

MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ FİZİK ANABİLİM DALI

WO3 İNCE FİLMLERİNİN ÜRETİLMESİ, YAPISAL

VE ELEKTRİKSEL KARAKTERİZASYONU

METIN USTA

YÜKSEK LİSANS TEZİ

<u>HATAY</u>

ARALIK-2010

T.C.

MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

WO₃ İNCE FİLMLERİNİN ÜRETİLMESİ, YAPISAL VE ELEKTRİKSEL KARAKTERİZASYONU

METIN USTA

YÜKSEK LİSANS TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

Yrd. Doç. Dr. H. Ali ÇETİNKARA danışmanlığında hazırlanan bu tez 15/12/2010 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından oybirliği ile kabul edilmiştir.

110.D00.D1.11. All QL110.RARA D00. D1.1. 110.RARARATAN 110.D00.D1. L00. A1 D11	Yrd.Doc.Dr.H. Ali ÇETİNKARA	Doç. Dr.İ. Hakkı KARAHAN	Yrd.Doc.Dr. Zeki AYDIN
--	-----------------------------	--------------------------	------------------------

Başkan

Üye

Üye

Bu tez Enstitümüz Fizik Anabilim Dalında hazırlanmıştır.

Kod No:

Prof. Dr. Necat AĞCA Enstitü Müdürü

Bu çalışma MKÜ Bilimsel Araştırma Projeleri komisyonunca desteklenmiştir.

