu tabancadan (FEG) ortaya çıkan elektronların, incelenecek malzeme yüzeyine gönderilmesi sonucu oluşan etkileşimlerden yararlanılması esasına dayanır. SEM'ler de genel olarak elektron enerjisi, 200-300 eV dan 100 keV a kadar değişebilir. Bu amaçla, yoğunlaştırıcı mercekle toplanan, objektif mercekle odaklanan elektron demeti, yine elektromanyetik saptırıcı bobinlerle örnek yüzeyinde tarama işlemini gerçekleştirir (Şekil 2.6). Bir taramalı elektron mikroskobunda görüntü oluşumu temel olarak; elektron demetinin incelenen örneğin yüzeyi ile yaptığı fiziksel etkileşimlerin (elastik, elastik olmayan çarpışmalar ve diğerleri) sonucunda ortaya çıkan sinyallerin toplanması ve incelenmesi prensibine dayanır. Bunlardan ilki, gelen elektron demetindeki elektronların, malzemedeki atomlarla yapmış olduğu elastik olmayan çarpışma sonucu (yani, örnek yüzeyindeki atomlardaki elektronlara enerjilerini transfer ederek) ortaya çıkan ikincil elektronlardır.



Şekil 2.6. Taramalı elektron mikroskobunun şekli.

Bu elektronlar örnek yüzeyinin yaklaşık 10 nm'lik bir derinliğine kadar nüfuz edebilirler ve bunların tipik enerjileri en fazla 50 eV civarındadır. İkincil elektronlar foton çoğaltıcı tüp yardımıyla toplanıp, örneğin tarama sinyali konumuyla ilişkilendirilerek yüzey görüntüsü elde edilir (Şekil 2.7).

Elektron demeti ile incelenen örnek yüzeyindeki malzeme arasındaki etkileşimde ortaya çıkan diğer bir elektron grubu ise geri saçılma elektronları adı verilen elektronlardır (bu elektronlar, yüzeye gelen elektron demeti ile yaklaşık 1800 açı yapacak biçimde saçılırlar). Geri saçılma elektronları, yüzeyin derin bölgelerinden (yaklaşık 300 nm'ye kadar) gelen daha yüksek enerjili elektronlardır. Bu enerjideki elektronlar bir foton çoğaltıcı tüp tarafından tespit edilemeyecek kadar yüksek enerjiye sahip olduklarından, genellikle quadrant foto dedektörlerle (katıhal dedektörleri) yardımıyla tespit edilirler. Bilindiği üzere bu tür dedektörler üzerine gelen elektronların indüklediği elektrik akımın şiddetine göre çıkış sinyali verirler (kısaca hatırlatmak gerekirse, incelenecek örnekteki yüksek atom numarasına sahip bir atomdan saçılan elektronun enerjisi, küçük atom numaralı bir atomdan saçılana göre daha yüksektir). Sonuç olarak ikincil elektronlar incelenen örneğin kompozisyonu hakkında bilgi verir (Şekil 2.7). Gelen elektron demetinin incelenen örnek yüzeyi ile yapmış olduğu diğer bir etkileşme ise (yaklaşık 1000 nm derinlik civarında), karakteristik X ışınlarının çıktığı durumdur (enerjileri keV mertebesindedir) (Şekil 2.7).



Şekil 2.7. SEM de görüntü oluşumu.

Buna göre örneğe çarpan elektron, örnekteki atomun iç yörüngesinden bir elektron kopmasına neden olunca, enerji dengelenmesi gereği bir üst yörüngedeki elektron bu seviyeye geçer ve geçerken de ortama bir X-ışını yayar ve buna da karakteristik X-ışını adı verilir. Bu X-ışını mesela 10 mm² çapındaki bir Si (Li) dedektörle algılanır, ortaya çıkan sinyal yükselticiye, oradan çok kanallı analizöre ve daha sonra da SEM sistemin bilgisayarına gönderilir. Sonuçta ortaya çıkan karakteristik X-ışını (ki bu ışının enerjisi her atoma özeldir), SEM’de incelenen malzemenin element bakımından muhtevasının nitel ve nicel olarak tespit edilmesine yardımcı olur.

2.5. Soğurma

Yarı iletkenlerin bant aralığını belirlemek için en basit yöntem soğurma spektrumunu ölçmektir. Soğurma, yarı iletkene gelen elektromanyetik dalga ile maddedeki elektrik yüklerinin etkileşmesi sonucu ortaya çıkan enerji kaybı olayıdır. Soğurma sürecinde, bilinen enerjiye sahip bir foton bir elektronu düşük bir enerji seviyesinden daha yüksek bir enerji seviyesine uyarır. Böylece, soğurma spektrumunda enerji seviyeleri arasında tüm mümkün olan geçişler, yarı iletkenin yasak enerji aralığı ve bant tipi hakkında bilgi verebilir. Yarı iletkenin örgüsündeki kristal kusurlarını dikkate almazsak, ışığın soğurulmasının en belirgin nedenleri şunlardır;

- 1) Kristalde titreşimlerin olması,
- 2) İzinli bantlardaki elektron ve hollerin uyarılması (uyarılmalar yasak enerji aralığından daha küçük enerjiye sahip olabilir),
- 3) Eksiton oluşturulması,
- 4) Yasak enerji aralığı içindeki yerleşik seviyelerin uyarılması,
- 5) Valans bandından iletim bandına yasak enerji aralığını geçecek şekilde elektronların uyarılması (Mott ve Davis 1971).

Bir yarı iletken materyalde ise yarı iletkenlerin bant yapılarından dolayı soğurma olayı farklı şekillerde gerçekleşebilmektedir. Yarı iletkenlerde ışığın soğurulması şu şekillerde meydana gelmektedir:

- a) Temel soğurma olayı,
- b) Eksitonların soğurulması,
- c) Serbest taşıyıcıların soğurulması,

- d) Katkı atomlarının (impurity) soğurulması,
- e) Sıcak elektron (hot electron) yardımıyla soğurma,
- f) Eş elektronik tuzaklara (isoelectronic trap) bağlı soğurma,
- g) Akseptör-donör arası geçişler,
- h) Bant içi (intraband) geçişler,
- i) Örgü soğurulması.

Yukarıda verilen soğurma olaylarından bazıları bir yarı iletken materyalde aynı anda birlikte gerçekleşebilir. Tek renkli ışık demetinin soğurucu özelliğe sahip örnek üzerine düşürüldüğünü düşünelim ve gelen ışığın bir kısmının ilk yüzeyden ve diğer bir kısmında ışığın örnekten ayrıldığı yüzeyden yansıdığı gerçeğini ihmal edelim. Böylece gelen ışığın şiddeti I_0 ve ortamdan geçen ışığın şiddeti I_T olmak üzere iki değere sahip oluruz. Örneğin çok ince olduğunu düşünürsek ışık Δx kalınlıktaki bölgeden geçtikten sonra gelen ışığın şiddeti $-\Delta I$ kadar azalır, azalma ilk şiddet ve Δx 'e bağlıdır.

$$-\Delta I = I_T - I_0 = I_0 \alpha \Delta x \quad (2.2)$$

Yukarıdaki denklemde α sabiti soğurma katsayısıdır ve soğurucu ortamın ve ışığın dalgaboyunun karakteristiğini gösterir. Işığın şimdi iki ya da daha fazla ince Δx kalınlığındaki tabakalardan geçtiğini düşünelim. Soğurma katsayısı, verilen materyalin karakteristiğini gösterecek ve gelen ışın şiddetinden bağımsız olacaktır. Böylece Δx kalınlığındaki plakanın arkasına yerleştirilen ikinci plaka ile ilk plakadan geçen ışığın şiddeti biraz daha azalacaktır. Fakat buraya gelen ışık şiddeti birinciye gelenden az olacağından daha az kayıp olacaktır. Fakat mutlak kayıp az olsa da her iki tabakadan olan ışık kaybı oranı eşit olacaktır. Bu N tane tabaka olsa da geçerli olur. Eşitlik 2.2'den α çekilirse

$$\alpha = -\frac{\Delta I}{I_0 \Delta x} \quad (2.3)$$

elde edilecektir. Burada α soğurucu materyalin her birim kalınlıktan kaynaklanan azalma oranını veya soğuruculuğunu göstermektedir. Katmanları dx gibi çok küçük kalınlıklara indirirsek, ışık her katmanı geçerken soğurulan ilk ışık şiddeti oranının kesri olan $\frac{dI}{I_0}$ oranı böylece

$$\frac{dI}{I_0} = -\alpha dx \quad (2.4)$$

şekline gelecektir. Toplam x kalınlığından geçen ışık şiddetindeki azalmayı bulmak için bu ifade, $x = 0$ da I_0 ve $x = x$ te I_T olmak üzere integre edilirse I_T

$$\int_0^x \frac{dI}{I_0} = -\alpha \int_0^x dx \quad (2.5)$$

$$\ln\left(\frac{I_T}{I_0}\right) = -\alpha x \quad (2.6)$$

$$I_T = I_0 e^{-\alpha x} \quad (2.7)$$

olacaktır. Yukarıdaki denklemlerden Eşitlik 2.7 soğurma yasası olarak bilinir ve Lambert tarafından geliştirilmiştir. Optik soğurma için Beer-Lambert yasası (Bube, 1970),

$$\alpha = \frac{1}{I(\lambda)} \frac{dI(\lambda)}{dx} \quad (2.8)$$

şeklinde yazılabilir. Burada $I(\lambda)$ ışık şiddetini, x ortam içinde alınan yolu, α ise soğurma katsayısını göstermektedir. Yansıma R ise

$$R = \frac{(n_2 - n_1)^2 + k^2}{(n_2 + n_1)^2 + k^2} \quad (2.9)$$

şeklinde yazılabilir. Burada n_2 ve n_1 ikinci ve birinci ortamların kırılma indislerinin gerçel kısmı, k ise sanal kısmı, R yansıma katsayısıdır. Görünür bölgede n , k dan çok büyük olduğu için k^2 terimi ihmal edilebilir. Böylece Eşitlik 2.9

$$R = \frac{(n_2 - n_1)^2}{(n_2 + n_1)^2} \quad (2.10)$$

halinde basitleşmiş olur. Toplam geçirgenliği ince bir filmde bulmak için Şekil 2.8’de gösterildiği gibi iki bölge alabiliriz. Girişim ihmal edildiği zaman x kalınlığındaki bir ince filme I_0 şiddetindeki tek renkli ışık düşürülürse film içerisine giren ışık miktarı I ,

$$I = (1 - R)I_0 \quad (2.11)$$

şeklinde yazılabilir. İkinci bölgeye ulaşan ışık şiddeti ise

$$I = I_0(1 - R)e^{-\alpha x} \quad (2.12)$$

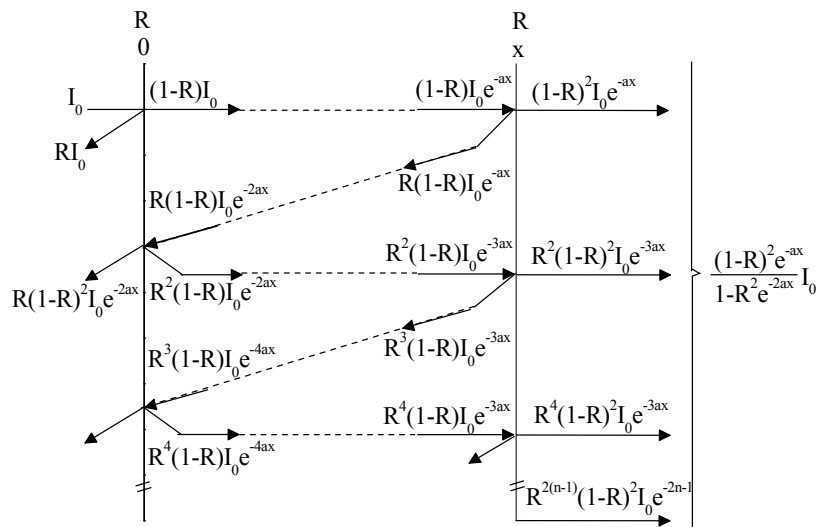
dir. Filmden geçen ışık miktarı ise

$$I = R(1 - R)I_0e^{-\alpha x} \quad (2.13)$$

dir. Bu şekilde iç yansımalar Şekil 2.8’de görüldüğü gibi devam ettirilirse yansıyan ışık miktarının her yansımada bir

$$I = R^{2n}(1 - R)^2I_0e^{-(2n+1)\alpha x} \quad (2.14)$$

terimi kadar arttığı görülmektedir. Bu katkılar gözönüne alınarak filmin toplam ışık geçirgenliğinin



Şekil 2.8. İnce bir filmde çok yansımali ışık geçirimi (Pankove, 1971).

$$I = (1 - R)^2 I_0 e^{-\alpha x} \left(\sum_n R^{2n} e^{-2n\alpha x} \right) \quad (2.15)$$

olduğu görülür ki bu ise geometrik bir seridir. Böylece toplam geçirgenlik örnek tarafından yansıtılan ışık şiddetinin örnek üzerine gelen ışık şiddetine oranı

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (2.16)$$

şeklinde tanımlanır. Bu iç yansımalar şekilde gösterildiği gibi devam ettirilirse toplam geçirgenlik

$$T = \frac{I}{I_0} = \frac{(1 - R)^2 e^{-\alpha x}}{1 - R^2 e^{-2\alpha x}} \quad (2.17)$$

şeklinde indirgenir. Optik yoğunluk (O.Y.)

$$O.Y. = \log_{10} \left(\frac{I}{I_0} \right) \quad (2.18)$$

şeklinde tanımlanır. Bunu geçirgenlik T cinsinden yazarsak

$$T = 10^{(-O.Y.)} \quad (2.19)$$

Elde edilir. (2.17) eşitliği içler dışlar çarpımı ile

$$TR^2 e^{-2\alpha x} + (1 - R)^2 e^{-\alpha x} - T = 0 \quad (2.20)$$

şeklinde bir denklem elde ederiz. Burada $e^{-\alpha x} = y$ tanımı yaparsak $e^{-2\alpha x} = y^2$ yaklaşımını kullanırsak (2.20) eşitliği

$$TR^2 y^2 + (1 - R)^2 y - T = 0 \quad (2.21)$$

halinde bilinen ikinci dereceden denklem şekline girer. Bu denklem kökü ($e^{-\alpha x}$ en küçük sıfır olabileceğinden eksi kök atılırsa)

$$y = \frac{-(1 - R)^2 + \sqrt{(1 - R)^4 + 4R^2T^2}}{2TR^2} \quad (2.22)$$

ve son olarak α ise

$$\alpha = -\frac{1}{x} \ln \left[\frac{-(1 - R)^2 + \sqrt{(1 - R)^4 + 4R^2T^2}}{2TR^2} \right] \quad (2.23)$$

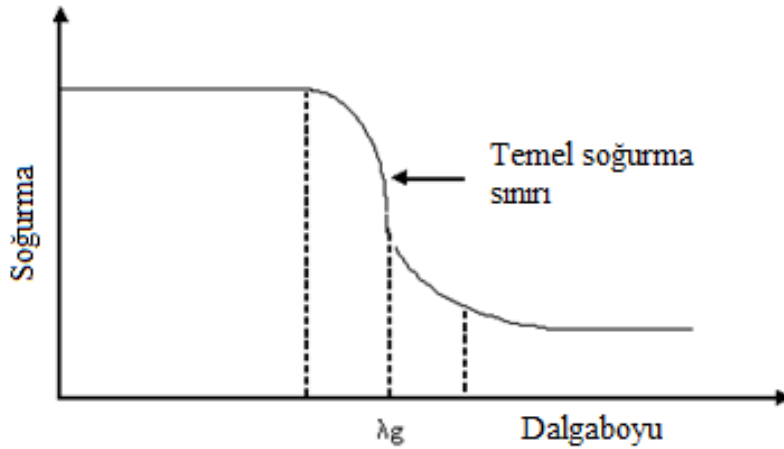
elde edilir. Böylece optik yoğunluk yardımıyla geçirgenlik belirlenebilir. (2.23) denklemi kullanılarak soğurma katsayısı hesaplanıp optik karakterizasyonda kullanılabilir.

2.5.1 Temel Soğurma Olayı

Temel soğurma bir yarı iletkende, valans bandındaki bir elektronun materyale gelen ışından bir foton soğurularak iletim bandına geçmesi olarak adlandırılabilir (Şekil 2.9). Bunun için yarı iletken üzerine düşen fotonun enerjisinin en az yasak enerji aralığına eşit veya yasak enerji aralığından büyük olması gerekir. Bu durumda gelen fotonun frekansı ν ,

$$\nu \geq \frac{E_{g}}{h} \quad (2.24)$$

şeklinde yazılabilir.



Şekil 2.9. Yarı iletkende temel soğurma spektrumu.

Gelen fotonun dalgaboyu λ_g

$$\lambda_g \leq \frac{hc}{E_g} \quad (2.25)$$

dir. Burada, h Planck sabitini c ise ışık hızını göstermektedir.

Şekil 2.9'da görülen bir yarı iletkenin temel soğurma spektrumunda, λ_g dalgaboyuna yakın dalgaboylarından itibaren soğurmada sürekli bir artış gözlenir ve λ_g 'den sonra bir denge değerine ulaşır. Yarı iletken materyal λ_g dalgaboyundan küçük dalgaboylarında kuvvetli bir soğurucu, λ_g dalgaboyundan büyük dalgaboylarında ise hemen hemen geçirgen özellik gösterir. Bu iki bölgeyi ayıran sınır, temel soğurma sınırı olarak adlandırılır.

Bir yarı iletkenin temel soğurma sınırında direkt ve indirekt bant geçişi olmak üzere iki tür geçiş olayı vardır. Ayrıca bant uzantıları arasında da geçişler olabilir.

2.5.2. Direkt Bant Geçişi

Bir yarı iletken materyalde iletim bandının minimumu ile valans bandının maksimumu enerji-momentum uzayında aynı \vec{k} değerine sahip olabilir ($\Delta\vec{k} = 0$). Bu tür bantlara direkt bant denir. Böyle bir materyalde valans bandından bir elektronun iletim bandına geçmesi direkt geçiş olarak adlandırılır. Direkt bant geçişi gelen fotonun enerjisi, yarı iletkenin enerji aralığına eşit ise Şekil 2.10'da 1 geçişi olarak; gelen fotonun enerjisinin, yarı iletkenin enerji aralığından büyük ise Şekil 2.10'da 2 geçişi olarak görülür. E_{ilk} ilk durum, E_{son} son durum enerji seviyesi ise,

$$E_{son} = hv - E_{ilk} \quad (2.26)$$

olarak ifade edilir. Parabolik bantlarda, son durum enerji seviyesi ile yasak enerji aralığı arasındaki fark alınarak ilk enerji seviyesi elektronlar için,

$$E_{son} - E_g = \frac{\hbar^2 k^2}{2m_e^*} \quad (2.27)$$

holler için

$$E_{ilk} = \frac{\hbar^2 k^2}{2m_h^*} \quad (2.28)$$

ile verilir. Burada m_e^* elektronun etkin kütleini m_h^* ise holün etkin kütleini göstermektedir. E_{son} ve E_{ilk} değerleri denklem (2.26)'da yerine yazıldığında,

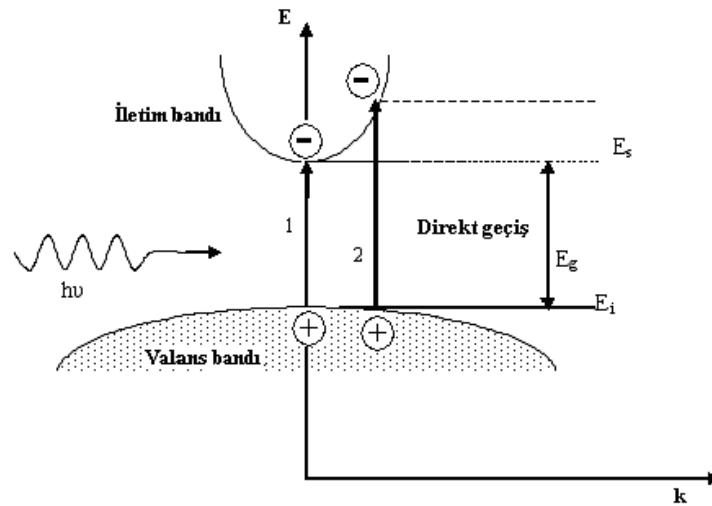
$$h\nu - E_g = \frac{\hbar^2 k^2}{2} \left(\frac{1}{m_e^*} + \frac{1}{m_h^*} \right) \quad (2.29)$$

bağıntısı elde edilir. Direkt geçişlerde eksiton oluşumu veya elektron-hol etkileşimi dikkate alınmazsa soğurma katsayısı α gelen fotonun enerjisine

$$\alpha(h\nu) = A^*(h\nu - E_g)^n \quad (2.30)$$

eşitliğiyle bağlıdır. Burada A^* ,

$$A^* \approx \frac{q^2 \left(2 \frac{m_h^* m_e^*}{m_h^* + m_e^*} \right)^{3/2}}{n_0 c h^2 m_e^*} \quad (2.31)$$



Şekil 2.10. Direkt bant geçişi.

ifadesiyle verilen bir sabittir. Direkt bant geçişinde soğurma katsayısı ile fotonun enerjisi arasındaki bağıntı

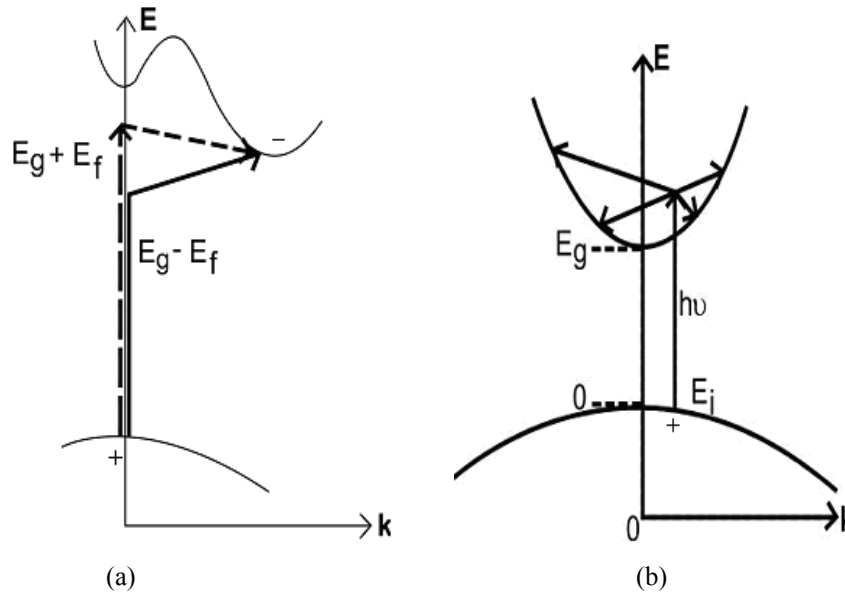
$$n_0 \alpha h\nu \approx (h\nu - E_g)^n \quad (2.32)$$

ile verilir. Burada n bir sabit ve n_0 ise kırılma indisidir. Bu denklemde n izinli direkt geçişler için $1/2$, izinsiz direkt geçişler için $3/2$ değerini alır (Pankove, 1971, Mott ve Davis, 1971).