Proje No: 09 M 2006

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

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ABSTRACT. IN SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ. V ÇİZELGELER DİZİNİ. V ŞEKİLLER DİZİNİ. VI 1. GİRİŞ. 1.1 İnce Film Yapıların Gelişimi. VI 1.2. Kuramsal Temeller. 1.2.1. Kristal Yapı. 1.2.1.1 Kristal Örgü. 1.2.1.1. Kristal Örgü. 1.2.1.2. Temel Vektörler. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri. 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 1.2.5.1. Hareketlilik. 1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ. V ÇİZELGELER DİZİNİ. V ŞEKİLLER DİZİNİ. VI 1. GİRİŞ. 1.1. İnce Film Yapıların Gelişimi. 1.2. Kuramsal Temeller. 1.2. Kuramsal Temeller. 1.2.1. Kristal Yapı. 1.2.1. Kristal Örgü. 1.2.1. Kristal Örgü. 1.2.1.2. Temel Vektörler. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 10.1.2.5.1. Hareketlilik. 1.2.5. Yariletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 11.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1
ÇİZELGELER DİZİNİ. V ŞEKİLLER DİZİNİ. VI 1. GİRİŞ. 1.1. İnce Film Yapıların Gelişimi. 1.1. İnce Film Yapıların Gelişimi. 1.2. Kuramsal Temeller. 1.2. Kuramsal Temeller. 1.2.1. Kristal Yapı. 1.2.1. Kristal Yapı. 1.2.1.1. Kristal Örgü. 1.2.1. Kristal Örgü. 1.2.1.2. Temel Vektörler. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri. 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 10.1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 10.1.2.5.1. Hareketlilik. 1.2.6. Yarııletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 11.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1
ŞEKİLLER DİZİNİ. VI 1. GİRİŞ. 1.1 İnce Film Yapıların Gelişimi. 1.2. Kuramsal Temeller. 1.2. Kuramsal Temeller. 1.2.1. Kristal Yapı. 1.2.1. Kristal Örgü. 1.2.1.1. Kristal Örgü. 1.2.1.2. Temel Vektörler. 1.2.1.2. Temel Vektörler. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri. 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 10 1.2.5.1. Hareketlilik. 10 1.2.5.2. Sıcaklığa Bağlılık. 11 1.2.6. Yarıiletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 12 1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 11 1.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi. 12 1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi. 14
1. GİRİŞ. 1.1. İnce Film Yapıların Gelişimi. 1.2. Kuramsal Temeller. 1.2. Kuramsal Temeller. 1.2.1. Kristal Yapı. 1.2.1. Kristal Örgü. 1.2.1.1 Kristal Örgü. 1.2.1.2. Temel Vektörler. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri. 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 1.2.5.1. Hareketlilik. 1.2.6. Yariletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 1.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi. 1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi.
1.1. İnce Film Yapıların Gelişimi. 1.2. Kuramsal Temeller. 1.2.1. Kristal Yapı. 1.2.1. Kristal Örgü. 1.2.1.1. Kristal Örgü. 1.2.1.2. Temel Vektörler. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri. 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 1.2.5.1. Hareketlilik. 1.2.6. Yariletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 1.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi. 1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi.
1.2. Kuramsal Temeller. 1.2.1. Kristal Yapı. 1.2.1. Kristal Yapı. 1.2.1.1. Kristal Örgü. 1.2.1.1. Kristal Örgü. 1.2.1.2. Temel Vektörler. 1.2.1.2. Temel Vektörler. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri. 1.2.2. 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 10.1.2.5.2. Sıcaklığa Bağlılık. 1.2.6. Yarıiletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 11.1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 1.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi. 11.1.2.7. Buhar Ark Yöntemi.
1.2.1. Kristal Yapı
1.2.1.1. Kristal Örgü. 1 1.2.1.2. Temel Vektörler. 1 1.2.1.3. Birim Hücre. 1 1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri. 1 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 10 1.2.5.1. Hareketlilik. 10 1.2.5.2. Sıcaklığa Bağlılık. 1 1.2.6. Yarıiletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 1 1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 1 1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi. 1
1.2.1.2. Temel Vektörler. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.1.3. Birim Hücre. 1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri. 1.2.2. 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1.2.3. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 10. 1.2.5.1. Hareketlilik. 10. 1.2.6. Yariletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 11. 1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 11. 1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi. 14.
1.2.1.3. Birim Hücre. 4 1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri. 5 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 6 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 6 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 16 1.2.5.1. Hareketlilik. 16 1.2.6. Yariletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 17 1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 17 1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi. 14
1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri. 1 1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 10 1.2.5.1. Hareketlilik. 10 1.2.5.2. Sıcaklığa Bağlılık. 1 1.2.6. Yarıiletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 1 1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 1 1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi. 1
1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 1.0.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1
1.2.4. Elektriksel İletkenlik. 1 1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 10 1.2.5.1. Hareketlilik. 10 1.2.5.2. Sıcaklığa Bağlılık. 10 1.2.6. Yarıiletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 11 1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 11 1.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi. 11 1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi. 14
1.2.5. Yariletkenlerde Elektriksel İletkenlik. 10 1.2.5.1. Hareketlilik. 10 1.2.5.2. Sıcaklığa Bağlılık. 11 1.2.6. Yarıiletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 12 1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 12 1.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi. 12 1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi. 14
1.2.5.1. Hareketlilik.101.2.5.2. Sıcaklığa Bağlılık.11.2.6. Yarıiletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi.11.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD).11.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi.11.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi.14
1.2.5.2. Sıcaklığa Bağlılık.11.2.6. Yarıiletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi.11.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD).11.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi.11.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi.1
1.2.6. Yariiletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi. 12 1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD). 12 1.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi. 12 1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi. 14
1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD)11.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi11.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi1
1.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi1.4
1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi
1.2.7.3. İyon Ekme Yöntemi
1.2.7.4. Termal Buharlaştırma Yöntemi 14
1.2.7.4.1. Malzemelerin Buharlastırılması
1.2.7.4.2. Termal Buharlastırma Kaynakları
1.2.7.4.3. Direncle Isitilan Kavnaklar
1.2.7.4.4. Termal Buharlastırma Sistemi
1.2.7.4.5. Altlık Malzemeleri
1.3. Calismanin Amacı ve Kapsamı
2. ÖNCEKİ CALISMALAR
3. MATERYAL VE YÖNTEM
3.1. MATERYAL
3.1.1. WO ₃ Bilesiğinin Genel Özellikleri
3.1.1.1.Tungsten (W) Metali
3.1.1.2.Tungsten Trioksit (WO ₃)
3.1.1.3.Tungsten Trioksitin Kullanım Alanları
3.1.2. İnce Filmlerin Karakterizasyonu
3.1.2.1.Film Morfoloji ve Yapısı
3.1.2.1.1. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)
3.1.2.1.2. X- Işınları Difraktometresi (XRD)
3.1.2.2.Elektriksel Karakterizasvon
3.2. YÖNTEM