2.5.3. İndirekt Bant Geçişi

Yarı iletkende iletim bandının minimumu ile valans bandının maksimumu enerji-momentum uzayında aynı \vec{k} değerine karşılık gelmiyorsa ($\Delta\vec{k} \neq 0$) bu tür bantlara indirekt bant denilmektedir (Şekil 2.11). İndirekt bantlar arasında geçişlere indirekt bant geçişi denir. İndirekt bant geçişlerinde enerji korunur, fakat momentum korunumu için bir fononun yayılması veya soğurulması gereklidir. Bu iki geçiş

$$h\nu_{yay} = E_{son} - E_{ilk} + E_f \quad \rightarrow \text{fonon yayınımlı için} \quad (2.33)$$



Şekil 2.11. (a) Bir yarı iletkende indirekt vadiler arası indirekt bant geçişi (b) Direkt bantlarda bir E_{ilk} ilk enerji seviyesinden iletim bandına mümkün indirekt bant geçişlerinden dördü (Pankove, 1971).

$$h\nu_{\text{soğ}} = E_{\text{son}} - E_{\text{ilk}} - E_f \rightarrow \text{fonon soğurulması için} \quad (2.34)$$

ile verilir. Burada E_f , fononun enerjisidir. Fonon soğurmalı geçiş için soğurma katsayısı ($h\nu > E_g - E_f$)

$$\alpha_{\text{soğ}}(h\nu) = \frac{A(h\nu - E_g - E_f)^n}{\exp\left(\frac{E_f}{k_B T}\right) - 1} \quad (2.35)$$

ile verilir. Fonon yayımlı geçişler için soğurma katsayısı ($h\nu > E_g + E_f$ için)

$$\alpha_{\text{yay}}(h\nu) \approx \frac{A(h\nu - E_g + E_f)^n}{1 - \exp\left(-\frac{E_f}{k_B T}\right)} \quad (2.36)$$

ile verilir. Burada, indirekt bantlar arası indirekt geçişler (Şekil 2.11a) için $n = 2$, direkt bantlar arası indirekt geçişler (Şekil 2.11b) için $n = 3$ alınır. Hem fonon yayınımlı hem de fonon soğurulması olması durumunda soğurma katsayısı (α) ile frekans (ν) arasındaki bağıntı,

$$n_0 \alpha h\nu \approx \frac{(h\nu - E_g - E_f)^n}{\exp\left(\frac{E_f}{k_B T}\right) - 1} + \frac{(h\nu - E_g + E_f)^n}{1 - \exp\left(-\frac{E_f}{k_B T}\right)} \quad (2.37)$$

ile verilir. Burada n , izinli indirekt geçişler için 2, yasaklı indirekt geçişler için 3 değerlerini alabilen bir sabittir (Pankove, 1971, Mott ve Davis, 1971).

2.6. PbS İnce Filmlerin Elde Edilmesi

2.6.1. Kimyasal Depolama Yöntemi

PbS yarı iletken ince filmlerin hazırlanmasında kimyasal depolama yöntemi kullanılmıştır. Kısaca bu yöntem; metal, hidroksit, sülfür ya da selenit iyonlarının kaynağını içeren sulu çözeltiler içerisine temizlenmiş alttabanların belirli bir zaman daldırılarak yarı iletken ince filmlerin bu alttabanlar üzerine biriktirilmesi ile elde edilen bir yöntemdir. Çözeltideki filmi oluşturacak iyonların reaksiyonunun kompleks

arabulucular kullanılarak yavaşlatılması esasına dayanmaktadır. Reaksiyonun yavaşlatılması olayı şu şekilde olmaktadır. Eğer çözelti içerisindeki metal, sülfür, selenit ya da hidroksil iyonları uygun kompleks araçlar (metal iyonları için trietanolamin veya tri-sodyum sitrat gibi) kullanılarak kontrol edilebilirse (serbest metal iyonlarının miktarını azaltmak için) ince filmin depolanmasının yer aldığı süreçte, uygun kimyasal denge kurularak çökelme kontrol edilebilir. Kimyasal depolama yönteminde çözeltinin hazırlanışı süresince çözelti içerisinde (+) ile (-) iyonları arasında çeşitli dengeler kurulur.

İnce filmi hazırlamak için kullanılan teknikler arasında (Isıl Yolla Buharlaştırma, Püskürtme ve Elektro Depolama vb.) Kimyasal Depolama Yönteminin bazı avantajları aşağıdaki gibi sıralanabilir;

- i) Filmler alttabanlar üzerinde 100 °C sıcaklığın altında düşük sıcaklıklarda elde edilir,
- ii) Film kalınlığı ve yüzey morfolojisi depolama parametreleri (pH, sıcaklık, çözelti konsantrasyonu ve depolama zamanı) ile kontrol edilebilir,
- iii) Depolama sürecindeki oksijen fazlalığından dolayı lüminesans ile ilgili derin tuzak seviyelerinin oluşması engellenir. Bu nedenle stokiyometrik yarı iletken film üretimi için uygundur,
- iv) Teknolojik olarak rağbet gören kimyasal buharlaştırma (CVD) yöntemi ile karşılaştırıldığında maliyeti oldukça düşük ve basit bir yöntemdir.
- iv) Yöntem diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında çevreyi daha fazla korur.

2.6.2. Cam Alttabanların Hazırlanması

Yapılan deneylerde 76 x 26 x 1 mm³ boyutlarında cam alttabanlar kullanılmıştır. Cam temizleme işlemi düzgün ve sistemli bir şekilde yapılmıştır. Çünkü elde edilecek filmin özellikleri, cam alttabanların iyi bir şekilde temizlenmesine bağlıdır. Cam alttabanlar ılık, deterjanlı musluk suyu ile yıkanmış ve daha sonra saf su ile durulanmıştır. Durulanan camlar kurutulduktan sonra teker teker kromik asitten geçirilmiş ve saf su ile durulandıktan sonra yine kurutulmuştur. Cam alttabanlar son olarak üzerindeki yağ lekeleri ve organik maddeleri yok etmek için üç dakika metil alkolde bekletilmiş ve tekrar etüv de kurutularak temiz hale getirilmiştir.

2.6.3. Çözelti Hazırlanması

PbS ince filmlerin hazırlanmasında daha öncede bahsedildiği gibi pH, sıcaklık çözelti konsantrasyonu ve depolama zamanı oldukça önemlidir. Bu parametreler değiştirilerek çok sayıda deneyler yapılmış ve PbS ince filmler elde edilmeye çalışılmıştır. Yapılan deneyler sonucunda aşağıda hazırlama koşulları verilen deney A ve deney B'den elde edilen sonuçların başarılı olduğu görülmüştür.

Deney A: Bir adet PbS filmi elde etmek için 50 mL'lik çözelti aşağıdaki bileşenler kullanılarak hazırlanmıştır.

- a) 2,5mL 0,5 M kurşun asetat [(PbCH₃COOH).2H₂O], kurşun kaynağı olarak,
- b) 2,5 mL 2 M sodyum hidroksil, (NaOH); (pH = 12,63),
- c) 3 mL 1 M tiyoüre (NH₂CSNH₂), sülfür kaynağı olarak,
- d) 1 mL 1 M trietanolamin, (TEA); [(HOCH₂CH₂)₃N], kompleks arabulucu olarak,
- e) Farklı miktarlarda 0,5 M tri-sodyum sitrat, TSS; (C₆H₅Na₃O₇), kompleks arabulucu olarak,
- f) Çözeltin tamamı 50 mL ye saf su ile tamamlanmıştır.

Deney B: Bir adet PbS filmi elde etmek için 100 mL'lik çözelti aşağıdaki bileşenler kullanılarak hazırlanmıştır.

- a) 5 mL 0,5 M kurşun asetat [(PbCH₃COOH).2H₂O],
- b) 5 mL 2 M sodyum hidroksil (NaOH); (pH=12,63),
- c) 6 mL 1M tiyoüre (NH₂CSNH₂),
- d) 4mL 0,5 M tri-sodyum sitrat, TSS, (C₆H₅Na₃O₇), kompleks arabulucu olarak,
- e) Çözeltin tamamı 100 mL ye saf su ile tamamlandı.

2.6.4. Deneyin Yapılışı

Hazırlanan çözelti uygun temiz bir behere konulup karıştırıldıktan sonra iyi bir şekilde temizlenmiş 76 x 26 x 1 mm³ boyutlarındaki cam alttabanlar bu beher içerisine dik olacak şekilde daldırılmıştır. Böylece film üzerinde düzensiz parçacık çökmesi ile film kalitesinin bozulması önlenmiştir. Filmler oda sıcaklığında (30 °C) elde edilmiştir.

Deney A kısmında önce 120 dakika bekleme süreleri sonucunda TSS miktarları 0,1 mL'den 0,5 mL'ye değiştirilerek beş (5) adet PbS ince filmi elde edilmiştir. Beş adet numune A1 (0,1 mL TSS), A2 (0,2 mL TSS), A3 (0,3 mL TSS), A4 (0,4 mL TSS) ve A5

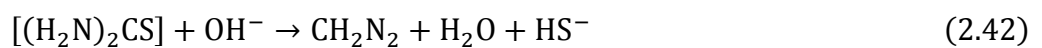
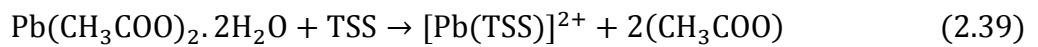
(0,5 mL TSS) olarak adlandırılmıştır. Daha sonra ise A4 (0,4 mL TSS) nolu numunenin şartlarında ve farklı bekleme sürelerinde (75 dakika, 90 dakika, 105 dakika ve 135 dakika) dört adet daha film elde edilmiştir.

Deney B kısmında ise farklı bekleme süreleri sonucunda dört (4) adet PbS ince filmi elde edilmiştir. Elde edilen numuneler B1 (100 dakika), B2 (115 dakika), B3 (130 dakika) ve B4 (145 dakika) olarak adlandırılmıştır.

Elde edilen filmlerin çıplak gözle bakıldığında TSS miktarı arttıkça parlak koyu gri renkten parlak açık gri renge doğru değiştikleri gözlenmiştir. Daldırma işlemi bittikten sonra çıkartılan filmler saf su ile iyice yıkandıktan sonra kurutulmuştur. Oluşan PbS filmlerinin optik özelliklerinin ölçülebilmesi için cam alttabanların iki yüzünde oluşan filmlerin bir tarafı seyreltik HCl ile temizlenmiştir.

2.6.5. Kimyasal Reaksiyon

PbS filmlerin elde edilme sürecinde kimyasal olaylar şöyle olmaktadır. Bazik ortamda, kalay (Pb^{+2}), sülfür (S^{-2}), trietanolamin, trisodyum sitrat ve saf sudan oluşan kimyasal reaksiyonun etkileşmesi sonucu kalay sülfür ince filmi oluşmaktadır. TEA ve TSS'nin fonksiyonları ortamda kalay ile kompleks oluşturmak ve oluşan kalay kompleksinden kontrollü bir şekilde ortama Pb^{+2} iyonu vermektir. PbS'nin kimyasal reaksiyonu kısaca aşağıdaki eşitliklerle verilmektedir (Chattark ve diğ., 2012):



2.6.6. Elde Edilen Filmlerin Kalınlıklarının Hesaplanması

Elde edilen filmlerin kalınlıkları soğurma katsayısının hesaplanmasında oldukça önemlidir. Bu nedenle elde edilen filmlerin kalınlıkları tartım metodu kullanılarak aşağıda verilen Eşitlik (2.45)'den hesaplanmıştır (Chopra, 1969):

$$t_f = \frac{\Delta m}{S\rho_f} \quad (2.45)$$

Burada Δm filmin kütlesini, ρ_f filmin yoğunluğunu ve S ise cam tabanın yüzey alanını göstermektedir. Film kalınlığı hesaplanırken filmin homojen kalınlıkta olduğu kabul edilmiş ve PbS için yoğunluk değeri $7,596 \text{ g/cm}^3$ olarak alınmıştır.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI

3.1. PbS Yarı İletken Filmlerin Yapısal Özellikleri

3.1.1. Deney A sonucunda Elde Edilen PbS Filmlerin X-ışını Kırınım Desenleri

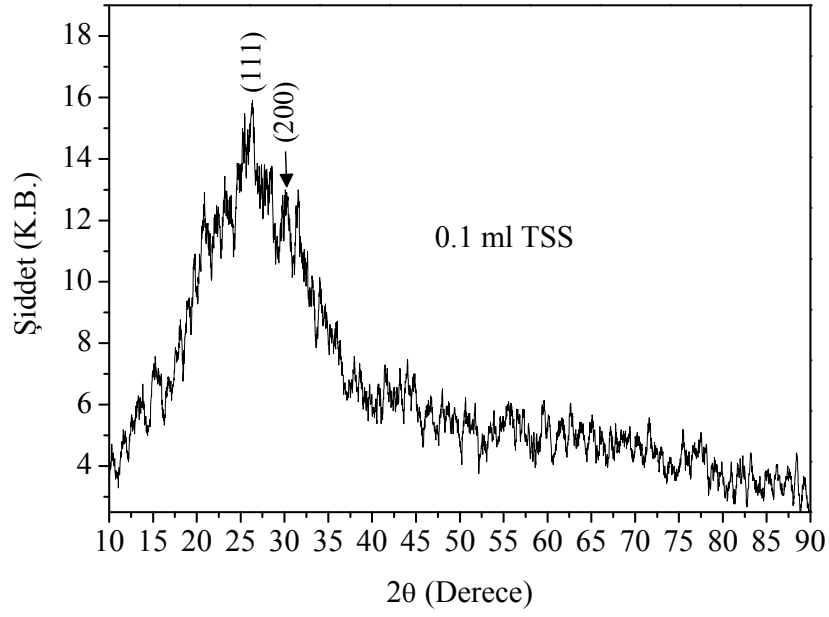
PbS ince filmlerin X-ışını kırınım desenleri dalga boyu $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ olan $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ışını kullanılarak 40 kV'da ve 30 mA'de çalışan Rigaku RadB model X-ışını kırınım cihazı (XRD) ile alınmıştır. Filmlerin kırınım desenleri $10^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$ açı aralıklarında elde edilmiştir. Bu desenlerin incelenmesi ile filmlerin kristal yapısı hakkında bilgi elde edilebilir. Kırınım desenlerindeki piklerin şiddetlerinin büyük ve pik şiddetlerinin yarı genişliklerinin küçük olması kristallenmenin iyi olduğu anlamına gelir. Tersine ise materyalin amorf yapıya sahip olduğunu gösterir. Bu çalışmada elde edilen PbS filmlerinin X-ışını kırınım desenlerinde piklerin üzerinde ilgili düzlemlerin Miller indisleri ve parantez yanında da hangi kristale ait olduğu belirtilmiştir.

Şekil 3.1 ile Şekil 3.5 arasındaki şekiller deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak ve oda sıcaklığında 120 dakika bekletilerek elde edilen PbS ince filmlerine ait X-ışını kırınım desenlerini göstermektedir. Bu şekillerden görüldüğü gibi en iyi kristallenme Şekil 3.4'te 0.4 mL TSS kullanılarak elde edilen A4 numunesi için elde edilmiştir. Diğer numunelerde ise kristallenmenin çok iyi olmadığı görülmektedir.

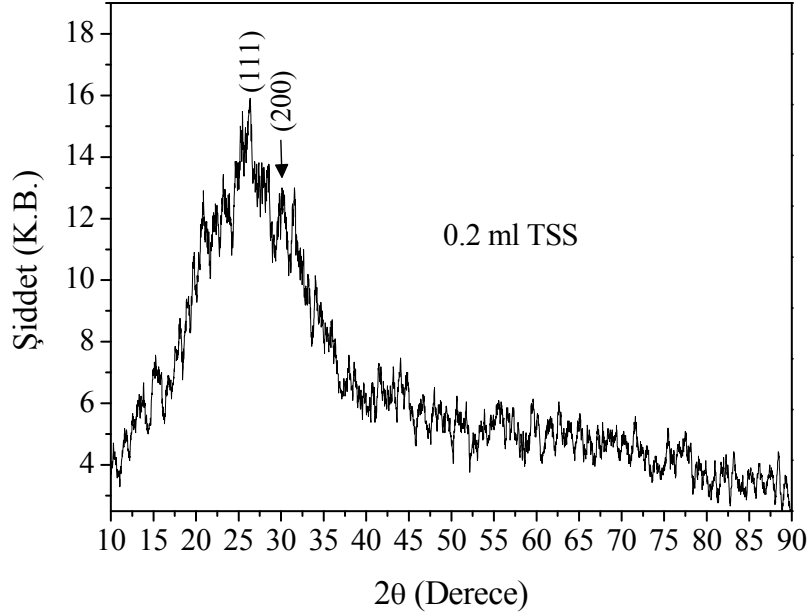
Şekil 3.4.'te elde edilen kırınım desenlerinden elde edilen filmin kübik yapıda PbS'ye ait ve tercihli yönelimin (111) düzlemi yönünde olduğu görülmektedir. Bu kırınım desenlerindeki en şiddetli pik $2\theta = 25,66^\circ$ 'dedir. Bu değer kübik PbS'nin standart kartındaki (PDF no: 05-0592; $a = 5,936 \text{ \AA}$) değer ile uyum içerisindedir. Kübik yapıdaki A4 numunesi için (111) düzlemi ve aşağıda verilen Eşitlik (3.1) kullanılarak hesaplanan örgü sabitinin değeri $a = 6,004 \text{ \AA}$ olarak bulunmuştur;

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)}{a^2} \quad (3.1)$$

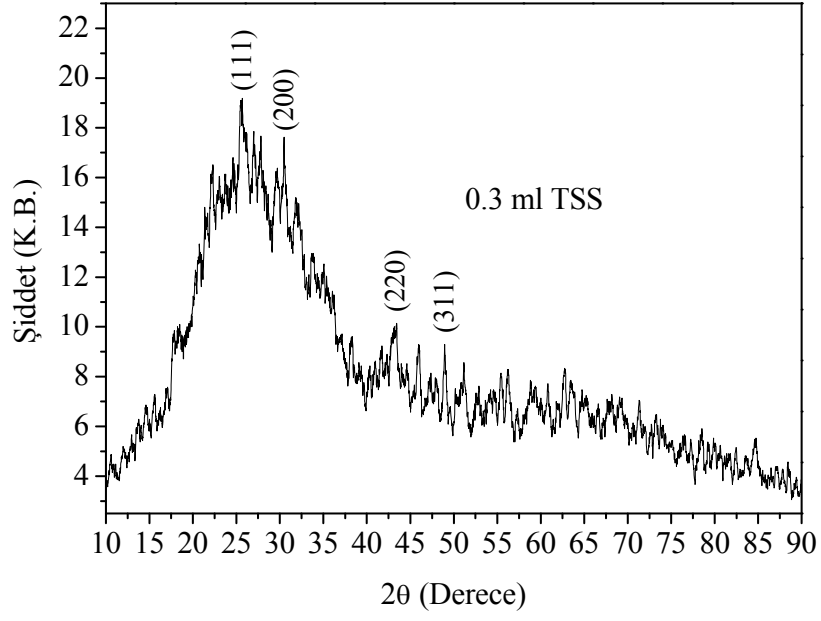
Yapısal sonuçlar için elde edilen veriler literatürde verilen değerlerle uyum içerisindedir (Chattarki ve diğ., 2012; Wu ve diğ., 2009; Kalyanikutty ve diğ., 2006; Moreno-García ve diğ., 2011).



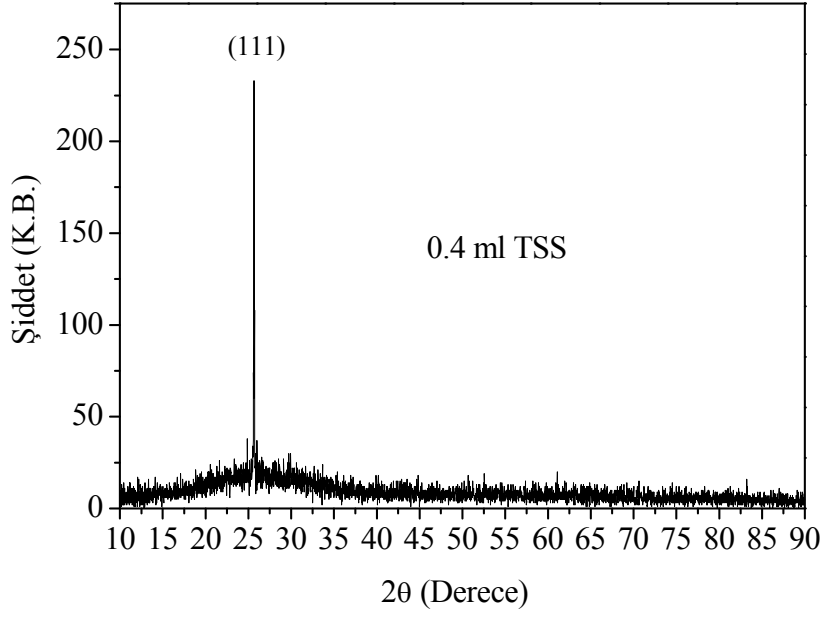
Şekil 3.1. Deney A'nın hazırlama koşullarında 30 °C'de 0.1 mL TSS kullanılarak elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.



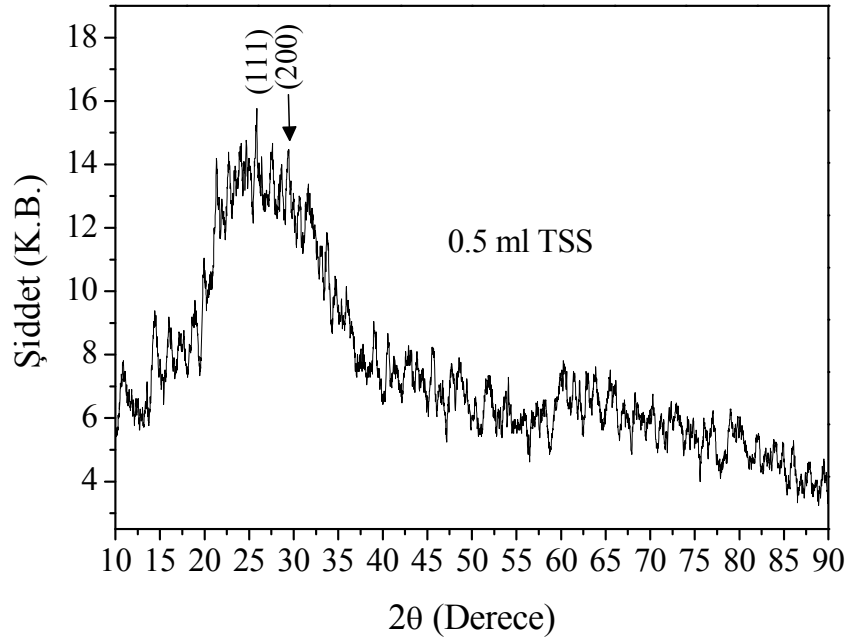
Şekil 3.2. Deney A'nın hazırlama koşullarında 30 °C'de 0.2 mL TSS kullanılarak elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.



Şekil 3.3. Deney A'nın hazırlama koşullarında 30 °C'de 0.3 mL TSS kullanılarak elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.



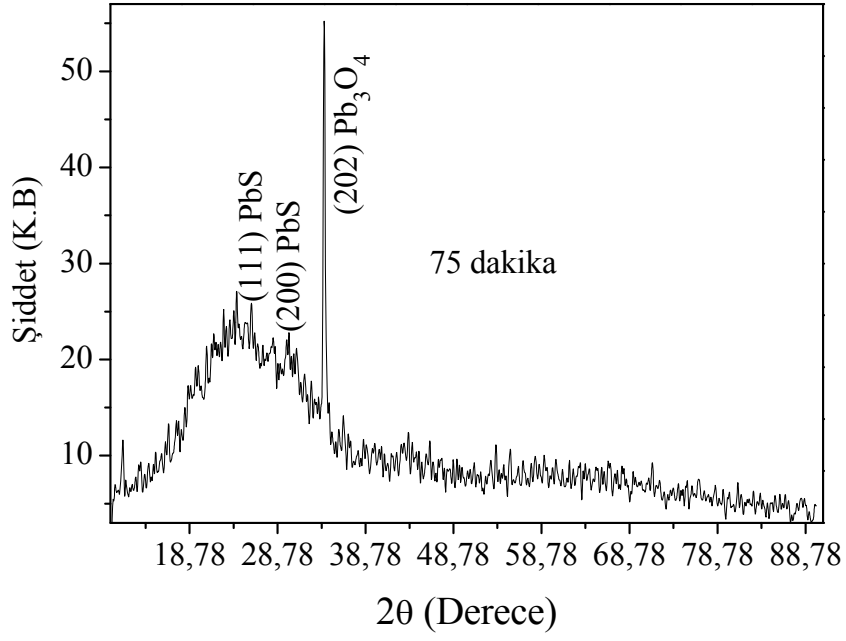
Şekil 3.4. Deney A'nın hazırlama koşullarında 30 °C'de 0.4 mL TSS kullanılarak elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.