3.2.1.Kirlilikler
3.2.2. Altlık Malzemelerin Hazırlanması ve Temizlenmesi
3.2.3. Pota Temizliği
3.2.4. Vakum Temizliği
3.2.5. Filmlerin Hazırlanması
3.2.6. Üretilen Filmlerin Tavlanması
3.2.7. Üretilen Filmlerin Morfolojik İncelemesi
3.2.8. Üretilen Filmlerin Yapısal İncelemesi
3.2.9. Üretilen Filmlerin Elektriksel İncelemesi
4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA
4.1. Üretilen Yapıların Morfolojik İncelemesi
4.2. Üretilen Filmlerin Yapısal İncelemesi
4.3. Üretilen Filmlerin Elektriksel İncelemesi
5. SONUÇ VE ÖNERİLER
KAYNAKLAR
TEŞEKKÜR
ÖZGEÇMİŞ

ÖZET

WO₃ İNCE FİLMLERİNİN ÜRETİLMESİ, YAPISAL VE ELEKTRİKSEL KARAKTERİZASYONU

Bu çalışmada termal buharlaştırma yöntemiyle kuartz altlıklar üzerine WO₃ (ince film) nano yapılar elde edilmiş, film büyütme parametrelerinden biri olan sıcaklığın, üretim sonrası tavlama işleminin üretilen filmlerin morfolojisi, kristalografik yapısı ve elektriksel özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır.

Tavlama sıcaklığı etkisinin araştırılması amacıyla, üretilen filmler sırasıyla 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800 °C ve 310-390 °C sıcaklıklarında 1 saat tavlanmıştır. Tavlanmamış ve tavlanan numunelerin akım-gerilim ve direnç-sıcaklık ölçümleri karanlık ortamda 30, 60, 90, 120 ve 150 °C sıcaklıklarında yapılmıştır.

AFM görüntülerinden, tavlanmamış durumdan artan tavlama sıcaklıklarına doğru çıkıldıkça film yüzeyindeki tanecik boyutlarının gittikçe büyüyerek belirgin olmaktan çıkıp, tüm yüzey üzerine homojen ve düzgün olarak yayıldığı, yapının kesiklilikten sürekliliğe doğru gidip, pürüzlülüğün arttığı görülmektedir.

X-ışını difraksiyon analizleri sonucunda, elde edilen filmlerin tavlanmamış, 200, 300, 310 ve 320 °C tavlama şartlarında amorf, 330 ve daha üst tavlama şartlarında ise kristal yapıda olduğu, en iyi kristallenme durumunun 500 °C tavlamada olduğu görülmektedir. Amorf yapıdan kristal yapıya geçiş 320 °C'den 330 °C'ye geçişte gözlenmekte olup, pikler incelendiğinde kristal yapının monoklinik fazda kristalleştiği görülmektedir.

Üretilen yapıların akım gerilim ölçümlerinden, akımla gerilim arasında doğrusal bir ilişki olduğu görülmekte, akım artan ölçüm sıcaklığına göre artmakta, uygulanan ± 10 V'a karşılık akım değerleri 10^{-6} ile 10^{-10} A arasında değişmektedir. Direnç değerleri ölçüm yapılan sıcaklıkla ilişkili olarak, 10^{6} ile 10^{11} Ω arasında değerler almaktadır. Bu değerler, artan sıcaklıkla üstel olarak azalmakta ve filmin iyi bir metal oksit yarıiletken yapısına sahip olduğu görülmektedir.

2010, 89 sayfa

Anahtar Kelimeler: Termal buharlaştırma, WO3, ince film

ABSTRACT

FABRICATION of WO₃ THIN FILMS, ELECTRICAL and STRUCTURAL CHARACTERIZATION

In this study, WO₃ thin film nano-structures on quartz substrates were obtained by thermal evaporation, effects of temperature -one of the film growth parameters- postproduction annealing process to morphology, crystallographic structure and electrical properties of the produced film were investigated.

In order to investigate the effect of annealing temperature, the produced films were annealed in the order of temperatures of 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800 °C and 310-390 °C for one hour. Dark current voltage and resistance temperature measurements were made for the non-annealed and annealed specimens at the temperatures of 30, 60, 90, 120 and 150 °C.