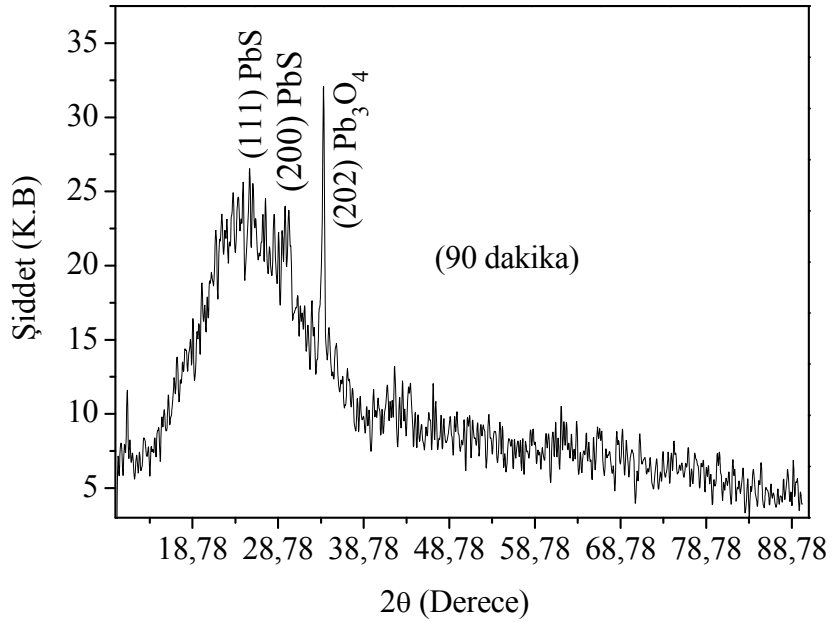
Şekil 3.5. Deney A'nın hazırlama koşullarında 30 °C'de 0.5 mL TSS kullanılarak elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.

Şekil 3.6 ve Şekil 3.7 deney A sonucunda 0,4 mL TSS kullanılarak ve 75 dakika ile 90 dakika bekletilerek elde edilen kurşun oksit (Pb_3O_4) filmlerine ait X-ışını kırınım desenlerini göstermektedir. Şekillerden görüldüğü gibi zayıf şekilde PbS fazına ait (111) ve (200) düzlemlerine ait piklerin yanı sıra $2\theta \approx 34,07^\circ$ civarında oldukça şiddetli Pb_3O_4 fazına ait (202) düzlemi elde edilmiştir. Elde edilen bu filmlere ait X-ışını kırınım desenleri kübik yapıdaki PbS (PDF no: 05-0592) ve tetragonal yapıdaki Pb_3O_4 'ün standart kartlarındaki (PDF no: 76-1799; $2\theta \approx 34,066^\circ$) değerleri ile uyum içerisindedir.

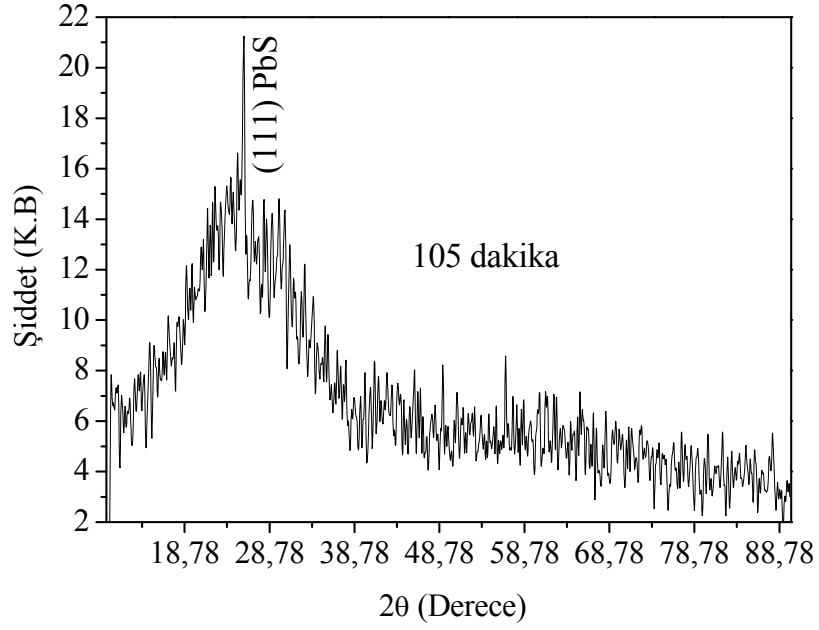
Şekil 3.8 ve Şekil 3.9 deney A sonucunda 0,4 mL TSS kullanılarak ve 105 dakika ile 135 dakika bekletilerek elde edilen kübik yapıdaki PbS filmlerine ait X-ışını kırınım desenlerini göstermektedir. Şekil 3.8'de (111) düzlemi yönünde yalnızca tek pik saptanırken Şekil 3.9'da ise (111) ve (200) düzlemlerine ait iki pik saptanmıştır.



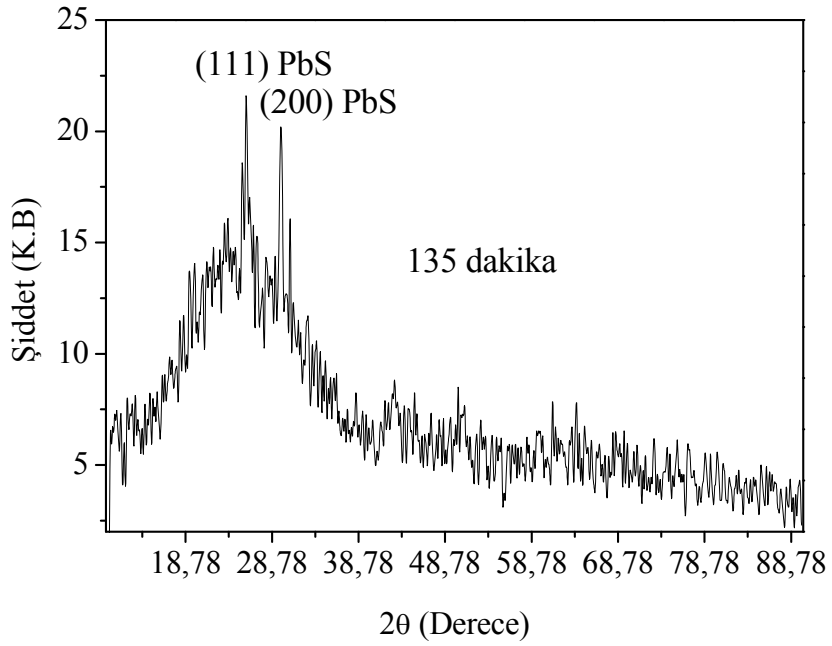
Şekil 3.6. A4 nolu numunenin hazırlama koşullarında 30 °C’de 75 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.



Şekil 3.7. A4 nolu numunenin hazırlama koşullarında 30 °C’de 90 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.

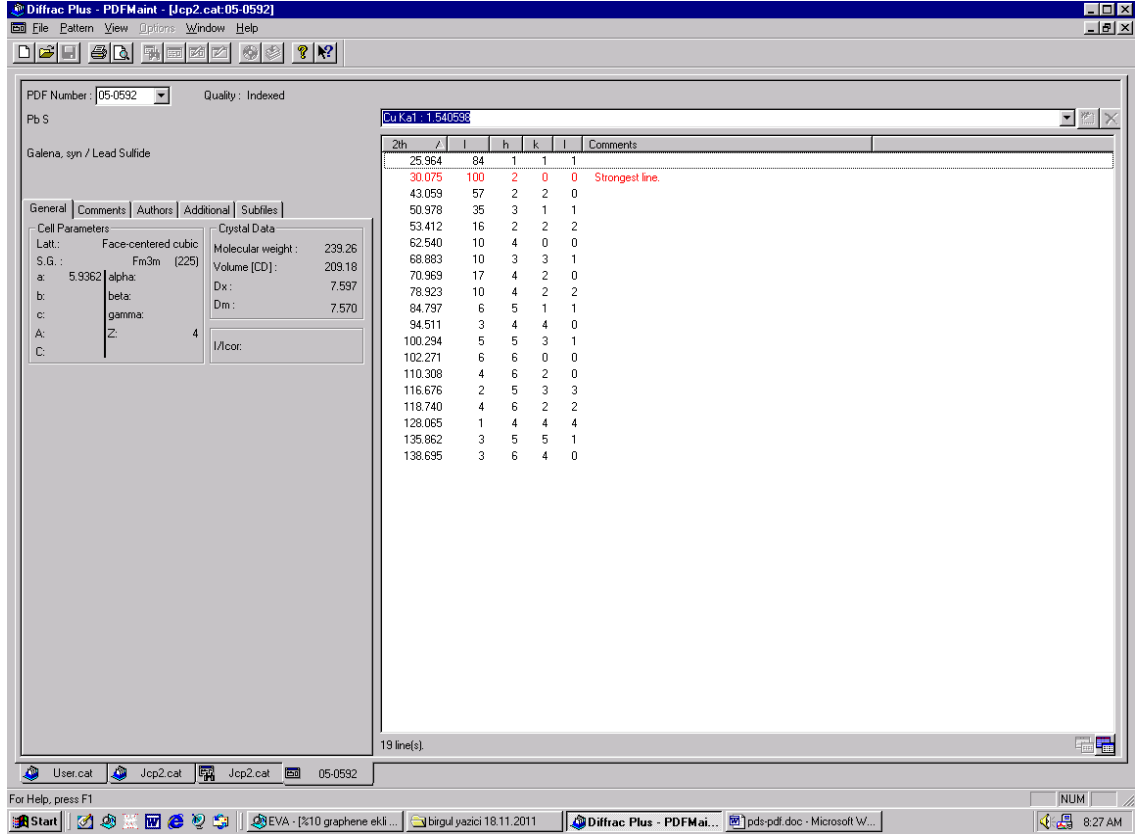


Şekil 3.8. A4 nolu numunenin hazırlama koşullarında 30 °C’de 105 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.



Şekil 3.9. A4 nolu numunenin hazırlama koşullarında 30 °C’de 135 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.

Şekil 3.10 kübik yapıda PbS'ye ait standart kartı gösterirken Şekil 3.11 ise tetragonal yapıdaki Pb₃O₄'e ait standart kartı göstermektedir.

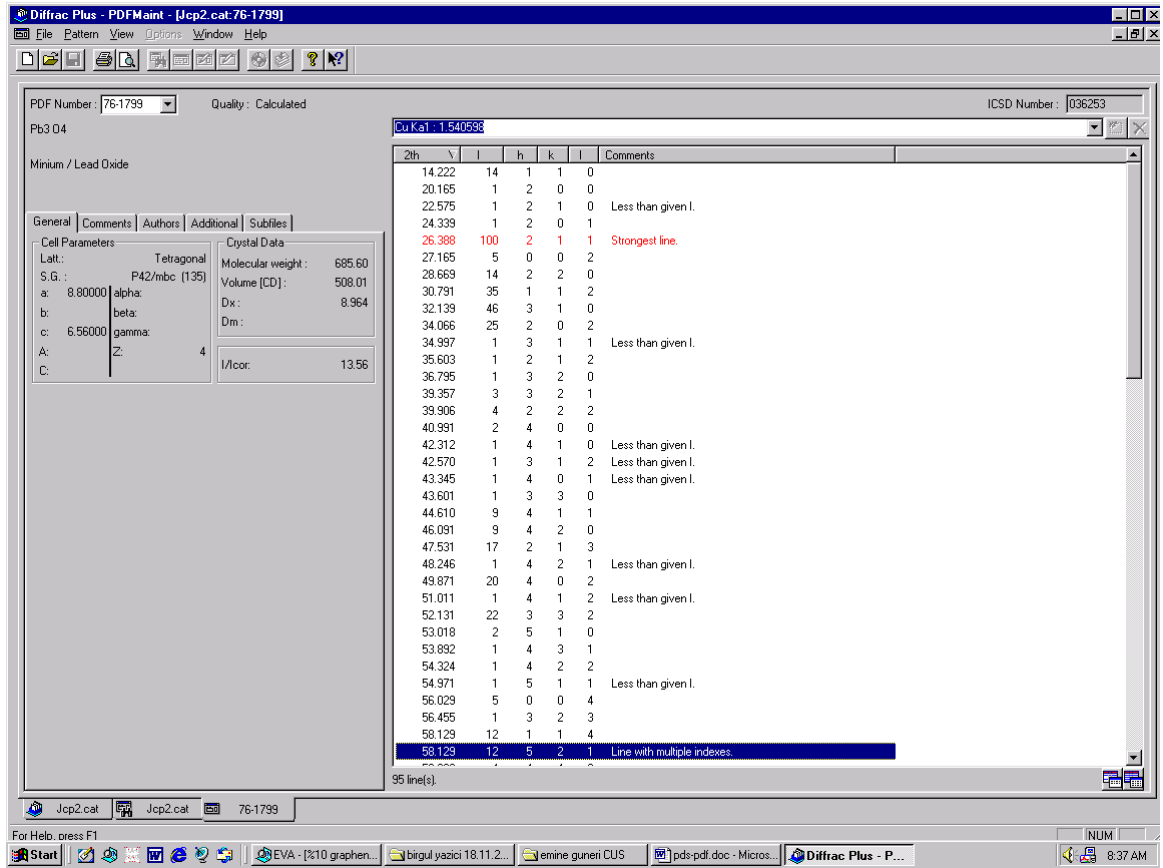


Şekil 3.10. PbS'ye ait standart kart (PDF kart no: 05-0592).

XRD kırınım desenlerinden elde edilen düzlemlere ait pikler kullanılarak ortalama tane boyutları aşağıda verilen formülden hesaplanmıştır (Cullity, 1978):

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.2)$$

yukarıda verilen formülde λ x-ışınları olarak kullanılan CuK_{α1} radyasyonunun dalgaboyu (1,54056 Å), θ Bragg açısı ve β ise yarı yarı pik genişliğinin radyan cinsinden değerini göstermektedir.



Şekil 3.11. Tetragonal yapıdaki Pb₃O₄'e ait standart kart (PDF kart no: 76-1799).

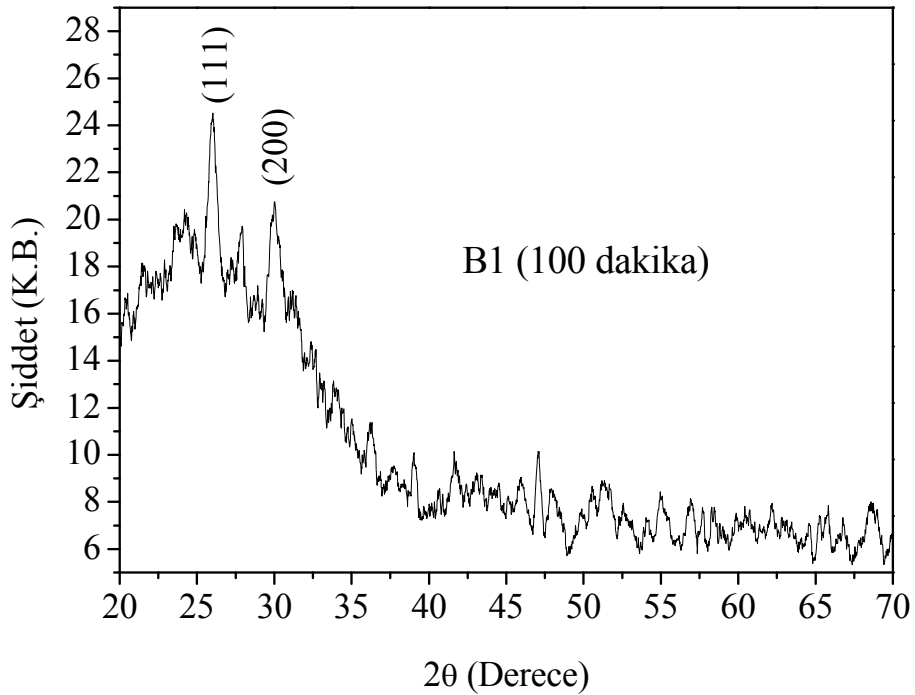
Çizelge 3.1 deney A sonucunda 0,4 mL TSS kullanılarak ve farklı depolama zamanlarında bekletilerek elde edilen PbS ve Pb₃O₄ numunelerine ait açılma değerlerini (2θ), kristal düzlemleri arasındaki mesafeyi d (Å), yarı pik genişliklerini FWHM, tane boyutunu D, kristal düzlemlerini (hkl) ve PDF kartlarını göstermektedir. Çizelgede görüldüğü gibi tane boyutu değerleri 12–172 nm arasında değişmiştir.

Çizelge 3.1. A4 numunesinin şartlarında ve farklı zamanlarda elde edilen filmlerin 2θ , d (Å), FWHM, D ve (hkl) değerlerinin standart değerlerle karşılaştırılması.

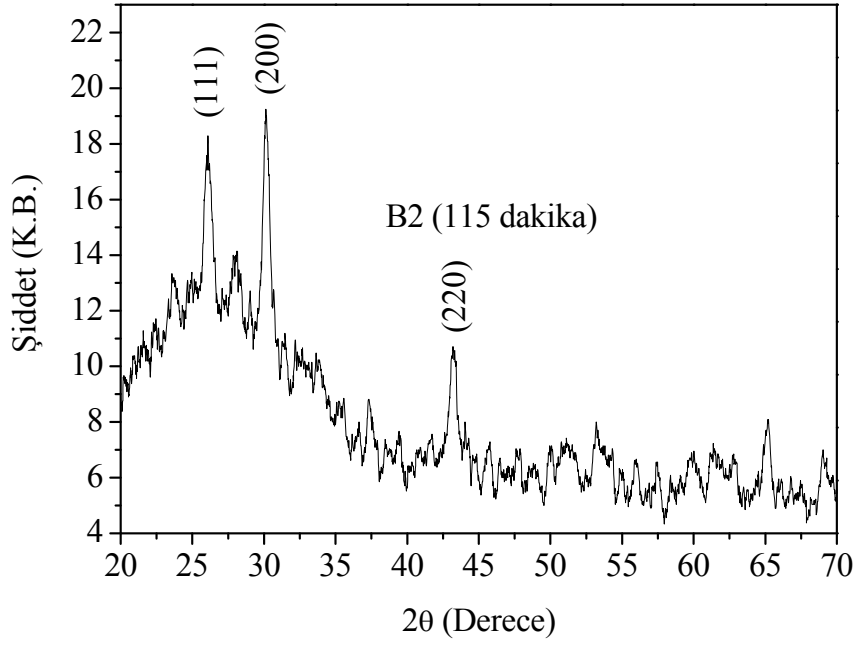
Zaman (dakika)	Gözlenen değerler		Standart değerler		Fazlar	FWHM	D (nm)	(hkl)	PDF
	2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)					
75	34,074	2,62911	34,066	2,6297	Pb ₃ O ₄	0,178	110	(202)	76-1799
90	30,215	2,95555	30,075	2,9690	PbS	0,843	12	(200)	05-0592
	34,012	2,63378	34,066	2,6297	Pb ₃ O ₄	0,266	49	(202)	76-1799
105	25,831	3,4469	25,964	3,4290	PbS	0,685	14	(111)	05-0592
120	25,678	3,46651	25,964	3,4290	PbS	0,095	172	(111)	05-0592
135	25,857	3,4429	25,964	3,4290	PbS	0,685	14	(111)	05-0592
	29,761	2,9996	30,075	2,9690	PbS	0,323	35	(200)	

3.1.2. Deney B Sonucunda Elde Edilen PbS İnce Filmlerinin Yapısal Özellikleri

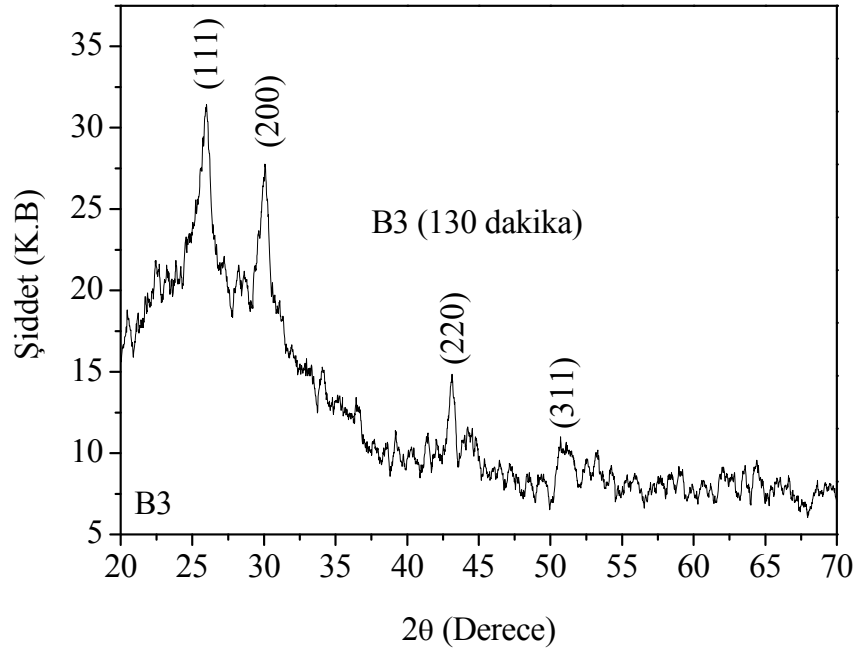
Şekil 3.12'den Şekil 3.15'e kadar olan şekiller deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında elde edilen filmlerin X-ışını kırınım desenlerini göstermektedir. deney B sonucunda 100 dakika bekletilerek elde edilen B1 nolu numuneye ait X-ışını kırınım desenlerinden PbS'ye ait (111) ile (200) düzlemleri yönünde pikler elde edilmiştir. 1 saat 55 dakika bekletilerek elde edilen B2 numunesinde ise (111) ve (200) düzlemlerinin yanında (220) düzlemi yönünde pik elde edilmiştir. 130 dakika bekletilerek elde edilen B3 numunesinde (111), (200) ve (220) düzlemlerinin yanında (311) düzlemi yönünde de pike rastlanmıştır. 145 dakika bekletilerek elde edilen B4 numunesinde B3 numunesinde elde edilen düzlemler görülmektedir. Elde edilen filmlere ait X-ışını kırınım desenleri PbS'nin standart kartındaki değer ile uyum içerisindedir.



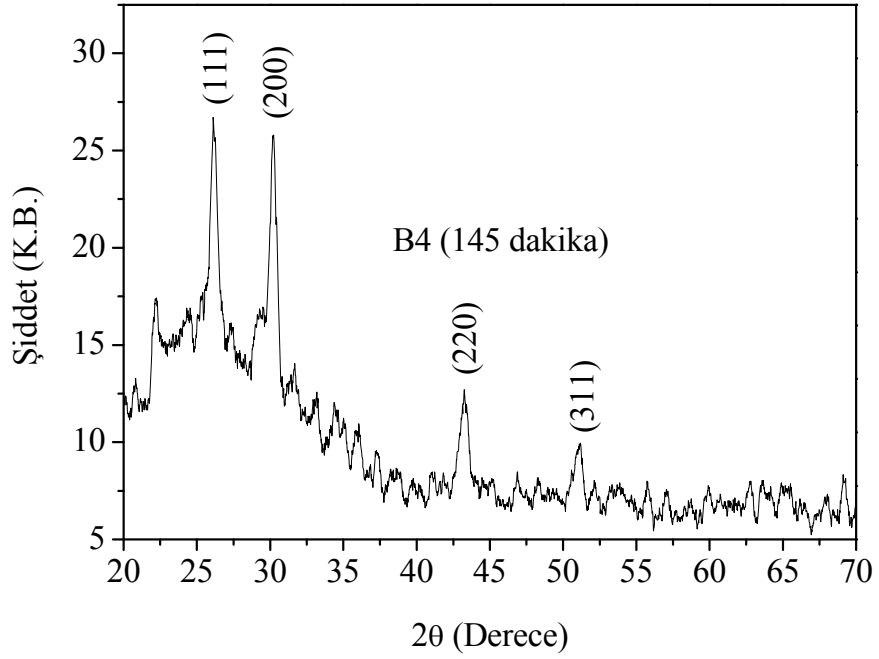
Şekil 3.12. Deney B sonucunda elde edilen B1 numunesine ait 1 saat 40 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.



Şekil 3.13. Deney B sonucunda elde edilen B2 numunesine ait 1saat 55 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.



Şekil 3.14. Deney B sonucunda elde edilen B3 numunesine ait 130 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.



Şekil 3.15. Deney B sonucunda elde edilen B4 numunesine ait 145 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin X-ışını kırınım desenleri.

Çizelge 3.2, deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında elde edilen PbS filmlerine ait açı değerlerini (2θ), kristal düzlemleri arasındaki mesafeyi d (Å), yarı pik genişliklerini FWHM, tane boyutunu D , kristal düzlemlerini (hkl) ve PDF kartlarını göstermektedir.

3.2. PbS Yarı İletken Filmlerin Optik Özellikleri

PbS filmlerin yasak enerji aralığının belirlenmesinde optik soğurma yöntemi kullanılmıştır. Optik soğurma yöntemi, yarı iletkenlerin yasak enerji aralıklarının belirlenmesinin yanı sıra bant yapılarının belirlenmesinde de yaygın olarak kullanılır. Soğurma yöntem ile materyalin yasak enerji aralığını bulmak için $(\alpha h\nu)^{1/n} \sim h\nu$ değişimi grafiği çizilir. Değişimin lineer olduğu kısma karşı gelen doğrunun $h\nu$ eksenini $(\alpha h\nu)^{1/n} = 0$ 'da kestiği noktanın enerji değeri o materyalin yasak enerji aralığını verir.