As going from the non-annealed situation through the increasing annealing temperatures it was observed from the AFM images that the grain sizes on the film surface gradually was grown and the clarity was disappeared, spread uniformly and evenly to all surface, the structure was turned from discrete into continuity, the roughness was increased.

From the results of X-ray diffraction analysis it was observed that non-annealed, annealed at conditions of 200, 300, 310 and 320 °C films were amorphous, at 330 °C and higher annealing conditions the films were crystallized, the crystal structure is in the best crystallization condition at 500 °C annealing temperature. Transition from amorphous to crystalline structure is observed at 320 °C and 330 °C, while examining the peaks it was observed that crystal structure crystallized in monoclinic phase.

From the current voltage measurements it was seen that, there was a linear relationship between current and voltage, the current was increased with the increasing measurement temperatures, with an applied $\pm 10V$ potential the current values changed in the range of 10^{-6} and 10^{-10} A. Resistance values associated with temperature measurement changed in between 10^6 and $10^{11} \Omega$. These values decreased exponentially with increasing temperature and a good metal-oxide semiconductor structure of the film was seen.

2010, 89 pages

Key Words: Thermal evaporation, WO₃, thin film

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Å	Angstrom
AFM	Atomik kuvvet mikroskobu
FWHM	Pik maksimum yarıdeğer genişliği
hkl	Miller indisleri
JCPDS	Uluslar arası Toz Numune Difraksiyon Komitesi
Κ	Kelvin
PCA	Temel bileşenler analizi
PLD	Atmalı lazer biriktirme
PVA	Polivinil alkol
PVD	Fiziksel buhar biriktirme
TEM	Geçirmeli elektron mikroskobu
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
STM	Taramalı tünelleme mikroskobu
XRD	X-ışını difraktometresi

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 1.1.	. 14 Bravais örgüleri ve 7 kristal sistemler			
Çizelge 4.1.	Üretilen yapıların Scherrer formülü ile hesaplanan Miller			
indislerine göre tane boyutu değerleri				
Çizelge 4.2.	WO3'ın X-ışını kırınım deseninde piklere karşılık gelen referans ve			
deneysel açı değerleri ve (hkl) düzlemleri				
Çizelge 4.3. Tavlanmamış ve tavlanan numunelerin $\beta = 91.137^{\circ}$ için hesaplanan				
	örgü parametreleri ve atomik düzlemler arası uzaklıklarının			
	standart değerlerle karşılaştırılması	68		
Çizelge 4.4.	Tavlanmamış, 200, 300, 400, 500, 600, 700 ve 800 °C'lerde			
	tavlanan WO ₃ ince film numunelerinin 30, 60, 90, 120 ve 150 $^{\circ}$ C			
	deki direnç değerleri	79		

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1.	Kristal bir katı	2
Şekil 1.2.	Bravais olmayan bir örgü	3
Şekil 1.3.	<i>a</i> ve <i>b</i> temel vektörleri ve birim hücreler	4
Şekil 1.4.	Vektörler arasındaki açı ve a, b ve c temel vektörlerin	
	uzunluklarıyla belirlenen birim hücre	5
Şekil 1.5.	Birim hücrede Miller indisleriyle birlikte çizilen bazı kristal	
	düzlemleri	7
Şekil 1.6.	Yarıiletkenlerde tanecik büyüklüğünün enerji ile değişimi	12
Şekil 1.7.	Yarıiletkenlerde kristal büyüklüğünün renklenmeyle olan değişimi	12
Şekil 1.8.	Bir kaynak noktasından buharlaşan atomların dağılımı ve kaynağın	
	üzerindeki düzlemsel bir yüzey üzerine şekillenen filmin kalınlık	
	dağılımı	15
Şekil 1.9.	Dirençle ısıtılan buharlaşma kaynakları	17
Şekil 1.10.	Vakum ve biriktirme çemberi bileşenleri	18
Şekil 3.1.	Monoklinik tungsten trioksidin kristal yapısı	32
Şekil 3.2.	Örgü düzlemlerinden X-ışınlarının saçılması	35
Şekil 3.3.	İnce film elektriksel karakterizasyon ölçme yöntemleri	38
Şekil 3.4.	Fiziksel biriktirme sistemi (PVD-Handy/3S)	42
Şekil 3.5.	Tavlama firini	42
Şekil 3.6.	Atomik kuvvet mikroskobu	43
Şekil 3.7.	Üretilen filmlerin yapısal karakterizasyonunda kullanılan X-ışını	
	cihazı (Discover-D8, Cu Kα1, λ=1.54060 Å)	44
Şekil 3.8.	Keithley 6487 pikoampermetre	45
Şekil 4.1.	Tavlanmamış WO ₃ filmlere ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu c) 1 μ m	
	d) 1 μm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri	46
Şekil 4.2.	200 °C'de tavlanan WO ₃ filmlere ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu	
	c) 1 µm d) 1 µm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri	47
Şekil 4.3.	300 °C' de tavlanan WO ₃ filmlere ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu	
	c) 1 µm d) 1 µm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri	48

Şekil 4.4.	400 °C' de tavlanan WO ₃ filmlere ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu	
	c) 1 µm d) 1 µm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri	49
Şekil 4.5.	500 °C'de tavlanan WO ₃ filmlere ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu	
	c) 1 µm d) 1 µm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri	50
Şekil 4.6.	600 °C'de tavlanan WO ₃ filmlere ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu	
	c) 1 µm d) 1 µm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri	51
Şekil 4.7.	700 °C'de tavlanan WO ₃ filmlere ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu	
	c) 1 µm d) 1 µm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri	52
Şekil 4.8.	800 °C'de tavlanan WO ₃ filmlere ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu	
	c) 1 µm d) 1 µm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri	53
Şekil 4.9.	Tanecik boyutunun tavlama sıcaklığına göre grafiği	54
Şekil 4.10.	a) Tavlanmamış b) 200 c) 300 d) 400 e) 500 f) 600 g) 700	
	h) 800 °C'lerde tavlanan numuneler	55
Şekil 4.11.	Tavlanmamış şartlarda üretilen numuneye ait XRD desenleri	57
Şekil 4.12.	200 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	57
Şekil 4.13.	300 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	58
Şekil 4.14.	310 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	58
Şekil 4.15.	320 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	59
Şekil 4.16.	330 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	59
Şekil 4.17.	340 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	60
Şekil 4.18.	350 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	60
Şekil 4.19.	360 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	61
Şekil 4.20.	370 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	61
Şekil 4.21.	380 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	62
Şekil 4.22.	390 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	62
Şekil 4.23.	400 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	63
Şekil 4.24.	500 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	63
Şekil 4.25.	600 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	64
Şekil 4.26.	700 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	64
Şekil 4.27.	800 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri	65
Şekil 4.28.	Tavlanmamış - 800 °C sıcaklıklarda tavlanan numunelerin XRD	
	desenleri	66

Şekil 4.29.	310 - 390 °C sıcaklıklarda tavlanan numunelerin XRD desenleri	
Şekil 4.30.	Tavlanmamış şartlarda üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150	
	°C sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T)	
	grafiği	,
Şekil 4.31.	200 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C	
	sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T)	
	grafiği	,
Şekil 4.32.	300 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C	
	sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T)	
	grafiği	,
Şekil 4.33.	400 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C	
	sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T)	
	grafiği	,
Şekil 4.34.	500 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C	
	sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T)	
	grafiği	,
Şekil 4.35.	600 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C	
	sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T)	
	grafiği	,
Şekil 4.36.	700 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C	
	sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T)	
	grafiği	,
Şekil 4.37.	800 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C	
	sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T)	
	grafiği	,

1. GİRİŞ

1.1. İnce Film Yapıların Gelişimi

İnce film teknolojisi hem en eski sanat hemde en yeni bilimlerden biridir. İnce filmlerin tarihi eski uygarlıkların metal çağlarıyla ilişkilidir. Altın dövmenin en az 4 bin yıldır sürekli olarak uygulanmakta olan antik bir sanat olduğu düşünülür. Altının güzelliği ve kimyasal bozulmaya karşı direnci sayesinde süs için uzun süre dayanması ve korunma amaçlı kullanılırken, oldukça yumuşak olması da yaprak inceliğine kadar çekiçlenmesine imkân verir. Altın dövme ve kaplama sanatının en erken uygulamasını Mısırlılar yapmıştır. Bozulmadan kalmış birçok önemli heykel örnekleri, kraliyet taçları, tabutlar ulaşılan teknolojinin seviyesini ispat etmektedir. İlk mekaniksel süreç parşomen ve çeşitli hayvan derileri arasına sıkıştırılan altından oluşan dövme ve bileşik kesit yapılı tabakalardan oluşmuştur. M.Ö. 18. yy'daki yaprak örneği 0.3 mikron kalınlığında ölçülmüştür. Buna bir referans olarak insan saçının kalınlığı yaklaşık 75 mikron'dur (Ohring, 1992).