Kimyasal Depolama Yöntemi ile elde edilen PbS ince filmlerin temel soğurma spektrumları, dalgaboyu aralığı 190–1100 nm arasında olan Perkin Elmer UV/vis

Lambda 2S model spektrofotometre kullanılarak elde edilmiştir. Sistemin önce zemin düzeltmesi yapılarak camdan geçen ışınım % 100 olarak normalize edilmiştir. Böylece numuneler üzerinden okunacak oda sıcaklığındaki optik geçirgenlik değerleri alttaban (cam) soğurmasından bağımsız hale getirilmiştir.

Çizelge 3.2. B1, B2, B3 ve B4 numunelerine ait 2θ , d (Å), a (Å), D , FWHM ve (hkl) değerlerinin standart değerlerle karşılaştırılması.

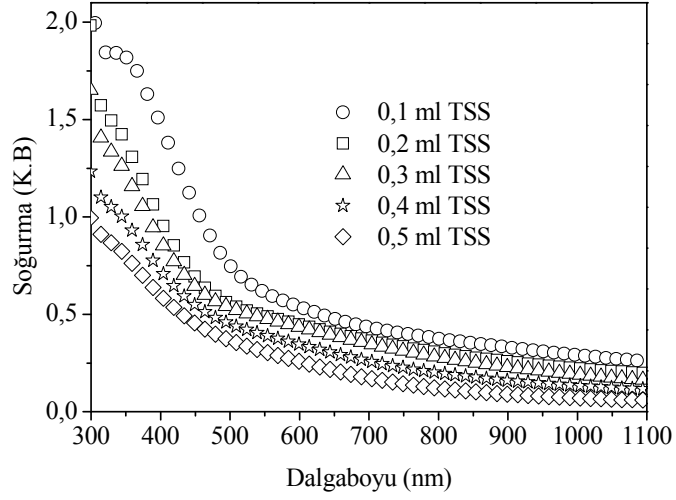
Numune	Zaman (dakika)	2θ (°)	d (Å)	a (Å)	D (nm)	FWHM	(hkl)
B1	100	26,24	3,37850	5,85	243	0,068	(111)
		30,04	2,95909	5,91	322	0,052	(200)
B2	115	25,974	3,42767	5,93	282	0,057	(111)
		30,16	2,96081	5,92	206	0,079	(200)
		43,217	2,09172	5,91	180	0,095	(220)
B3	130	25,988	3,42589	5,93	94	0,173	(111)
		30,010	2,97521	5,95	81	0,202	(200)
		43,263	2,08957	5,91	167	0,102	(220)
B4	145	26,089	3,41281	5,91	73	0,222	(111)
		30,051	2,97127	5,94	144	0,114	(200)
		43,361	2,08510	5,89	180	0,095	(220)

3.2.1. Deney A Sonucunda Elde Edilen Filmlerin Optik Özellikleri

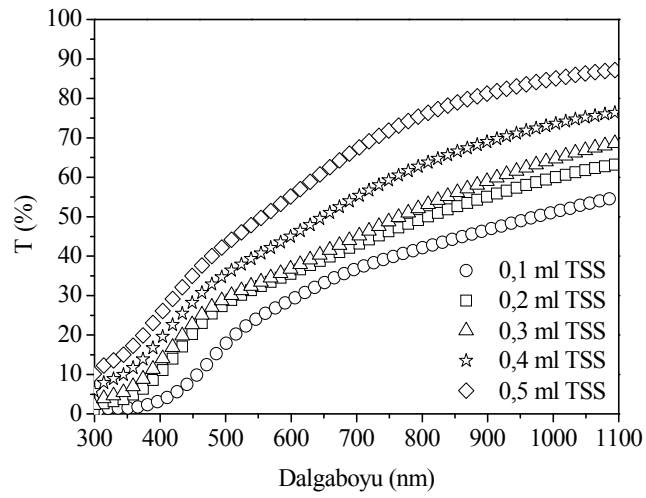
Şekil 3.16. deney A sonucunda 0,1 mL'den başlayıp 0,5 mL'ye kadar artan farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS yarı iletken ince filmlerin oda sıcaklığındaki temel soğurma spektrumlarını göstermektedir. Soğurma 500 nm dalgaboyundan başlayarak 300 nm dalgaboyuna doğru keskin bir artış göstermiştir. Elde edilen tüm numunelerin 500 nm dalgaboyundan büyük dalgaboylarında hemen hemen geçirgen, 500 nm dalgaboylarından küçük dalgaboylarında ise soğurucu özellik gösterdiği görülmektedir.

Şekil 3.17 deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmlerine ait geçirgenlik spektrumlarını göstermektedir. Şekilden görüldüğü

geçirgenlik değeri görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) artan TSS miktarı ile % 29 değerinden % 55 değerine, yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) ise % 55 değerinden % 87 değerine artmıştır.



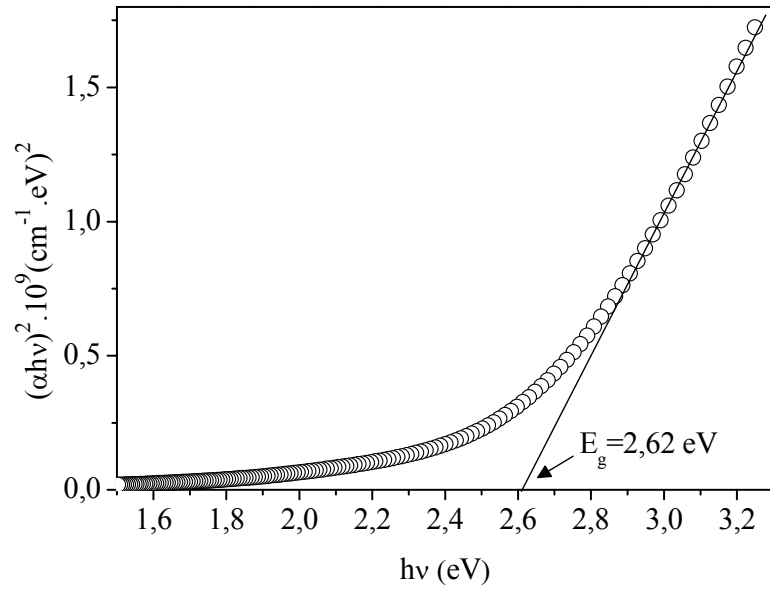
Şekil 3.16. Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmlerin temel soğurma spektrumlarının dalgaboyuna göre değişim grafiği.



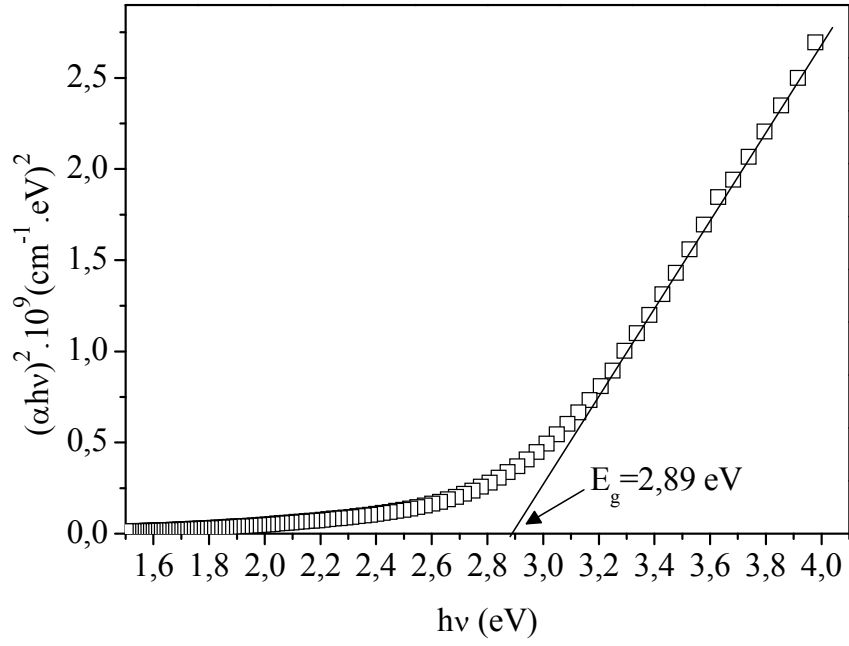
Şekil 3.17. Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmlerin geçirgenlik spektrumlarının dalgaboyuna göre değişim grafiği.

PbS ince filmlerin elde edilen temel soğurma spektrumu verilerinden yararlanılarak $n = 1/2, 3/2, 2$ ve 3 değerleri için $(\alpha h\nu)^{1/n} \sim h\nu$ değişim grafiği çizilmiştir. En uygun grafikler $n = 2$ değerinde elde edildiğinden geçişler direkt bant geçişleridir.

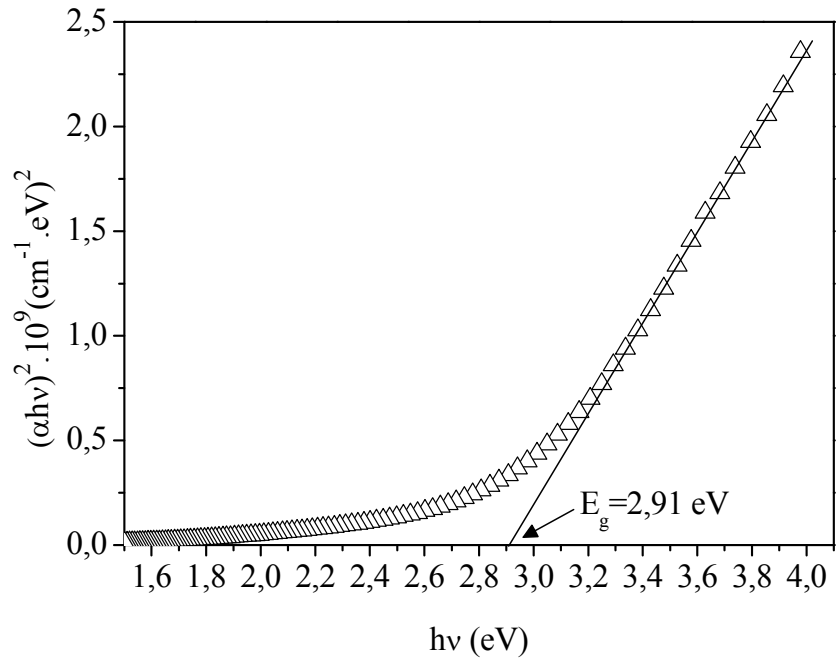
Şekil 3.18. ile Şekil 3.22. arasındaki şekiller deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS yarı iletken filmlerine ait $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $h\nu$ 'ye göre değişim grafiklerini göstermektedir. Şekillerden grafiğin lineer kısmının $h\nu$ eksenini kestiği noktadan hesaplanan yasak enerji aralığının $2,62$ eV ile $2,91$ eV arasında değiştiği görülmektedir. Sulu çözülden kimyasal çöktürme yöntemi kullanılarak, bant aralığı değerleri literatürde $0,78$ eV ile $3,91$ eV arasında hesaplanmıştır (Jana ve diğ., 2008; Kaci ve diğ., 2010; 2011). PbS ince filmleri için elde edilen yasak enerji aralığı değerlerinin literatürle uyumlu olduğu görülmektedir.



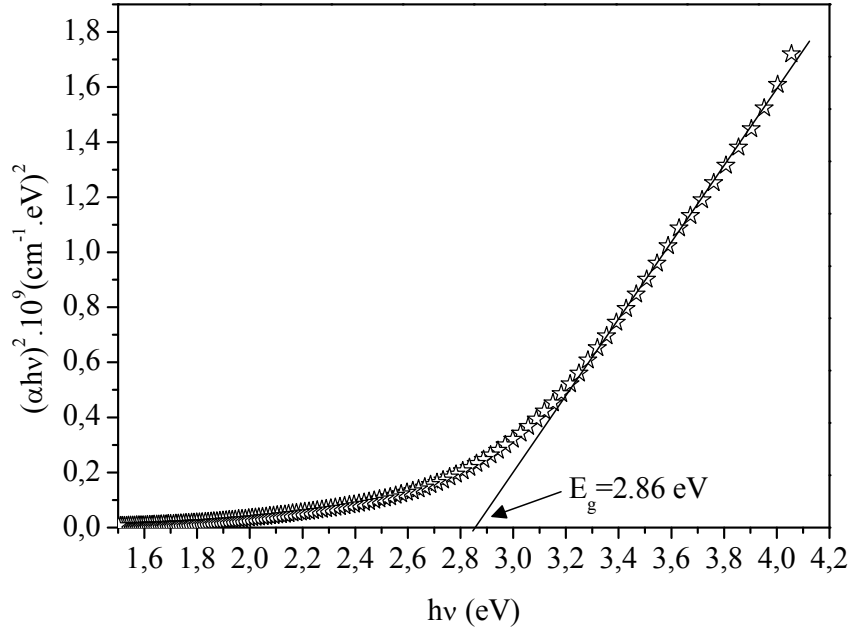
Şekil 3.18. Deney A sonucunda $0,1$ mL TSS kullanılarak elde edilen film için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $(h\nu)$ 'ye göre grafiği.



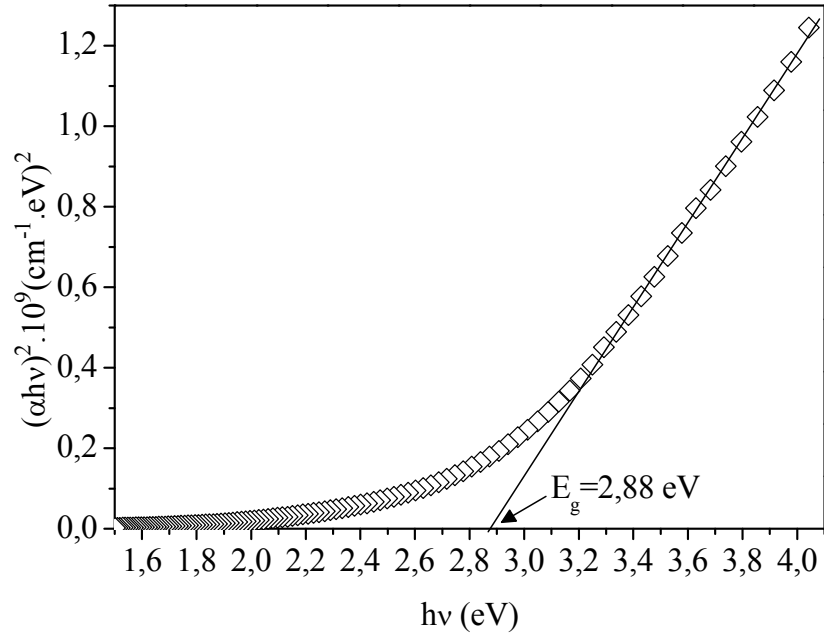
Şekil 3.19. Deney A sonucunda 0,2 mL TSS kullanılarak elde edilen film için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $(h\nu)$ 'ye göre grafiği.



Şekil 3.20. Deney A sonucunda 0,3 mL TSS kullanılarak elde edilen film için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $(h\nu)$ 'ye göre grafiği.



Şekil 3.21. Deney A sonucunda 0,4 mL TSS kullanılarak elde edilen film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.



Şekil 3.22. Deney A sonucunda 0,5 mL TSS kullanılarak elde edilen film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.

Hesaplanan bant aralığı değerleri farklı TSS miktarlarına göre Çizelge 3.3'te verilmektedir. Çizelge 3.3'te ayrıca tartım metodu kullanılarak Eşitlik (2.45)'ten hesaplanan film kalınlıkları da verilmektedir. Çizelge'de TSS miktarı arttıkça film kalınlığında azalma olduğu görülmektedir.

Çizelge 3.3. Deney A şartlarında farklı miktarlarda TSS kullanılarak elde edilmiş filmlerin kalınlıkları, yasak enerji aralıkları, kırılma indisleri, sönüm katsayıları, reel ve sanal dielektrik sabitleri ($\lambda = 600$ nm).

Numune	t_f (nm)	E_g (eV)	n	k	ϵ_1	ϵ_2
A1 (0,1 mL TSS)	1270	2,62	2,91	0,20	8,42	1,16
A2 (0,2 mL TSS)	1217	2,89	2,67	0,17	7,10	0,93
A3 (0,3 mL TSS)	1163	2,91	2,63	0,18	6,89	0,92
A4 (0,4 mL TSS)	1115	2,86	2,39	0,15	5,70	0,70
A5 (0,5 mL TSS)	1070	2,88	2,14	0,11	4,58	0,49

Elde edilen filmlerin yansıma spektrumları (R), geçirgenlik (T) ve soğurma (A) spektrumları kullanılarak aşağıda verilen formülden hesaplanmıştır (Pankove, 1971):

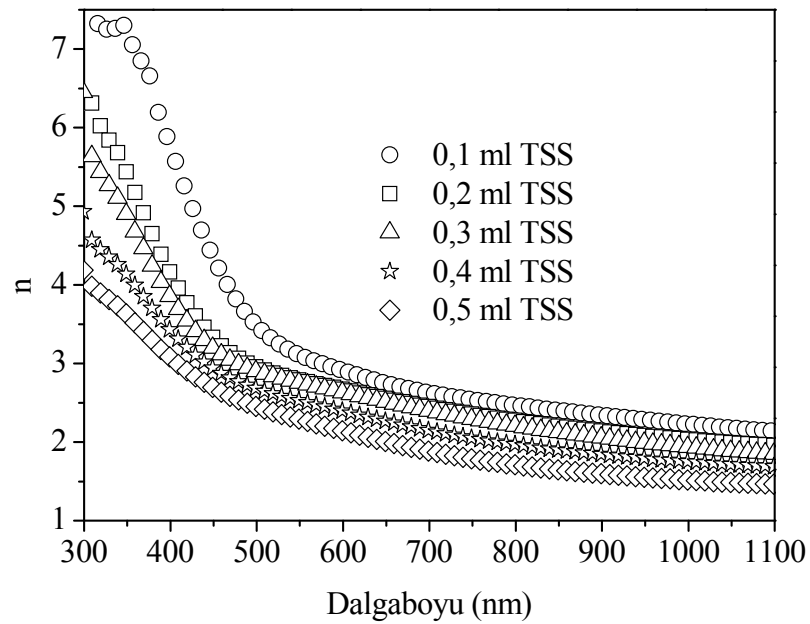
$$T = (1 - R)^2 \exp(-A) \quad (3.3)$$

Optik sabitlerden kırılma indisi (n) ve sönüm katsayısı (k) güneş pillerinde kullanılacak malzemelerin optik özelliklerinin belirlenmesi açısından oldukça önemlidir. Bu sebepten dolayı bu parametreler aşağıda verilen eşitlikler kullanılarak hesaplanmıştır (Benramdane ve diğ., 1997):

$$k = \frac{\alpha\lambda}{4\pi} \quad (3.4)$$

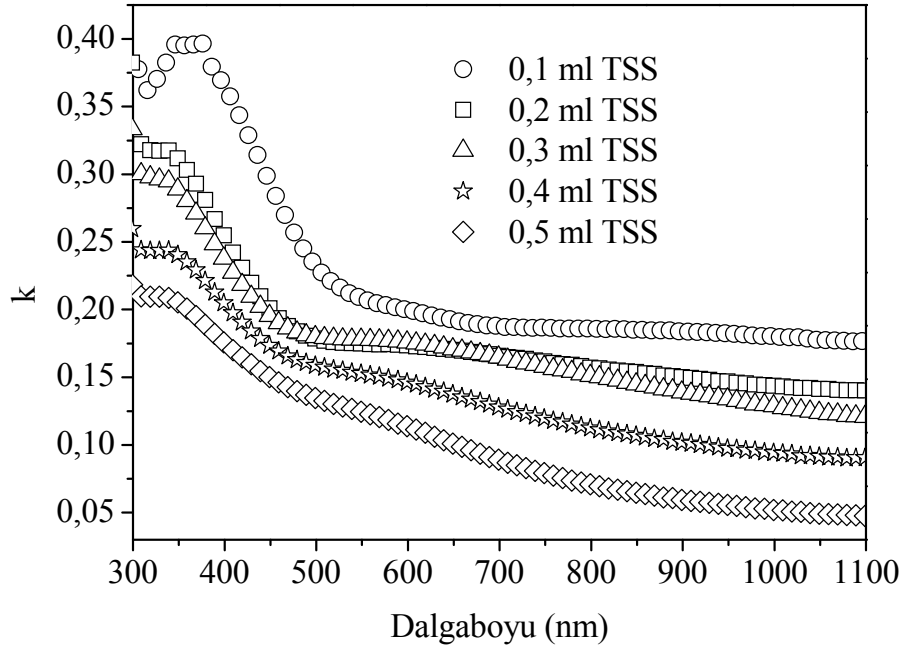
$$n = \frac{1 + R}{1 - R} + \sqrt{\frac{4R}{(1 - R)^2} - k^2} \quad (3.5)$$

Şekil 3.23 deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmlerine ait kırılma indisinin dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.3'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan kırılma indisi değeri artan TSS miktarı ile 2,91 değerinden 2,14 değerine, yakın kızıl ötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) 2,14'ten 1,47'ye azalmıştır. Görünür bölgede elde edilen kırılma indisi değeri literatürde elde edilen 2,5 değeri ile uyumludur (Seghaier ve diğ., 2006).



Şekil 3.23. Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmlerin kırılma indisinin dalgaboyuna göre değişim grafiği.

Şekil 3.24 deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmlerine ait sönüm katsayısının dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.3'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan sönüm katsayısı 0,20 değerinden 0,11 değerine azalırken yakın kızıl ötesi bölgede ($\lambda = 1100$ nm) 0,18 değerinden 0,05 değerine azalmıştır. Sönüm katsayısı değerleri şimdiye kadar elde edilen çalışmalardan daha yüksek bulunmuştur (Abbas ve diğ., 2011).



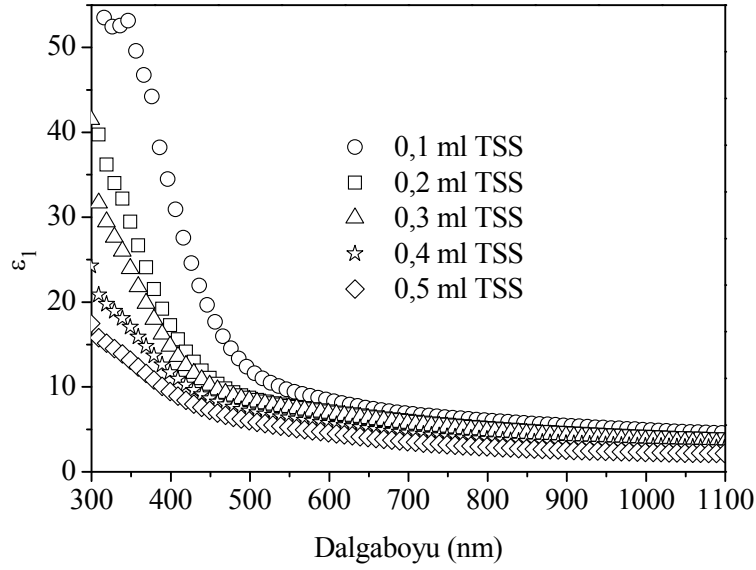
Şekil 3.24. Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmlerinin sönüm katsayısının dalgaboyuna göre değişim grafiği.

Elde edilen PbS filmlere ait reel ve sanal dielektrik sabitleri ise Eşitlik 3.6 ve Eşitlik 3.7 kullanılarak hesaplanmıştır (Wiktorczyk, 2002):

$$\varepsilon_1 = n^2 - k^2 \quad (3.6)$$

$$\varepsilon_2 = 2nk \quad (3.7)$$

Şekil 3.25 deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmleri için dielektrik sabitinin reel (ε_1) kısmının dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir.