1950'lerde oyuncaklar, tekstil gibi ürünler için süsleyici kaplamalar yapılmaya başlanmıştır. O zamandan beri, özellikle son 10 yılda mühendisliğin bütün alanları ve bilimin birçok alanlarında pratik olarak kullanılan biriktirme teknikleri, ürünlerin üretimi ve donanımların satışında önemli bir büyümeyle sonuçlanmıştır.

İnce film teknolojisi ve yüzey mühendisliği gelecek 10 yılda sanayide büyümesini sürdürecektir. Çünkü yüzey mühendisliği ürünlerinin performansı artmakta, masraflar ve altlıktan bağımsız olarak yüzey özelliklerinin kontrolü azalmakta, böylece aşağıdaki sebeplerden dolayı büyük bir potansiyel olduğu bildirilmektedir:

- Tamamen yeni ürünlerin yapılması
- Önceden çözülmemiş mühendislik problemlerinin çözümü
- Gelişmiş mevcut ürünlerin işlevselliği
- Az bulunur malzemelerin korunması
- Ekolojik sebep, çıkış veriminin azalması ve güç tüketimi (Bunshah, 1994).

1.2. Kuramsal Temeller

1.2.1. Kristal Yapı

Bir katının atomlarının yönelimleri tamamen periyodik bir yönde düzenlenmişse katının bir kristal olduğu söylenir. Şekil 1.1. incelendiğinde, x doğrultusu boyunca herhangi iki en yakın komşu arasındaki uzaklık a ve y doğrultusu boyunca olan uzaklık b 'dir (x ve y eksenlerinin ortogonal olması şart değildir). A mükemmel kristali, $-\infty$ 'dan $+\infty$ 'a hem x hem de y doğrultularında bu periyodikliği (ya da tekrarlanabilirliği) muhafaza eder. Atomlardaki A, B, C gibi eşit uzunluklardan dolayı periyodiklik devam eder. Başka bir ifadeyle, bu atomların herhangi bir yerine yerleşmiş bir gözlemci, kristali tamamen aynı görür (Omar, 1993).



Şekil 1.1. Kristal bir katı

1.2.1.1. Kristal Örgü

Kristalografide, belirli atomlardan ileri gelen kristali seçmektense, yalnızca kristalin geometrik özellikleri ile ilgilenmek yeterli görülür. Bu nedenle atomlardan biri, bu atomun denge konumuna yerleşen geometrik bir noktadaki her bir atomla yer değiştirir. Sonuç, herhangi bir fiziksel içerikler olmaksızın kristal olarak aynı geometrik özelliklere sahip olan örnek veya numune noktalarıdır. Bu geometrik model kristal örgüsü ya da basitçe örgüdür; atomik konumların hepsi örgü konumları tarafından yer değiştirilmektedir.

İki çeşit örgü vardır: Bravais ve Bravais olmayan örgü. Bravais bir örgüde bütün örgü noktaları eşittir ve bundan dolayı kristaldeki bütün atomlar aynı türden olmaları gerekir. Buna karşılık, Bravais olmayan bir örgüde, örgü noktalarının bazıları eşit değildir. Bu durum Şekil 1.2.'de açıkça görülmektedir. Burada A, B, C örgü konumları ve böylece A¹, B¹, C¹ kendi aralarında birbirleriyle eşittir, fakat A ve A¹ konumları birbirleriyle eşit değildir, gerçek örgü AA¹ yanında bir çevrim altında değişmez olarak görülebilir (Omar, 1993).



Şekil 1.2. Bravais olmayan bir örgü

1.2.1.2. Temel vektörler

Örgünün Şekil 1.3.'deki gibi gösterildiğini düşünelim. Belirli bir örgü noktasındaki orijin koordinatları A olarak seçilsin. Şimdi herhangi bir örgü noktasının vektörel konumu

$$R_n = n_1 a + n_2 b \tag{1.1}$$

olarak yazılabilir. Burada *a*, *b* iki vektörü gösterir ve (n_1, n_2) ise örgü noktasına bağlı bir çift tamsayıdır. Böylece $D, (n_1, n_2) = (0, 2)$; $B, (n_1, n_2) = (1, 0)$ ve $F, (n_1, n_2) = (0, -1)$ bulunur.