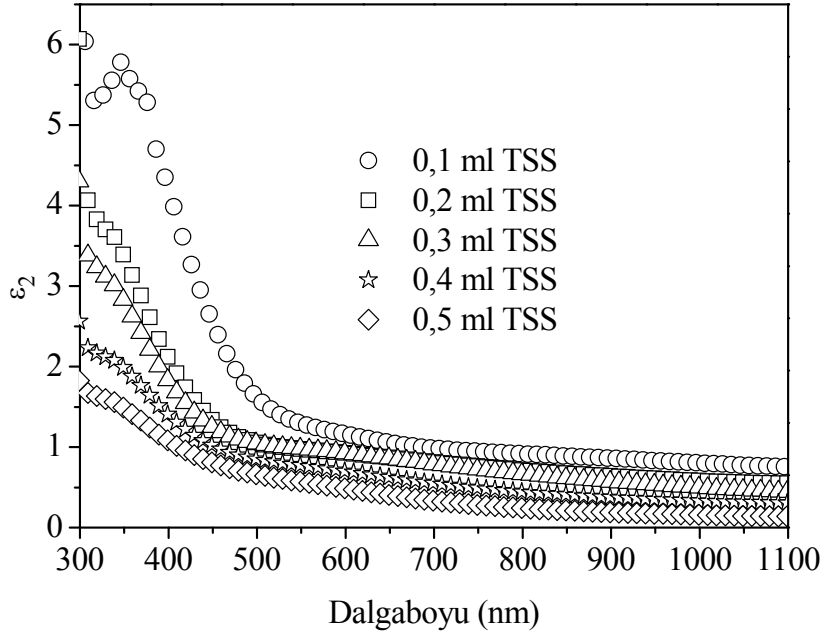


Şekil 3.25. Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmlerinin dielektrik sabitinin reel kısmının dalgaboyuna göre değişim grafiği.

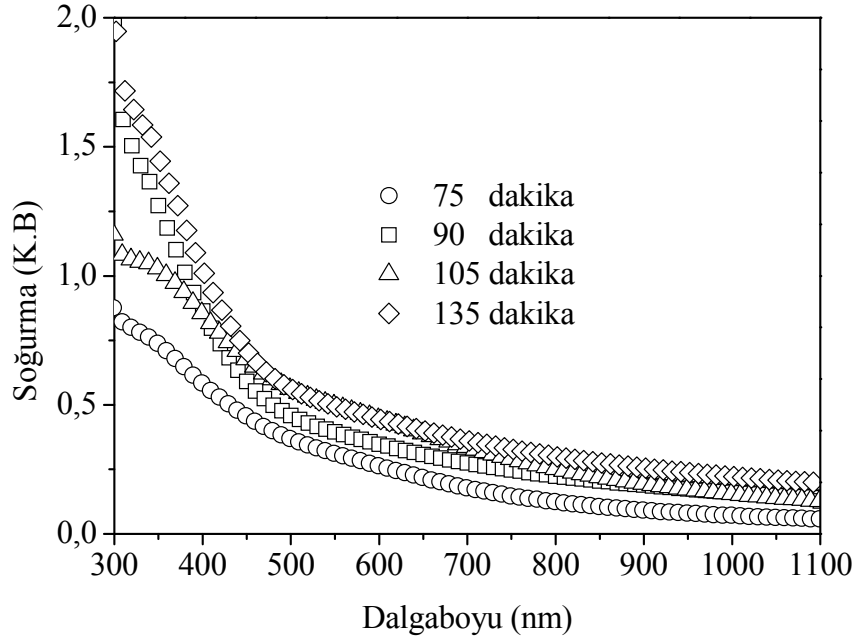
Çizelge 3.3'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan reel dielektrik sabiti artan TSS miktarı ile 8,42 değerinden 4,58 değerine azalırken yakın kızıl ötesi bölgede ($\lambda = 1100$ nm) 4,55'ten 2,14'e azalmıştır.

Şekil 3.26. ise deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmleri için dielektrik sabitinin sanal (ϵ_2) kısmının dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.3.'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan sanal dielektrik sabiti artan TSS miktarı ile 1,16 değerinden 0,49 değerine azalırken yakın kızıl ötesi bölgede ($\lambda = 1100$ nm) 0,78 değerinden 0,14 değerine azalmıştır.

Şekil 3.27 deney A'nın hazırlama şartlarında 0,4 mL TSS kullanılarak ve farklı depolama zamanlarında bekletilerek elde edilen PbS ince filmlerin oda sıcaklığındaki temel soğurma spektrumlarını göstermektedir. Şekilde elde edilen filmlerin soğurma spektrumları 1100 nm dalgaboyundan 500 nm dalgaboyuna doğru yavaşça, 500 nm dalgaboyundan sonra ise keskin artışlar göstermektedir. Elde edilen tüm numunelerin 500 nm dalgaboyundan büyük dalgaboylarında hemen hemen geçirgen, 500 nm dalgaboylarından küçük dalgaboylarında ise soğurucu özellik gösterdiği görülmektedir.

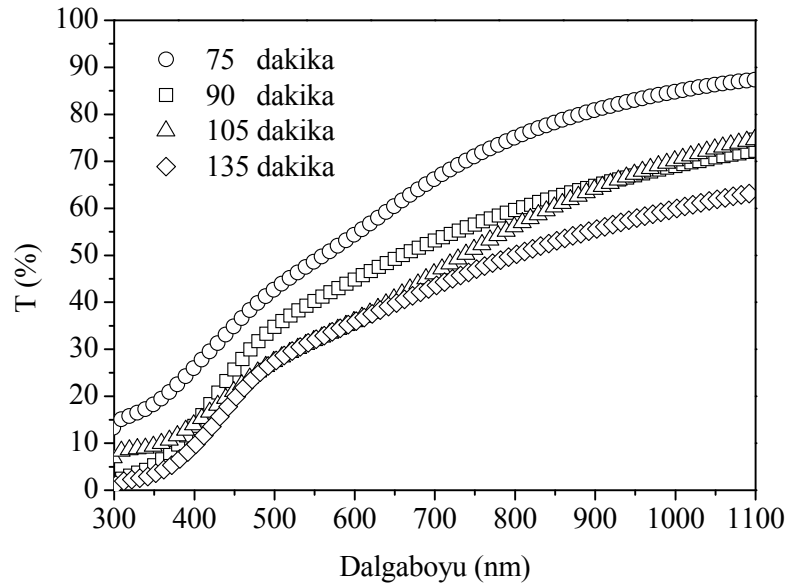


Şekil 3.26. Deney A sonucunda farklı TSS miktarları kullanılarak elde edilen PbS ince filmlerinin dielektrik sabitinin sanal kısmının dalgaboyuna göre değişim grafiği.



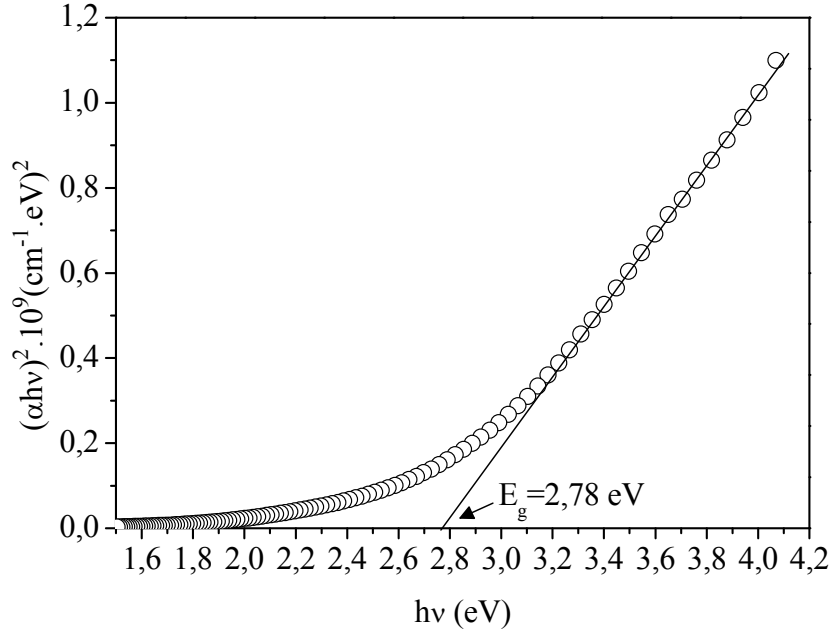
Şekil 3.27. 0,4 mL TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında elde edilen PbS ince filmlerin $A-\lambda$ grafiği.

Şekil 3.28 deney A sonucunda 0,4 mL TSS kullanılarak, farklı depolama zamanlarında bekletilen PbS ince filmlerine ait geçirgenlik spektrumlarını göstermektedir. Şekilden görüldüğü geçirgenlik değeri görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) artan artan film kalınlığı (Çizelge 3.4.) ve depolama zamanı ile % 54 değerinden % 36 değerine yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) % 87 değerinden % 63 değerine azalmıştır.

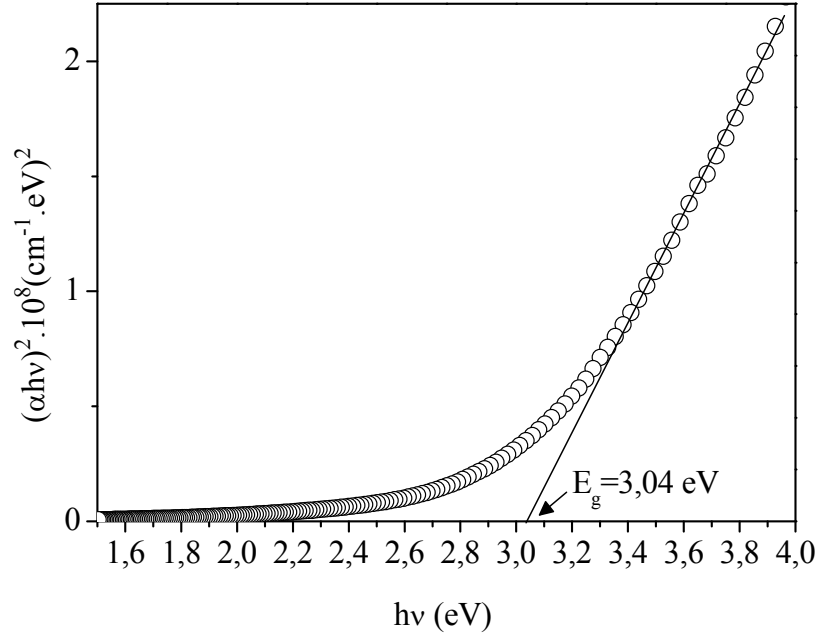


Şekil 3.28. 0,4 mL TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında elde edilen PbS ince filmlerin T- λ grafiği.

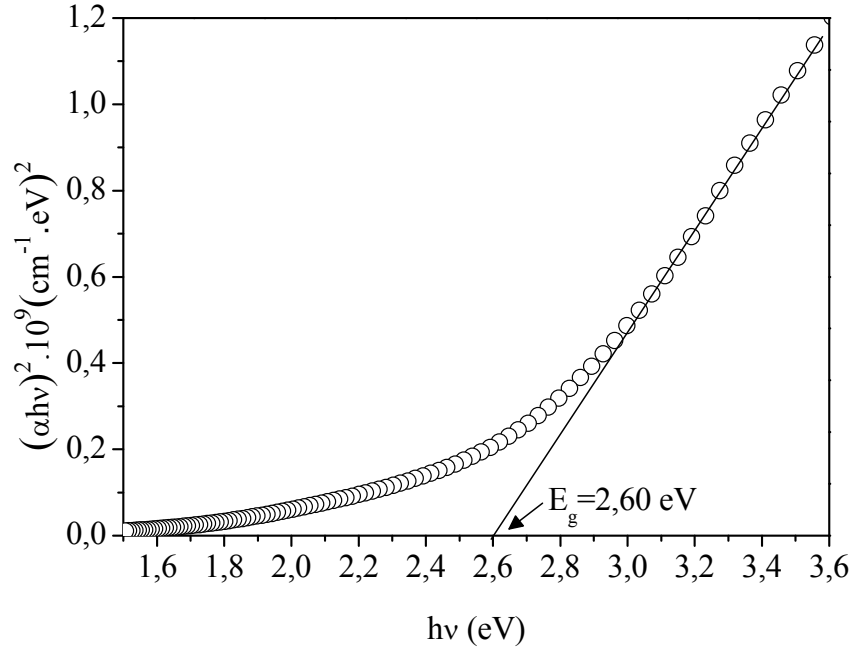
Şekil 3.29. ile Şekil 3.32. arasındaki şekiller deney A sonucunda 0,4 mL TSS kullanılarak ve farklı depolama zamanlarında bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken filmlerine ait $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $h\nu$ 'ye göre değişim grafiklerini göstermektedir. Şekillerden ve Çizelge 3.4'ten görüldüğü gibi elde edilen filmlere ait yasak enerji aralığı değerleri 2,60-3,04 eV arasında değişmektedir. PbS ince filmleri için elde edilen yasak enerji aralığı değerlerinin literatürle uyumlu olduğu görülmektedir (Kaci ve diğ., 2010; 2011).



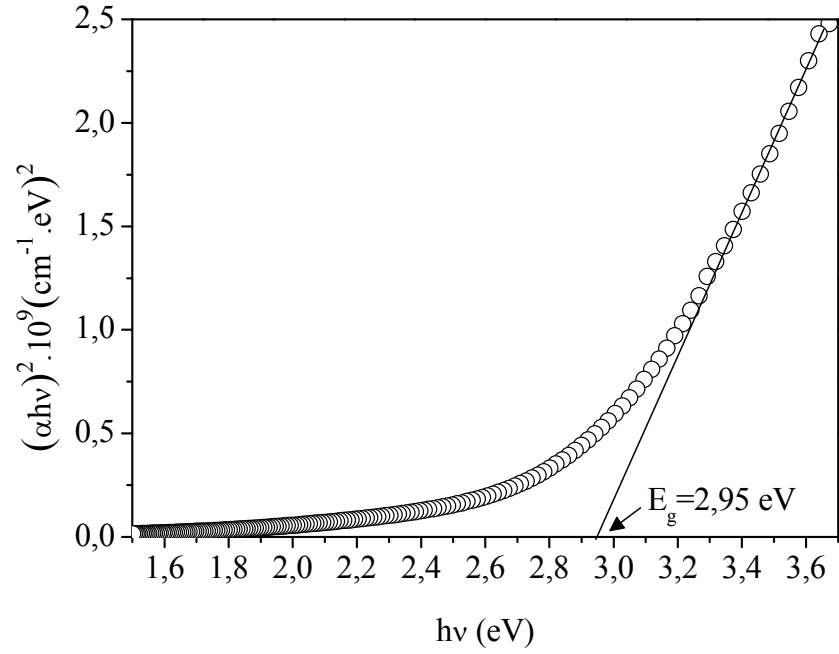
Şekil 3.29. 0,4 mL TSS kullanılarak 75 dakika bekletilerek elde edilen film için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $(h\nu)$ 'ye göre grafiği.



Şekil 3.30. 0,4 mL TSS kullanılarak 90 dakika bekletilerek elde edilen film için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $(h\nu)$ 'ye göre grafiği.



Şekil 3.31. 0,4 mL TSS kullanılarak 105 dakika bekletilerek elde edilen film için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi ($h\nu$)'ye göre grafiği.

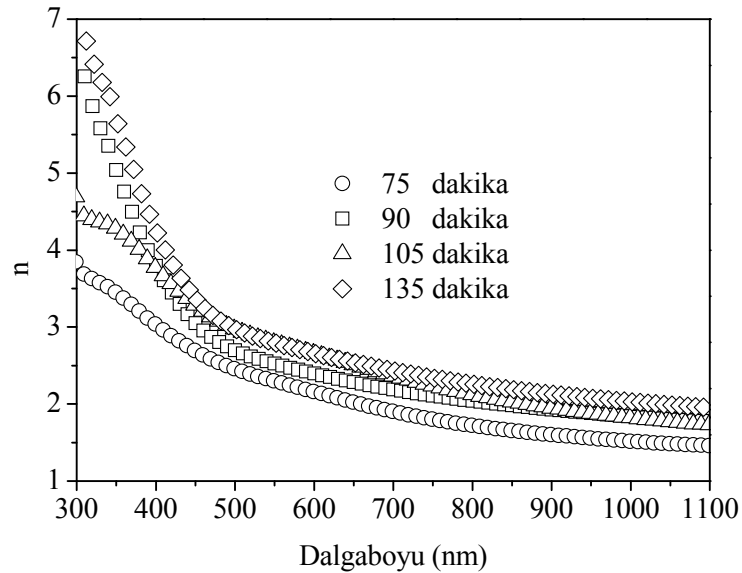


Şekil 3.32. 0,4 mL TSS kullanılarak 135 dakika bekletilen elde edilen film için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi ($h\nu$)'ye göre grafiği.

Çizelge 3.4. Deney A şartlarında 0,4 mL TSS kullanılarak farklı kalınlıklarda elde edilmiş filmlerin kalınlıkları, yasak enerji aralıkları, kırılma indisleri, sönüm katsayıları, reel ve sanal dielektrik sabitleri ($\lambda = 600$ nm).

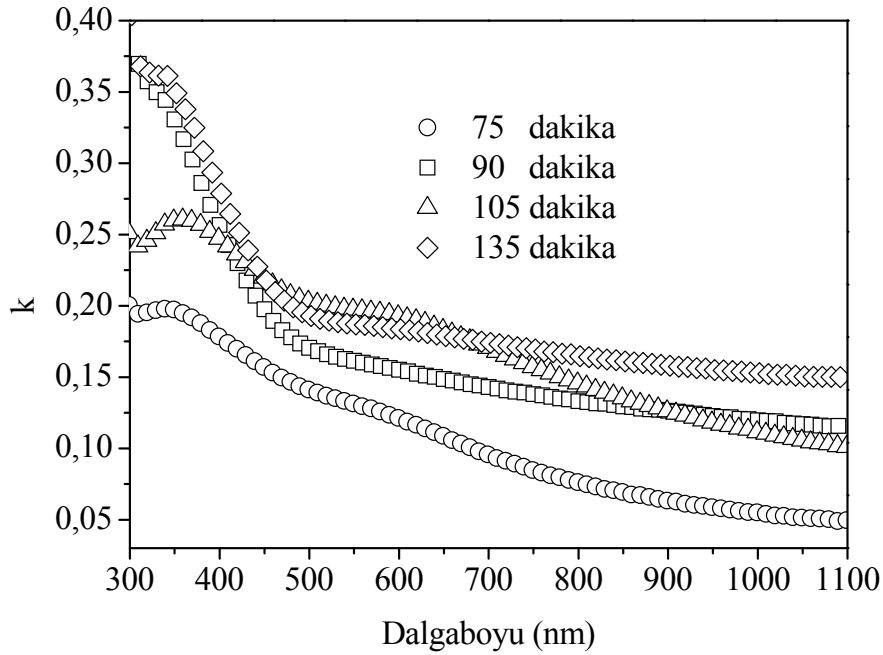
Zaman (dakika)	t_f (nm)	E_g (eV)	n	k	ϵ_1	ϵ_2
75	1026	2,78	2,16	0,12	4,65	0,52
90	1057	3,04	2,40	0,16	5,73	0,74
105	1085	2,60	2,65	0,19	7,01	1,02
135	1143	2,95	2,84	0,19	8,08	1,07

Şekil 3.33 deney A sonucunda, 0,4 mL TSS kullanılarak ve farklı depolama zamanlarında bekletilerek elde edilen filmlerin kırılma indisinin dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.4’te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan kırılma indisi değeri artan depolama zamanı ile 2,16 değerinden 2,84 değerine, yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) 1,49’tan 1,96’ya artmıştır.



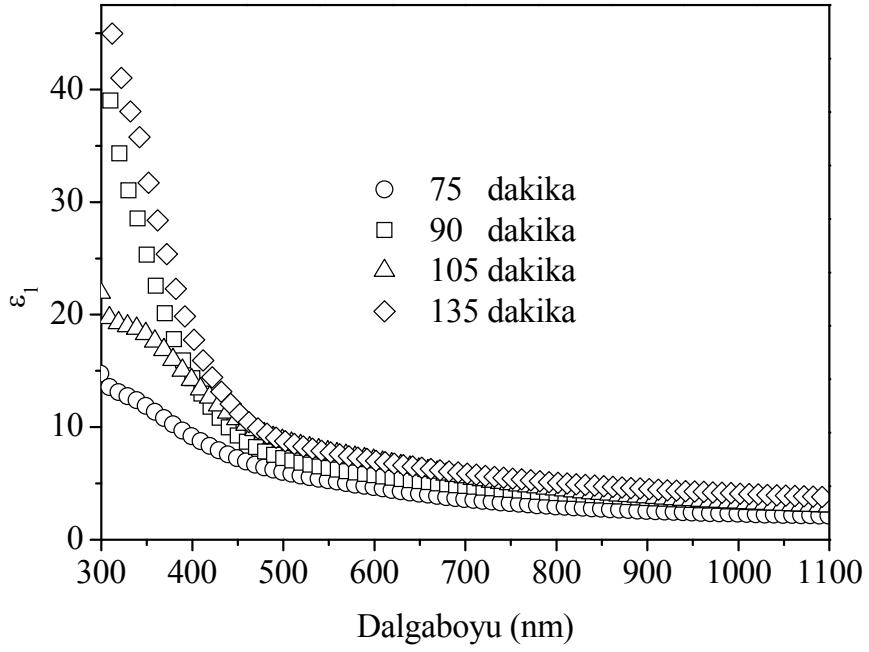
Şekil 3.33. 0,4 mL TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında elde edilen PbS ince filmlerin $n-\lambda$ grafiği.

Şekil 3.34 deney A sonucunda, 0,4 mL TSS kullanılarak ve farklı depolama zamanlarında bekletilerek elde edilen filmlerin sönüm katsayısının dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.4'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan sönüm katsayısı değeri artan depolama zamanı ile 0,12 değerinden 0,19 değerine, yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) 0,05'ten 0,15'e artmıştır.



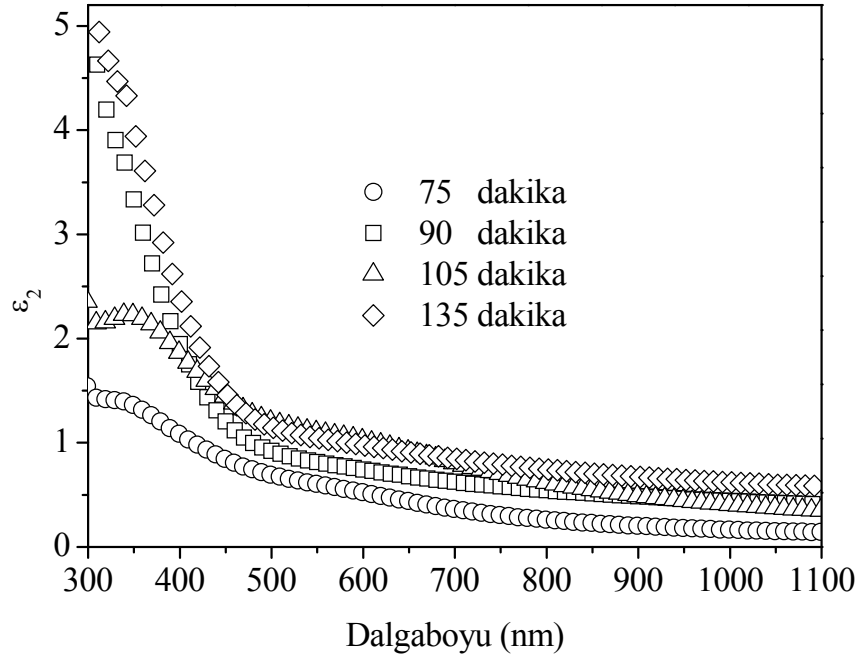
Şekil 3.34. 0,4 mL TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında bekletilen PbS ince filmlerin k - λ grafiği.

Şekil 3.35 deney A sonucunda, 0,4 mL TSS kullanılarak, farklı depolama zamanlarında elde edilen filmlerin dielektrik sabitinin reel kısmının dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.4.'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan dielektrik sabitinin reel kısmı artan depolama zamanı ile 4,65 değerinden 8,08 değerine, yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) 2,13'den 3,80'e artmıştır.



Şekil 3.35. 0,4 mL TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında bekletilen PbS ince filmlerin $\epsilon_1 - \lambda$ grafiği.

Şekil 3.36 deney A sonucunda, 0,4 mL TSS kullanılarak, farklı depolama zamanlarında elde edilen filmlerin dielektrik sabitinin sanal kısmının dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.4'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan dielektrik sabitinin sanal kısmı artan depolama zamanı ile 0,52 değerinden 1,07 değerine, yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) 0,15 değerinden 0,56 değerine artmıştır.

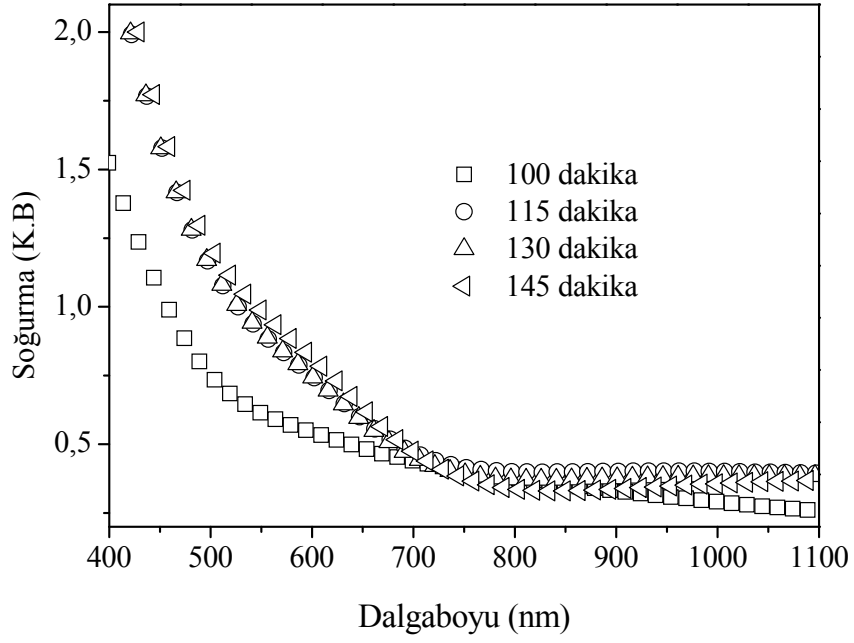


Şekil 3.36. 0,4 mL TSS kullanılarak farklı depolama zamanlarında bekletilen PbS ince filmlerin $\epsilon_2 - \lambda$ grafiği.

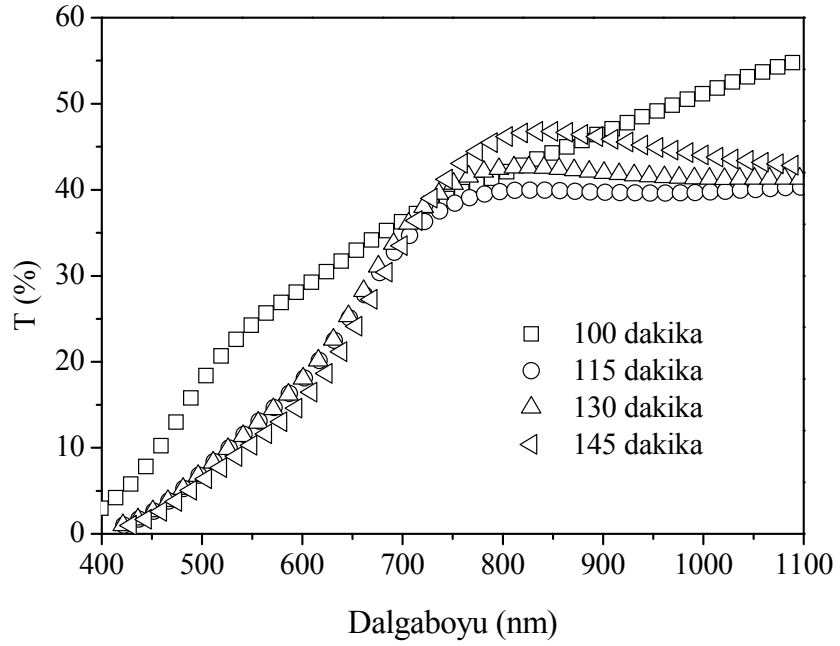
3.2.2. Deney B Sonucunda Elde Edilen Filmlerin Optik Özellikleri

Şekil 3.37 deney B'nin hazırlama şartlarında ve farklı depolama zamanlarında bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken ince filmlerin oda sıcaklığındaki temel soğurma spektrumlarını göstermektedir. Soğurma 750 nm dalgaboyundan başlayarak 400 nm dalgaboyuna doğru keskin bir artış göstermiştir. Elde edilen tüm numunelerin 750 nm dalgaboyundan büyük dalgaboylarında hemen hemen geçirgen, 750 nm dalgaboylarından küçük dalgaboylarında ise soğurucu özellik gösterdiği görülmektedir.

Şekil 3.38 deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında bekletilerek elde edilen PbS ince filmlerine ait geçirgenlik spektrumlarını göstermektedir. Şekilden görüldüğü geçirgenlik değeri görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) artan depolama zamanı ile % 29 değerinden % 15 değerine, yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) ise % 55 değerinden % 43 değerine düşmüştür.

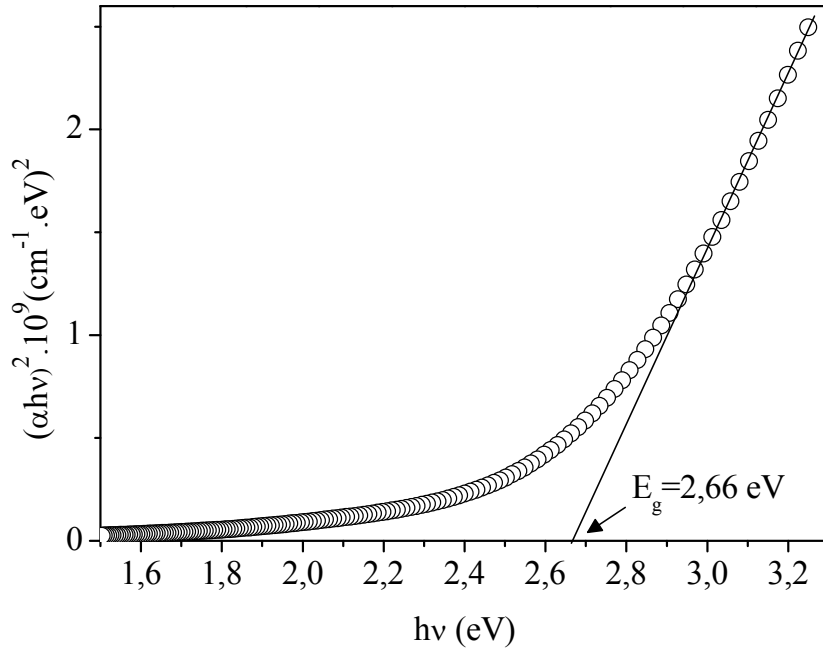


Şekil 3.37. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında elde edilen PbS ince filmlerin A- λ grafiği.

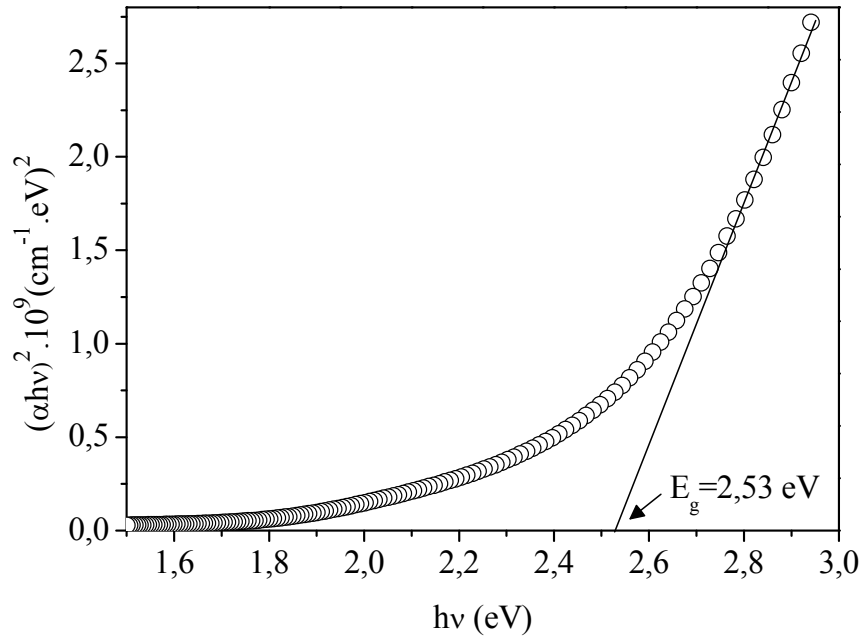


Şekil 3.38. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında elde edilen PbS ince filmlerin T- λ grafiği.

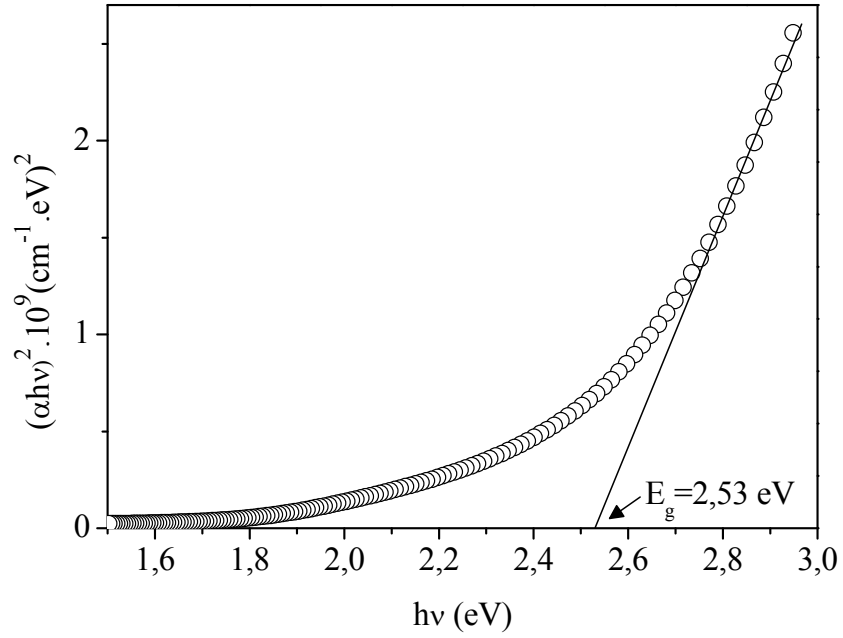
Şekil 3.39. ile Şekil 3.42. arasındaki şekiller deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken filmlerine ait $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $h\nu$ 'ye göre değişim grafiklerini göstermektedir. Şekillerden grafiğin lineer kısmının $h\nu$ eksenini kestiği noktadan hesaplanan yasak enerji aralığının artan depolama zamanı ile 2,66 eV değerinden 2,48 eV değerine azaldığı görülmektedir (Çizelge 3.5). PbS ince filmleri için elde edilen yasak enerji aralığı değerlerinin literatürle uyumlu olduğu görülmektedir (Kaci ve diğ., 2010; 2011).



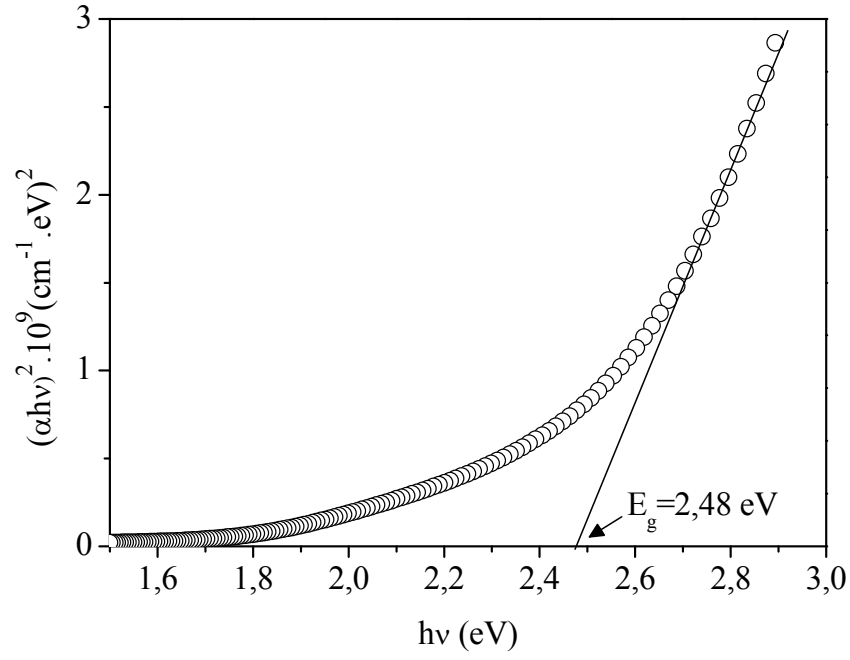
Şekil 3.39. Deney B sonucunda 100 dakika bekletilerek elde edilen film için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $(h\nu)$ 'ye göre grafiği.



Şekil 3.40. Deney B sonucunda 115 dakika bekletilerek elde edilen film için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $(h\nu)$ 'ye göre grafiği.



Şekil 3.41. Deney B sonucunda 130 dakika bekletilerek elde edilen film için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin foton enerjisi $(h\nu)$ 'ye göre grafiği.



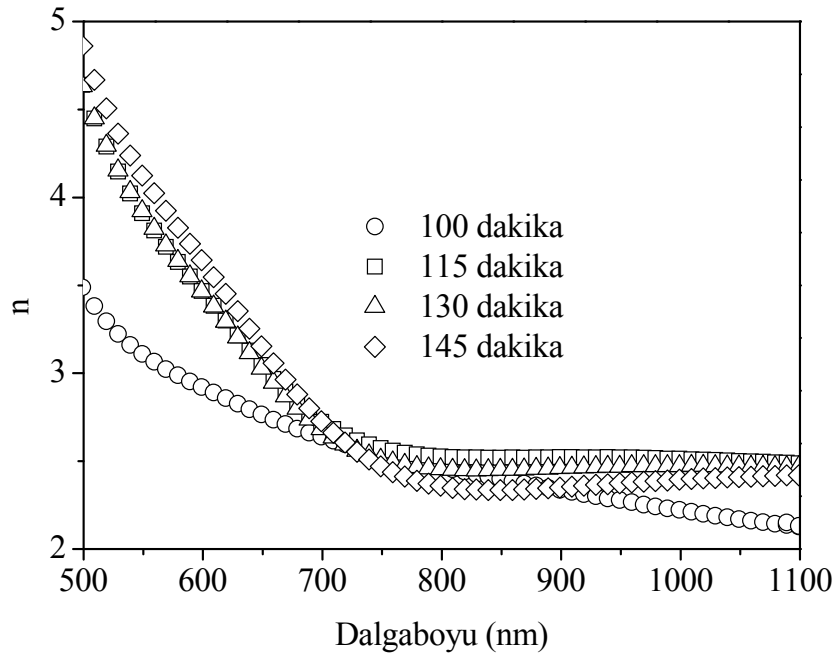
Şekil 3.42. Deney B sonucunda 145 dakika bekletilerek elde edilen film için $(\alpha hv)^2$ 'nin foton enerjisi (hv) 'ye göre grafiği.

Çizelge 3.5. Deney B şartlarında farklı depolama zamanlarında elde edilen filmlerin kalınlıkları, yasak enerji aralıkları, kırılma indisleri, sönüm katsayıları, reel ve sanal dielektrik sabitleri ($\lambda = 600$ nm).

Numune	Zaman (dakika)	t_f (nm)	E_g (eV)	n	k	ϵ_1	ϵ_2
B1	100	1095	2,66	2,92	0,23	8,46	1,37
B2	115	1123	2,53	3,46	0,31	11,86	2,17
B3	130	1164	2,52	3,46	0,30	11,86	2,10
B4	145	1181	2,48	3,63	0,35	13,08	2,58

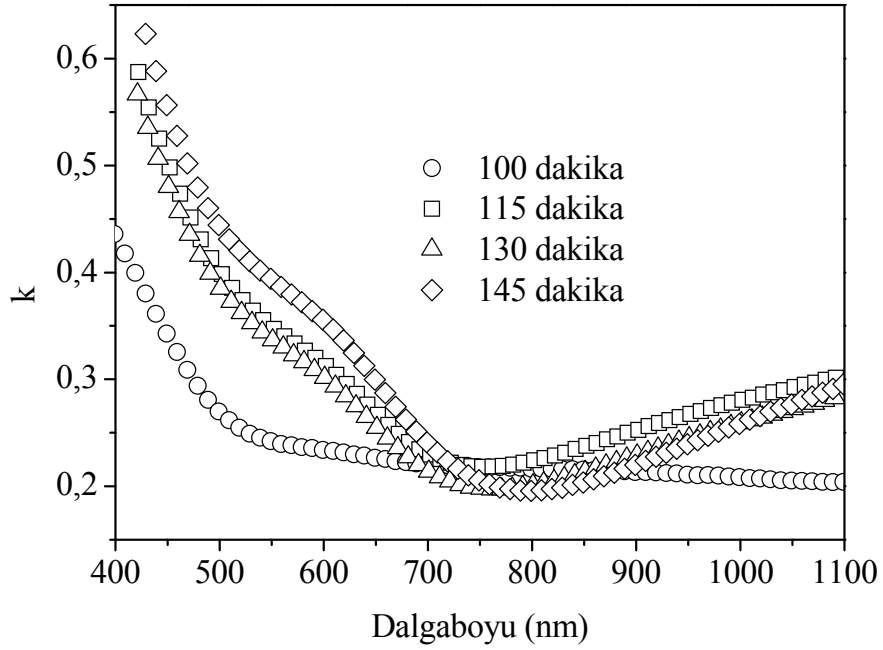
Şekil 3.43 deney B sonucunda, farklı depolama zamanlarında elde edilen filmlerin kırılma indisinin dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.5'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan kırılma indisi değeri artan depolama

zamanı ile 2,92–3,46 arasında yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) 2,13–2,49 arasında değişmiştir. Deney B sonucunda elde edilen kırılma indisi değerleri deney A sonucunda elde edilen kırılma indisi değerleri ile karşılaştırıldığında biraz daha fazla yüksek çıkmakla beraber bu değerlerinde literatürle uyumlu olduğu görülmektedir (Abbas ve diğ., 2011; Hernández-Borja ve diğ., 2011).



Şekil 3.43. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında elde edilen PbS ince filmlerin $n-\lambda$ grafiği.

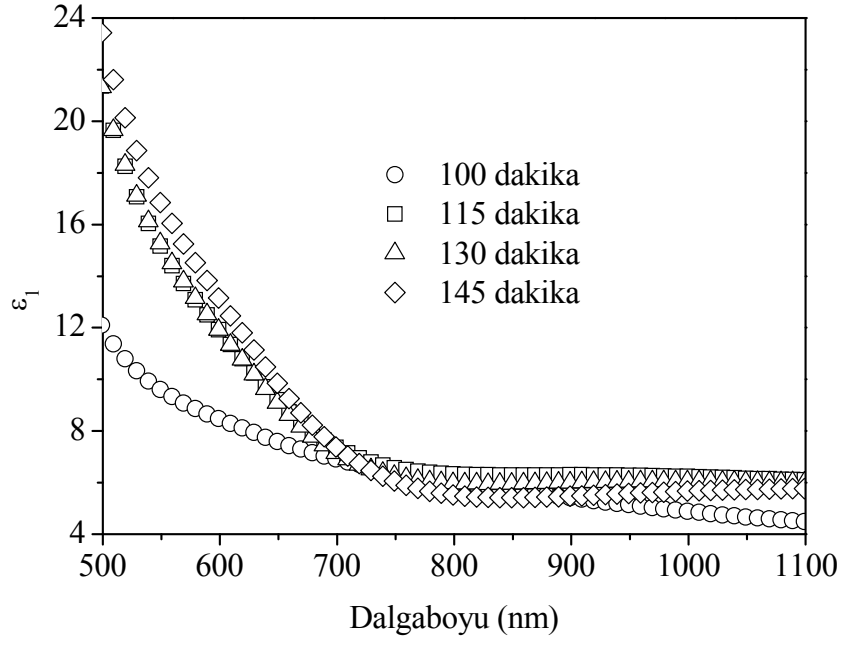
Şekil 3.44 deney B sonucunda, farklı depolama zamanlarında elde edilen filmlerin sönüm katsayısının dalga boyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.5'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan sönüm katsayısı değeri artan depolama zamanı ile 0,23 değerinden 0,35 değerine, yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) 0,20'den 0,30'a artmıştır.



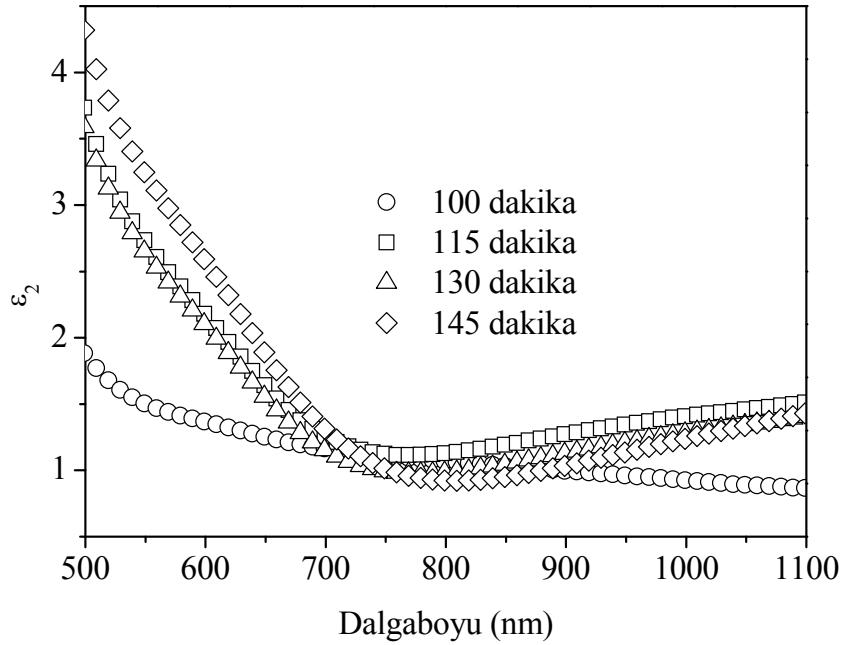
Şekil 3.44. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında elde edilen PbS ince filmlerin T-λ grafiği.

Şekil 3.45 deney B sonucunda, farklı depolama zamanlarında elde edilen filmlerin dielektrik sabitinin reel kısmının dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.5'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan dielektrik sabitinin reel kısmı artan depolama zamanı ile 8,46 değerinden 13,08 değerine, yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) 4,48'den 6,10'a artmıştır.

Şekil 3.46 deney B sonucunda, farklı depolama zamanlarında elde edilen filmlerin dielektrik sabitinin sanal kısmının dalgaboyuna göre değişimini göstermektedir. Çizelge 3.5'te görüldüğü gibi görünür bölgede ($\lambda = 600$ nm) hesaplanan dielektrik sabitinin sanal kısmı artan depolama zamanı ile 1,37 değerinden 2,58 değerine, yakın kızılötesi bölgede ise ($\lambda = 1100$ nm) 0,87 değerinden 1,51 değerine artmıştır.



Şekil 3.45. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında elde edilen PbS ince filmlerin $\epsilon_1 - \lambda$ grafiği.



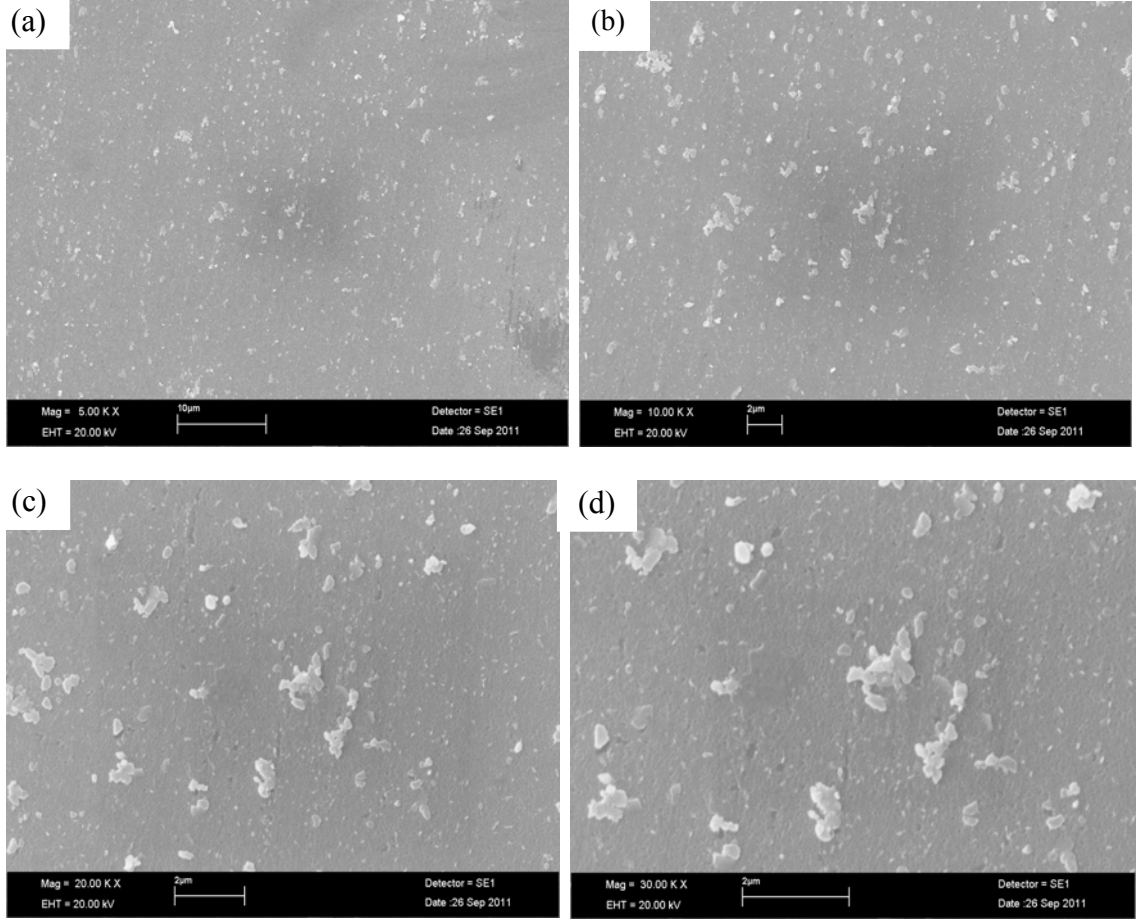
Şekil 3.46. Deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında elde edilen PbS ince filmlerin $\epsilon_2 - \lambda$ grafiği.