Şekil 1.3. a ve b vektörleri örgünün temel vektörleridir. a ve b' vektörleri temel vektörler takımının diğer bir şeklidir. Mavi renkli ve çizgili alanlar 1. ve 2. temel vektör takımına uyan birim hücrelerdir

a ve *b* vektörleri (birlikte lineer olmamalı), bütün örgü noktalarının konumları pratik şekilde Denklem 1.1 kullanılarak ifade edilebilmesi bakımından örgü için temel vektörler şeklindedir. Bu denklem tarafından ifade edilen bütün vektör takımları örgü vektörleri olarak isimlendirilir. Ayrıca örgü, Denklem 1.1 ile anlatılan bütün çevirme grupları altında değişmezdir. Bu genellikle örgünün R_n örgü vektörleri tarafından belirtilen bütün yerinden çıkarmalar altında çevrimsel simetriye sahip olduğu anlamına gelir (Omar, 1993).

1.2.1.3. Birim hücre

Konumları *a* ve *b* vektörleri olan paralelkenarın alanı, bütün örgü alanı sadece bir kez katlanacak şekilde böyle bir hücre bütün örgü vektörleri tarafından çevrilirse, örgünün bir birim hücresi olarak isimlendirilir (Şekil 1.3.). Birim hücre genellikle katlama yapılan en küçük alandır. Bu yüzden örgü, mozaik bir yapı gibi yan yana yerleşmiş eşit birim hücrelerin büyük bir sayısının bileşimi olarak düşünülebilir (Omar, 1993).

1.2.2. Bravais Örgüleri ve Kristal Sistemleri

Sadece 14 adet Bravais örgüleri vardır. Bu farklılık bir örgünün ihtiyaç duyulan çevrimsel simetrisinin bir sonucudur.



Şekil 1.4. Vektörler arasındaki açı ve a, b ve c temel vektörlerin uzunluklarıyla belirlenen birim hücre

14 örgü (ya da kristal sınıfları), her biri birim hücrenin şekli ve simetrisi ile belirlenen 7 kristal sistemleri içinde gruplanır. Bu sistemler triklinik, monoklinik, tetragonal, kübik, hekzagonal ve trigonal (rombohedral)'dır. Her hücre kenarları a, b, c bazları olan bir paralel uzunluktur. Karşıt açılar Şekil 1.4.'de görüldüğü gibi α , β ve γ olarak isimlendirilir. Çizelge 1.1.'de görüldüğü gibi basit bir örgü sadece köşelerde noktalara, cisim merkezli örgü köşelerindeki noktalara ilaveten hücrenin merkezinde bir noktaya ve yüzey merkezli örgü ise köşelerdeki noktalara ilaveten her bir yüzeyin üzerinde bir, toplam 6 noktaya sahiptir (Omar, 1993).

Bravais örgüsü	Parametreler	Basit	Cisim merkezli	Taban merkezli	Yüzey merkezli
Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^{\circ}$				
Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^{\circ} \neq \gamma$				
Ortorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$				
Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$				
Trigonal (rombohedral)	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^{\circ}$				
Kübik	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$				
Hekzagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^{\circ}$ $\gamma = 120^{\circ}$	e a			

Çizelge 1.1. 14 Bravais örgüleri ve 7 kristal sistemler (Anonim, 2010)

1.2.3. Kristal Düzlemleri ve Doğrultuları

Bir kristal içindeki eşit aralıklı paralel düzlemler takımını belirlemek mümkündür. İki boyutlu bir örgü için örgü düzlem takımlarının her bir düzlemindeki örgü noktalarının yoğunluğu aynıdır ve her bir düzlem takımı örgü noktalarının tümünü içerir. Örgü noktalarından geçen farklı düzlem takımları için *Miller indisleri* kullanılır.

Bunlar başlangıç noktasına en yakın düzlemin kristal eksenleri üzerindeki kesim noktalarından türetilir.