3.3. PbS Filmlerin Yüzeysel Özellikleri

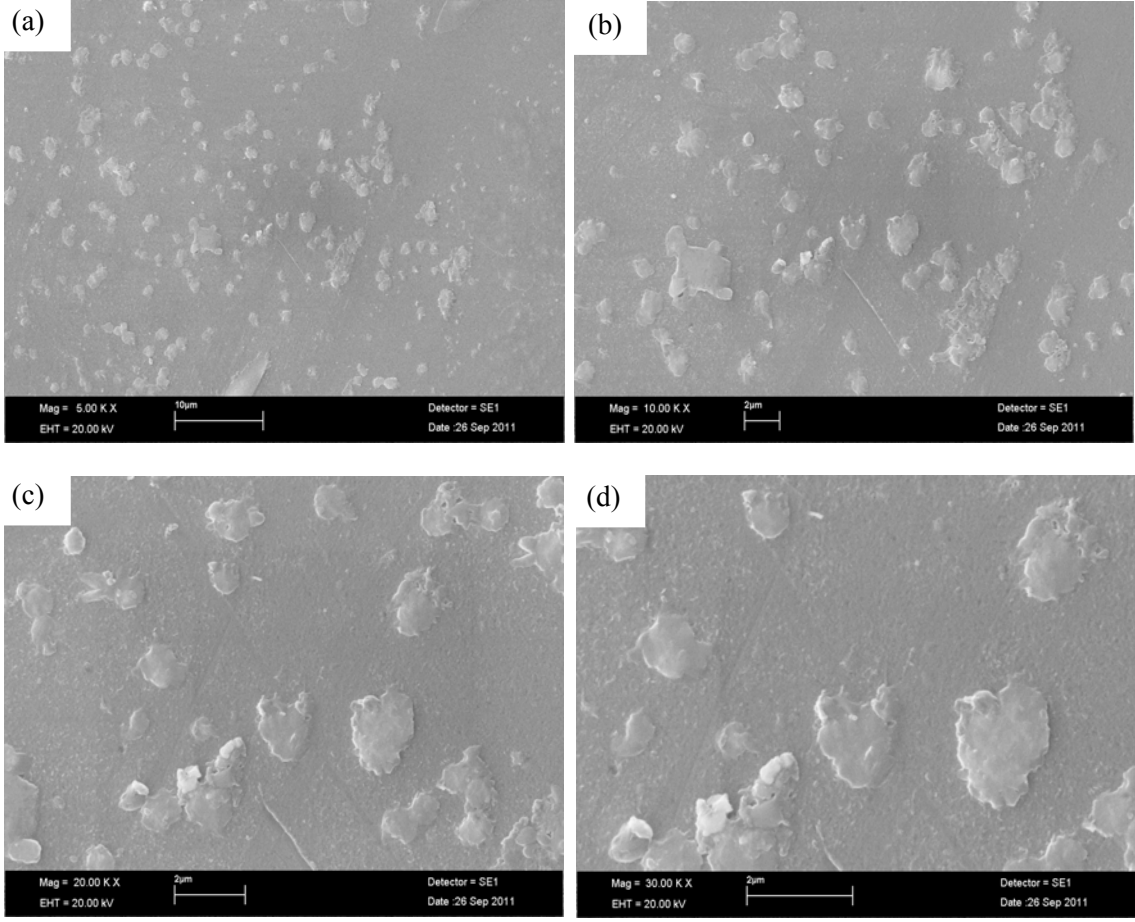
3.3.1. Deney A Sonucunda Elde Edilen PbS Filmlerin Yüzeysel Özellikleri

Yarı iletken film şeklinde elde edilen bir malzemenin yüzeysel özellikleri, gerek elektriksel gerekse optiksel parametreleri önemli ölçüde etkilemektedir. Bu durum da malzemenin opto-elektronik aygıtlarda kullanım verimini etkileyecek önemli bir faktördür. Bu sebeplerden dolayı elde edilen filmlerin yüzeysel özellikleri ayrıntılı bir şekilde analiz edilmelidir. Bunun için kullanılan en yaygın tekniklerden birisi taramalı elektron mikroskopudur (SEM). SEM incelemesi sonucunda elde edilen filmin pürüzlülüğü, tabana tutunması, homojenliği ve yüzey kusurları hakkında bilgi edinilebilir.

PbS filmlerin yüzey görüntüleri 20 kV'da çalışan EVO40-LEO SEM cihazı kullanılarak 5000×, 10000×, 20000× ve 30000× büyütmelerde alınmıştır. Şekil 3.47'den başlayıp Şekil 3.51 ile biten SEM resimleri, deney A'nın hazırlama şartlarında 0,4 mL TSS kullanılarak ve farklı depolama zamanlarında bekletilerek elde edilen kurşun oksit Pb₃O₄ (Şekil 3.47 ve Şekil 3.48) ve PbS (Şekil 3.49, Şekil 3.50 ve Şekil 3.51) filmlerin 5000×, 10000×, 20000× ve 30000× büyütmelerde alınmış yüzey görüntülerini göstermektedir. Şekil 3.47 ve Şekil 3.48'de, 75 dakika ve 90 dakika bekletilerek elde edilen Pb₃O₄ filmlerin görüntülerinde, tüm film yüzeyini kaplayacak şekilde şekilsiz ve rastgele kümelenmeler göze çarpmaktadır. Bu kümelenmelerin de X-ışınları analizinde de görüldüğü gibi (Şekil 3.6 ve Şekil 3.7) film yüzeyinde Pb₃O₄ fazının oluşmasından kaynaklandığını düşünmekteyiz.

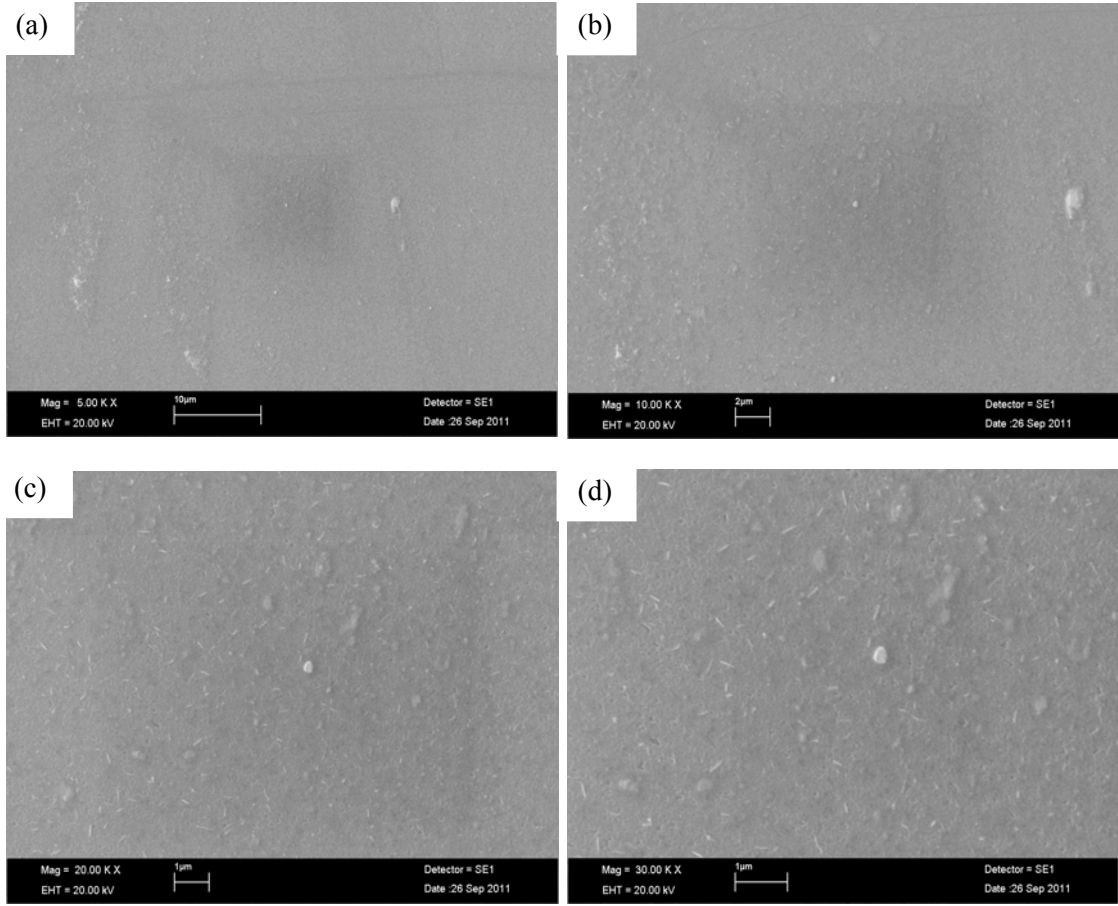


Şekil 3.47. Deney A şartlarında, 0,4 mL TSS kullanılarak ve 75 dakika bekletilerek elde edilen filmin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



Şekil 3.48. Deney A şartlarında, 0,4 mL TSS kullanılarak ve 90 dakika bekletilerek elde edilen filmin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

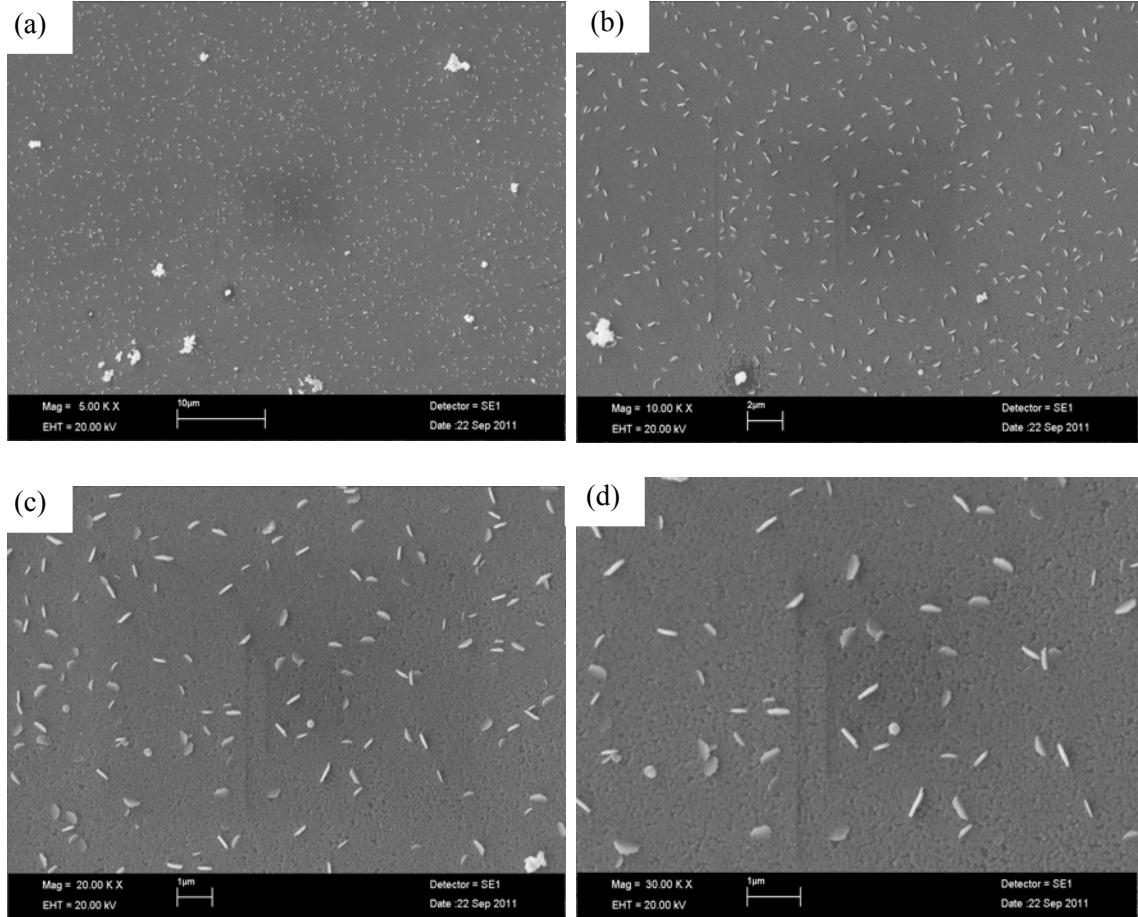
Şekil 3.49 deney A sonucunda 0,4 mL TSS kullanılarak ve 105 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin 5000×, 10000×, 20000× ve 30000× büyütmelerde alınmış yüzey görüntülerini göstermektedir. Şekilden de görüldüğü gibi PbS fazının oluşmaya başlamasıyla düzensiz ve rastgele parçacıklar yerini homojen ve düzenli bir yapıya bırakmıştır. Bu farklılığın oluşmaya başlaması X-ışınları kırınım desenlerinde de kendini göstermiştir (Şekil 3.8).



Şekil 3.49. Deney A şartlarında, 0,4 mL TSS kullanılarak ve 105 dakika bekletilerek elde edilen filmin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

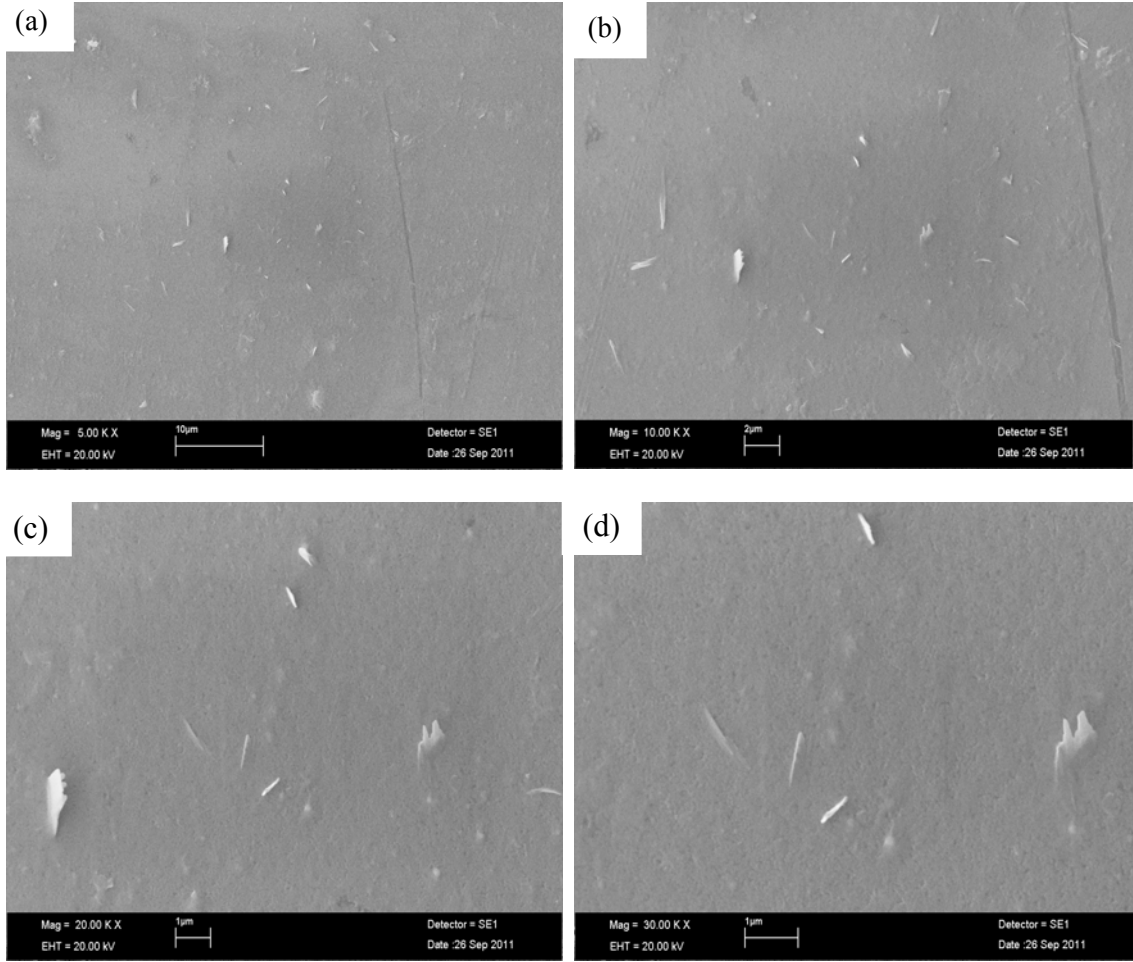
Şekil 3.50 ise deney A sonucunda 0,4 mL TSS kullanılarak ve 120 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin 5000×, 10000×, 20000× ve 30000× büyütmelerde alınmış yüzey görüntülerini göstermektedir. Özellikle Şekil 3.50d'de görüldüğü gibi arka planda tüm film yüzeyini kaplayan homojen ve düzenli bir yapı ön planda ise bu düzenli yapının içerisinde çıkışmış yine düzenli parçacıklar göze çarpmaktadır. Şekilde elde edilen SEM resimlerinin de X-ışınları kırınım deseninden elde edilen Şekil 3.4'ü desteklediği görülmektedir. Ayrıca Şekil 3.4 ve Çizelge 3.1'de görüldüğü gibi elde edilen PbS filmine ait X-ışınları kırınım desenlerindeki (111) düzlemi ve Debye Scherrer formülü kullanılarak hesaplanan en yüksek tane boyutuna (172 nm) 120 dakika

bekleme süresi sonucunda ulaşılmıştır. Elde edilen görüntülere benzer SEM resimlerine literatürde de rastlanmıştır (Kaci ve diğ., 2010; Stavrinadis ve diğ., 2009).



Şekil 3.50. Deney A şartlarında 0,4 mL TSS kullanılarak ve 120 dakika bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken ince filminin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

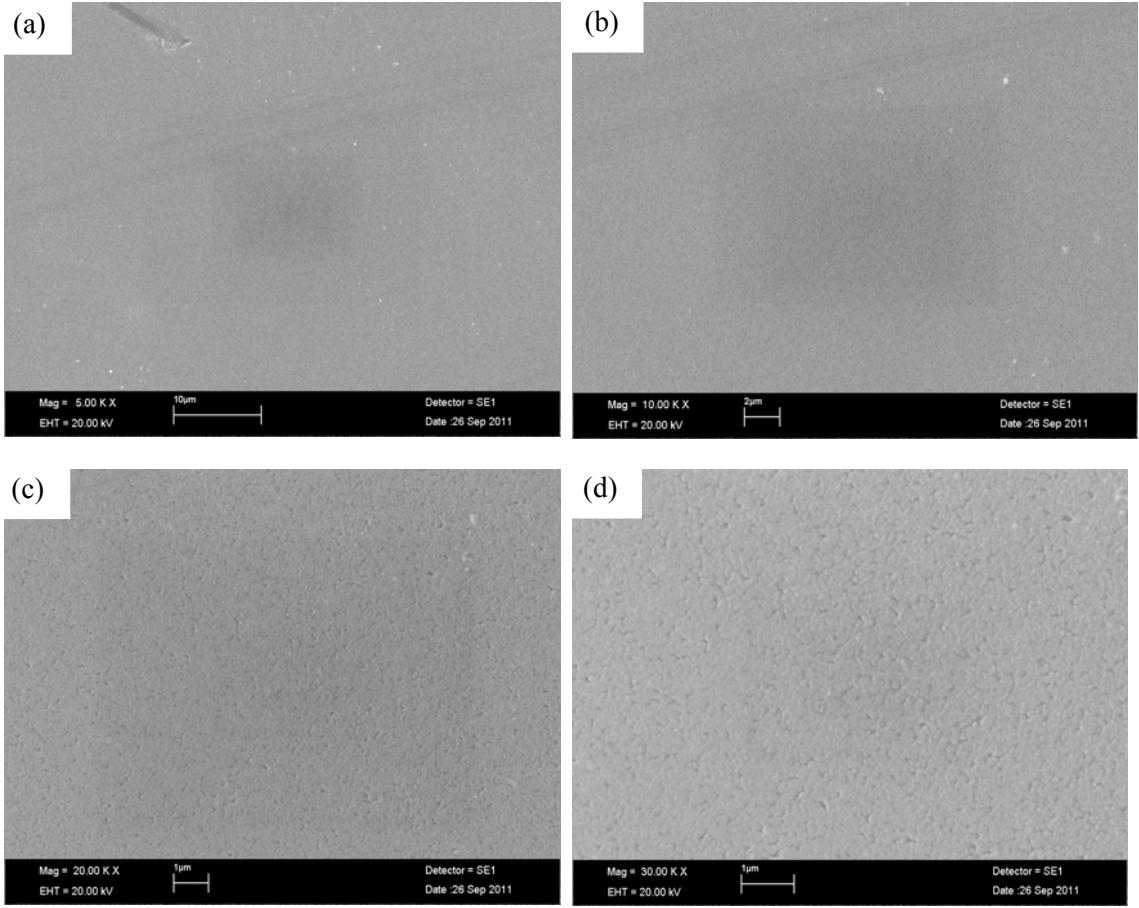
Şekil 3.52 ile Şekil 3.55 arasındaki şekiller deney B sonucunda 0,4 mL TSS kullanılarak ve 135 dakika bekletilerek elde edilen PbS filminin 5000×, 10000×, 20000× ve 30000× büyütme oranlarında alınmış yüzey görüntülerini göstermektedir. Bu şekillerden görüldüğü gibi Şekil 3.50’de arka planda elde edilen düzenli yapı hala korunmakla birlikte ön planda düzenli yapının içerisinde çıkan parçacıkların görüntüsünde bozulmalar göze çarpmaktadır.



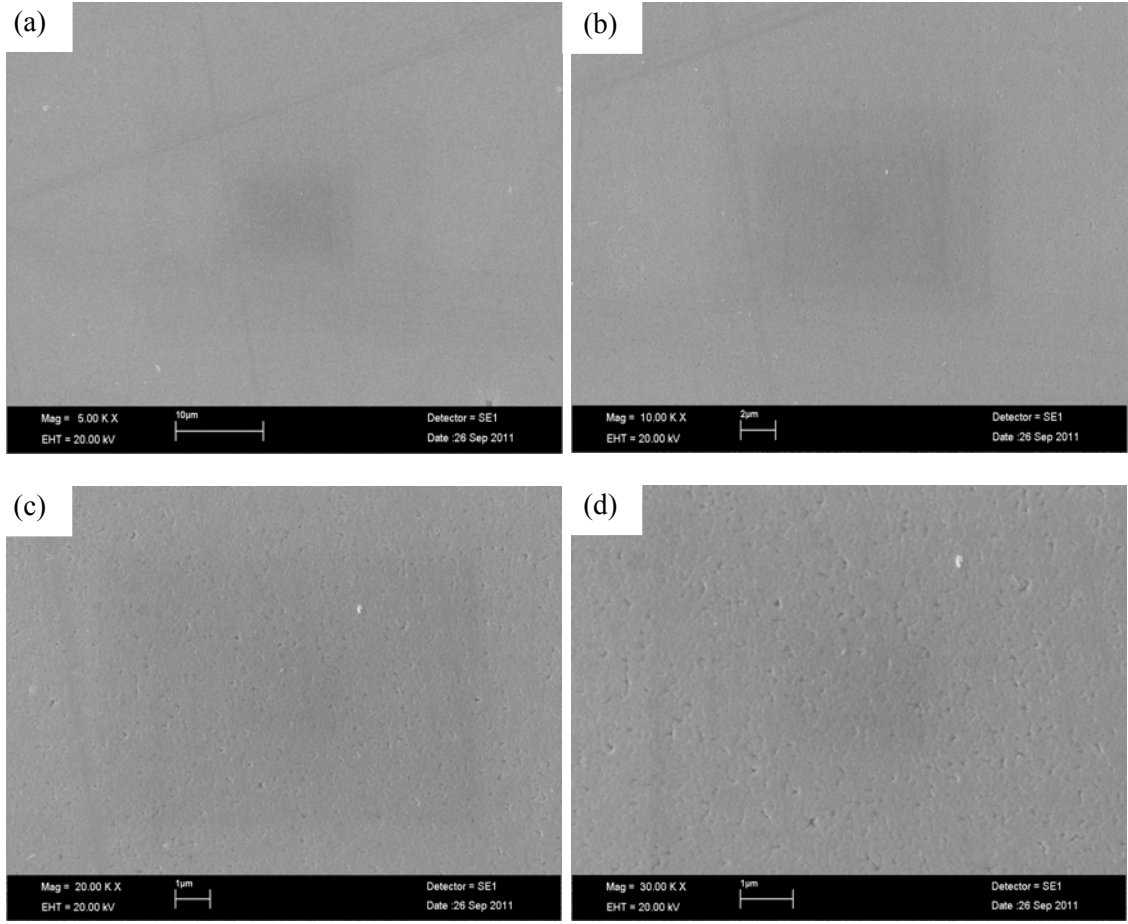
Şekil 3.51. Deney A şartlarında 0,4 mL TSS kullanılarak ve 135 dakika bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken ince filminin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

3.3.2. Deney B Sonucunda Elde Edilen PbS Filmlerin Yüzeysel Özellikleri

Şekil 3.52 ile Şekil 3.55 arasındaki şekiller deney B sonucunda farklı depolama zamanlarında bekletilerek elde edilen PbS ince filmlerin 5000×, 10000×, 20000× ve 30000× büyütmelerde alınmış yüzey görüntülerini göstermektedir. Şekil 3.52 ve Şekil 3.53'teki SEM resimleri 100 dakikada ve 115 dakikada elde edilen filmlerin düzenli ve homojen bir yapıda olduğunu göstermektedir.

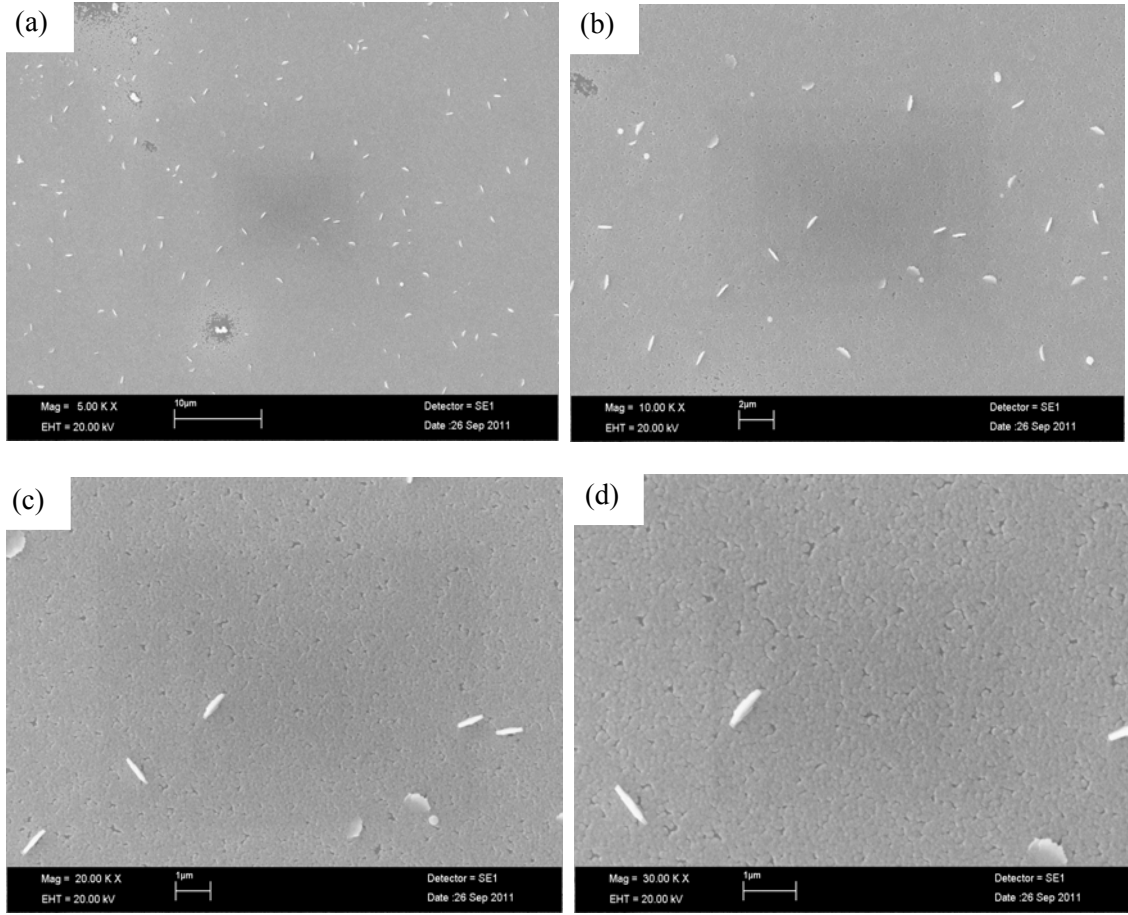


Şekil 3.52. Deney B şartlarında 100 dakika bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken ince filminin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

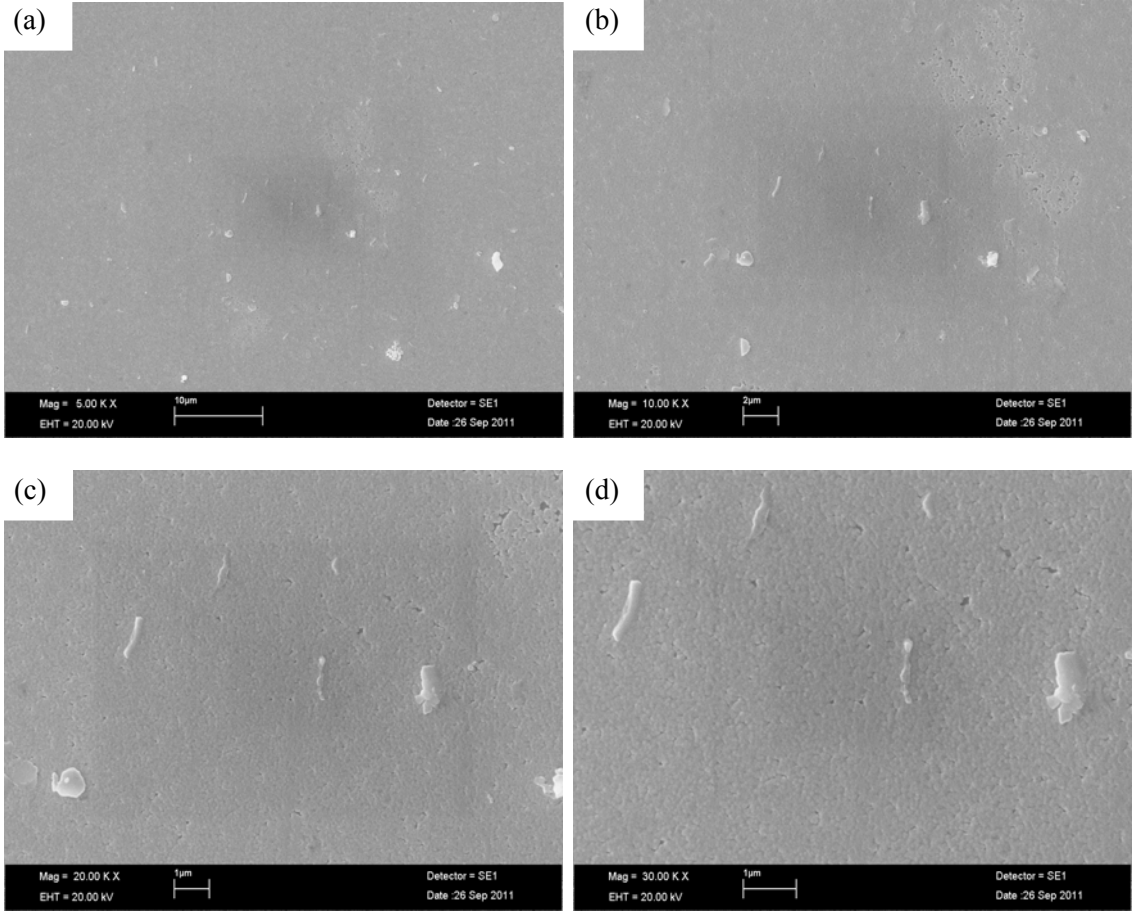


Şekil 3.53. Deney B şartlarında 115 dakika bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken ince filminin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

Şekil 3.54 ve Şekil 3.55'teki SEM resimleri 130 dakika ve 145 dakikada bekletilerek elde edilen filmlerin, arka planda düzenli ve homojen bir yapıya sahip olmakla beraber ön planda film içerisinde ortaya çıkmış parçacıklardan oluştuğunu göstermektedir. Arka plandan ortaya çıkan parçacıklar Şekil 3.54'de daha düzenli iken Şekil 3.55'te daha düzensiz hal almıştır.



Şekil 3.54. Deney B şartlarında 130 dakika bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken ince filminin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.



Şekil 3.55. Deney B şartlarında 145 dakika bekletilerek elde edilen PbS yarı iletken ince filminin (a) 5.00KX, (b) 10.00KX, (c) 20.00KX ve (d) 30.00KX büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri.

4. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu çalışmada, basit ve aynı zamanda da ucuz bir yöntem olan kimyasal depolama yöntemini kullanarak PbS ince filmleri elde edilmiştir. Filmler oda sıcaklığında, farklı depolama zamanları ve farklı TSS miktarı kullanılarak (0,1 mL, 0,2 mL, 0,3 mL, 0,4 mL ve 0,5 mL) cam alttabanlar üzerinde elde edilmiş. Elde edilen PbS ince filmlerin yapısal ve optik özellikleri incelenmiştir. En iyi film oluşumu şartları XRD sonuçlarından, oda sıcaklığı (30 °C), 120 dakika bekleme süresi ve 0,4 mL TSS kullanılması olarak tespit edilmiştir. Bu şartları sağlayan PbS filmlerin X-ışını kırınım desenlerinden filmlerin kübik yapıda kristallendikleri ve 172 nm büyüklüğünde tane boyutuna sahip oldukları belirlenmiştir. Çözelti sıcaklığı, pH, depolama zamanı ve çözelti konsantrasyonunun film üretiminde çok önemli yer tuttuğu yapılan deneyler sonucunda gözlenmiştir. PbS filmlerin örgü parametreleri X-ışını kırınım desenlerinden $a \approx 6.004 \text{ \AA}$ olarak hesaplanmıştır. Bu değerlerin literatürde verilen değerler ile uyumlu olduğu görülmektedir.

PbS filmlerinin oda sıcaklığında elde edilen temel soğurma spektrumlarından yararlanarak, $(\alpha h\nu)^2 - h\nu$ değişimleri çizilmiştir. Bu değişimlerden elde edilen tüm filmlerin direkt bant geçişli oldukları belirlenmiştir. Bu grafiklerden yararlanarak elde edilen filmlerin yasak enerji aralıkları hesaplanmıştır. Oda sıcaklığında ve kübik yapıda elde edilen filmlerde yasak enerji aralığının 2,48–3,04 eV arasında değiştiği bulunmuştur. Elde edilen bant aralığı değerleri PbS'nin literatür değerleriyle uyumlu olmakla birlikte oldukça yüksek çıkmıştır. Bant aralığı değerinin 300 K 0.41 eV (Sze, 1981) olduğu düşünülürse yüksek çıkmasının sebebinin kuantum sınırlamalardan kaynaklandığını düşünmekteyiz (Göde ve diğ., 2007; Ghosh ve diğ., 2005; Brus, 1986).

Elde edilen filmlerin kırılma indisi değerlerinin 2,14–3,63 arasında değişirken sönüm katsayılarının 0,11–0,35 arasında, dielektrik sabitinin reel kısmının 4,58–13,08 arasında değişirken sanal kısmının ise 0,49–2,58 arasında değiştiği gözlenmiştir.

Sonuç olarak yapılan tüm deneyler sonucunda elde edilen filmlerden, oda sıcaklığındaki optik geçirgenlik değerlerinin elektromagnetik spektrumun görünür bölgesinde ($\lambda = 550 \text{ nm}$) düşük olmasından dolayı özellikle de 0,4 mL TSS kullanılarak ve 120 dakika bekletilerek elde edilen PbS ince filmlerin en iyi kristal yapıya sahip oldukları görülmüştür.

KAYNAKLAR

- Abbas, M.M., Shehab A.Ab-M., Al-Samuraee A-K., Hassan N-A., 2011. Effect of deposition time on the optical characteristics of chemically deposited nanostructure PbS thin films. *Energy Procedia* 6, 241–250.
- Abbas, M.M., Shehab A.Ab-M., Hassan N-A., Al-Samuraee A-K., 2011. Effect of temperature and deposition time on the optical properties of chemically deposited nanostructure PbS thin films. *Thin Solid Films* 519, 4917–4922.
- Benramdane, N., Murad, W.A., Misho, R.H., Ziane, M., Z. Kebbab, Z., 1997. A chemical method for the preparation of thin films of CdO and ZnO. *Materials Chemistry and Physics* 48, 119–123.
- Blakemore, J.S., 1985. *Solid State Physics*. Cambridge University Press, Cambridge.
- Brus, L.E., 1986. Electronic wave functions in semiconductor clusters: experiment and theory. *J. Phys. Chem.* 90 (12), 2555–2560.
- Bube, R.H., 1970. *Photoconductivity of Semiconductor Devices*, John Wiley and Sons Inc., London.
- Chattark, A.N., Kamble, S.S., Deshmukh L.P., 2012. Role of pH in aqueous alkaline chemical bath deposition of lead sulfide thin films. *Materials Letters* 67, 39–41.
- Chopra, K.L., 1969. *Thin film phenomena*. McGraw Hill Book Co., New York.
- Cottey, A.A., 1971. Band theory of the quantum size effect for a simple model. *Journal of Physics C: Solid State Physics* 4, 1734.
- Cullity, B.D., 1978. *Elements of X-Ray Diffraction*. 2nd Ed., Addison-Wesley Publishing Company Inc., USA.
- Dikici, M., 1993. *Katıhal Fiziğine Giriş*. On Dokuz Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun, Türkiye.
- Duan, T., Lou, W., Wang, X., Xue, Q., 2007. Size-controlled synthesis of orderly organized cube-shaped lead sulfide nanocrystals via a solvothermal single-source precursor method. *Colloid & Surface A* 310, 86–93.
- Durlu, T.N., 1992. *Katıhal Fiziğine Giriş*. Bilim Yayınları, Ankara, Türkiye.
- Ghosh, P.K., Mitra, M.K., Chattopadhyay, K.K., 2005. ZnS nanobelts grown in a polymer matrix by chemical bath deposition. *Nanotechnology* 16, 107.
- Göde, F., 2011. Annealing temperature effect on the structural, optical and electrical properties of ZnS thin films, *Physica B Physica B* 406, 1653–1659.
- Göde, F., Gümüş, C., Zor, M., 2007. Investigations on the physical properties of the polycrystalline ZnS thin films deposited by the chemical bath deposition method. *Journal Crystal Growth* 299, 136–141.
- Hernández-Borja, J., Vorobiev, Y.V., Ramírez-Bon, R., 2011. Thin film solar cells of CdS/PbS chemically deposited by an ammonia-free process. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 95, 1882–1888.

- Hillhouse, H.W., Beard M.C., 2009. Solar cells from colloidal nanocrystals: Fundamentals, materials, devices, and economics. *Current Opinion in Colloid & Interface Science* 14, 245–259.
- Jana, S., Thapa, R., Maity, R., Chattopadhyay, K.K., 2008. Optical and dielectric properties of PVA capped nanocrystalline PbS thin films synthesized by chemical bath deposition. *Physica E* 40, 3121–3126.
- Kaci, S., Keffous, A., Trari, M., Menari, H., Manseri, A., 2010. PEG300-assisted synthesis and characterization of PbS nanostructured thin films. *Journal of Alloys & Compounds* 496, 628–632.
- Kaci, S., Keffous, A., Trari, M., Menari, H., Manseri, A., Mahmoudi, B., Guerbous, L., 2010. Influence of polyethylene glycol-300 addition on nanostructured lead sulfide thin films properties. *Optics Communications* 283, 3355–3360.
- Kaci, S., Keffous, A., Trari, M., Fellahi, O., Menari, H., Manseri, A., Guerbous, L., 2010. Relationship between crystal morphology and photoluminescence in polynanocrystalline lead sulfide thin films. *Journal of Luminescence* 130, 1849–1856.
- Kaci, S., Keffous, A., Guerbous, L., Trari, M., 2011. Preparation and room temperature photoluminescence characterization of PbS/Si (100) thin films. *Thin Solid Films* 520, 79–82.
- Kalyanikutty, K.P., Gautam, U.K., Rao, C.N.R., 2006. Ultra-thin crystalline films of ZnS and PbS formed at the organic–aqueous interface. *Solid State Sciences* 8, 296–302.
- Kariper, A., Guneri, E., Gode, F., Gumus, C., Ozpozan, T., 2011. The structural, electrical and optical properties of CdS thin films as a function of pH. *Materials Chemistry and Physics* 129, 183–188.
- Kittel, C., 1996. *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley & Sons Inc., New York.
- Konstantatos, G., Huang, C., Levina, L., Lu, Z., Sargent, E.H., 2005. Efficient Infrared electroluminescent devices using solution-processed colloidal quantum dots. *Adv. Funct. Mater.* 15, 1865–1869.
- Kostić, R., Romčević, M., Romčević, N., Klopotoski, L., Kossut, J., J. Kuljanin-Jakovljević, J., Čomor, M.I., Nedeljković, J.M., 2008. Photoluminescence and far-infrared spectroscopy of PbS quantum dots – Polyvinyl alcohol nanocomposite. *Optical Materials* 30, 1177–1182.
- Morales-Fernández, I.E., Medina-Montes, M.I., González, L.A., Gnade, B., Quevedo-López, M.A., Ramírez-Bon, R., 2010. Electrical behavior of p-type PbS-based metal-oxide-semiconductor thin film transistors. *Thin Solid Films* 519, 512–516.
- Moreno-García, H., Nair, M.T.S., Nair, P.K., 2011. Chemically deposited lead sulfide and bismuth sulfide thin films and Bi₂S₃/PbS solar cells. *Thin Solid Films* 519, 2287–2295.
- Mott, N.F., Davis, E.A., 1971. *Electronic Process in Non-Crystalline Materials*, Clarendon Press, London.
- Pankove, J.I., 1971. *Optical Process in Semiconductors*, Princeton Press, New Jersey, USA.
- Preetha, K.C., Murali, K.V., Ragina, A.J., Deepa, K., Remadevi, T.L., 2012. Effect of cationic precursor pH on optical and transport properties of SILAR deposited nano crystalline PbS thin films. *Current Applied Physics*, 12, 53–59.
- Rempel, A.A., Kozhevnikova, N.S., Leenaers, A.J.G., Van den Berghe, S., 2005. Towards particle size regulation of chemically deposited lead sulfide (PbS). *J. Cryst. Growth* 280, 300–308.

- Rodrigues, C.G., 2006. *Elektron mobility in n-doped zinc sulphide*. *Microelektronik Journal*, 37, 657–660.
- Seghaier, S., Kamoun, N., Brini, R., Amara, A.B., 2006. Structural and optical properties of PbS thin films deposited by chemical bath deposition. *Mater. Chem. Phys.* 97, 71–80.
- Stavrinadis, A., Xu S., Warner J.H., Hutchison J.L., Smith J.M., Watt A.A.R., 2009. Superstructures of PbS nanocrystals in a conjugated polymer and the aligning role of oxidation. *Nanotechnology* 20, 445608 (7pp).
- Sze, S.M., 1981. *Physics of Semiconductor Devices*, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Wang, C.Y., Zhou, Y., Zhu, Y.R., Liu, H.J., Chen, Z.Y., 2000. Preparation of metal or alloy sulfide nanoparticles by electrochemical deposition. *Mater. Res. Bull.* 35, 1463–1468.
- Wang, H., Zhang, J.R., Zhu, J.J., 2001. A microwave assisted heating method for the rapid synthesis of sphalrite-type mercury sulfide nanocrystals with different sizes. *J. Cryst. Growth* 233, 829–836.
- Wu, H.X., Cao, W.M., Chen, Q., Liu, M.M., Qian, S.X., Jia, N.Q., Yang, H., Yang, S.P., 2009. Metal sulfide coated multiwalled carbon nanotubes synthesized by an in situ method and their optical limiting properties. *Nanotechnology* 20, 195604 1–10.
- Wiktorczyk, T., 2002. Preparation and optical properties of holmium oxide thin films, *Thin Solid Films* 405, 238–242.
- Wise, F.W., 2000. Lead salt quantum dots: the limit of strong quantum confinement. *Acc. Chem. Res.* 33, 773–780.
- Zhao, Y., Liao, X.H., Hong, J.M., Zhu, J.J., 2004. Synthesis of lead sulfide nanocrystals via microwave and sonochemical methods. *Mater Chem Phys* 87, 149–153.
- Zhu, J., Liu, S.W., Palchik, O., Koltypin, Y., Gedanken, A., 2000. A novel sonochemical method for the preparation of nanophasic sulfides: Synthesis of HgS and PbS nanoparticles. *J Solid State Chem* 153, 342–348.

ÖZGEÇMİŞ

Adı ve Soyadı: Fatma YAVUZ

Doğum Yeri ve Yılı: Isparta 1986

Eğitim Durumu:

Lisans: Süleyman Demirel Üniversitesi

Yüksek Lisans: Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi



Projeler:

1- Göde, F., Yavuz, F., “Kimyasal Depolama Yöntemi İle Elde Edilen PbS İnce Filmlerin Yapısal ve Optik Özellikleri” Mehmet Akif Ersoy Yüksek Lisans Tezi Projesi, Proje No: 0119-YL-10 (02.11.2010–20.02.2012 Tamamlandı).

2- Göde, F., Yavuz, F., Güneri, E., Gümüş, C., "SnS İnce Filmlerin Kimyasal Depolama Yöntemi ile Elde Edilmesi": Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Araştırma Fonu Projesi, Proje No: 0120-NAP-10 (03.12.2010–03.12.2010 Sonuçlandırıldı).

Uluslararası Bilimsel Toplantılarda Sunulan Bildiriler:

1- Yavuz, F., Göde, F., Güneri, E., Gümüş, C., “Effect of deposition time on the structural and optical constants of lead sulfide films” 28. *Uluslararası Türk Fizik Kongresi*, 6–9 Eylül 2011, Bodrum, Türkiye.

2- Göde, F., Yavuz, F., “Substrate temperature effect on some physical and electrical characteristic of n-type ZnO with Au schottky contacts” 27. *Uluslararası Türk Fizik Kongresi*, 4–17 Eylül 2010, İstanbul, Türkiye.

Ulusal Bilimsel Toplantılarda Sunulan Bildiriler:

1- Yavuz, F., Göde, F., Güneri, E., Kırmızıgül, F., Habiboğlu, C., Filazi Ö., Gümüş, C., “Kimyasal depolama yöntemi ile elde edilen PbS yarı iletken ince filmin optik özellikleri” 18. *Yoğun Madde Fiziği–Ankara Toplantısı*, Orta Doğu Teknik Üniversitesi, 25 Kasım 2011, Türkiye.

2- Filazi, Ö., Altındemir, G., Habiboğlu, C., Yavuz, F., Kırmızıgül, F., Ulutaş, C., Güneri, E., Göde, F., Gümüş, C., “Püskürtme yöntemi ile hazırlanan ZnO ince filmlerin yapısal ve optiksel özellikleri” 18. *Yoğun Madde Fiziği–Ankara Toplantısı*, Orta Doğu Teknik Üniversitesi, 25 Kasım 2011, Türkiye.