Üç boyutlu bir örgüde örgü düzlemlerinin bir takımı için başlangıç noktasına en yakın olan düzlem a/h, b/k ve c/l kesim noktalarına sahip olur ve bu düzlem takımı (*hkl*) Miller indisleriyle anılır. Bazı üç boyutlu örnekler Şekil 1.5.'de gösterilmiştir. (100) düzlemleri, hem y hem de z eksenine paraleldir ve böylece yz düzlemine paraleldirler. Negatif yöndeki kesim noktaları, buna karşılık gelen indislerin üstlerine (111) ve (210)'da olduğu gibi, bir çizgi yerleştirilerek belirtilir (Omar, 1993).



Şekil 1.5. Birim hücrede Miller indisleriyle birlikte çizilen bazı kristal düzlemleri

1.2.4. Elektriksel İletkenlik

Metallerin serbest elektron modeline göre elektriksel iletkenlik kanunu (Ohm kanunu)

$$I = \frac{V}{R} \tag{1.2}$$

şeklindedir. Burada I akım, V potansiyel farkı ve R telin direncidir. Telin enine kesiti ve uzunluğu temel fiziksel iletimle ilgisiz olduğundan Ohm kanununu bu faktörlerden bağımsız bir şekilde ifade etmek için, telin uzunluğu L ve enine kesiti A kabul edilirse,

$$J = \frac{I}{A} \qquad E = \frac{V}{L} \qquad R = \frac{L\rho}{A} \qquad (1.3)$$

denklemleri elde edilir. Burada J akım yoğunluğu, E elektrik alan ve ρ elektriksel özdirençtir. Özdirencin tersine iletkenlik denir ve σ ile gösterilir.

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \tag{1.4}$$

Şimdi Denklem 1.2 yerine Denklem 1.3 ve 1.4 yazılırsa aşağıdaki sonuca varılır;

$$J = \sigma E \tag{1.5}$$

Bu denklem Ohm kanununun diğer şeklidir. ρ 'nun boyutu ohm-m olduğu için, σ ohm⁻¹-m⁻¹ boyutundadır. Elektronların iletimle ilgili mikroskobik özellikleri bakımından σ önemlidir.

Akım, elektrik alanın etkisi altında iletim elektronlarının hareketinden kaynaklanır. Çünkü bu parçacıklar yüklüdür ve hareketleri elektriksel akıma yol açar; nötr parçacıkların hareketi herhangi bir elektriksel akıma yol açmaz. İletim elektronları akımdan sorumludur, çünkü iyonlar örgü yerlerine bağlıdır ve titreşim hareketi yaparlar. Bu elektronlar çevrimsel harekette hiç tuzaklanmazlar ve bundan dolayı akıma katkıda bulunmaz.

Elektrik alan içindeki bir elektrona elektrik alan tarafından -eE kuvveti uygulanır. Birde elektronların çarpışmasından kaynaklanan sürtünme kuvveti vardır. Bu sürtünme kuvveti $-m^* \frac{v}{\tau}$ şeklinde olduğu farzedilirse, burada v elektronun hızı ve τ çarpışma süresi olarak isimlendirilen bir sabittir. Newton'un 2. Kanunu kullanılırsa,

$$m^* \frac{dv}{dt} = -eE - m^* \frac{v}{\tau} \tag{1.6}$$

denklemi elde edilir. Burada m^* elektronun etkin kütlesidir. Çarpışma etkisinden kaynaklanan sürtünme ya da viskoz kuvvetlerden dolayı elektronun hızı sıfıra doğru azalma eğilimi gösterir. Kararlı hal çözümüne göre dv/dt = 0 olacağından, Denklem 1.6'nın çözümü

$$v = -\frac{e\tau}{m^*}E\tag{1.7}$$

şeklinde olacaktır. Bu denklem elektronun kararlı hal hız denklemidir. Hız, *E* elektrik alana zıttır, çünkü elektronun yükü negatifdir.

Elektronla ilgili iki farklı hız arasında ayrım yapılmalıdır: Denklem 1.7'deki hız, sürüklenme hızıdır. Bu hız, elektronların rastgele hareketinden kaynaklanan, *rastgele hız* olarak bilinen, çok daha yüksek hızların üst üste eklenmesiyle oluşur. Tıpkı sıradan bir gazda, elektronlar alan yokluğunda rastgele harekete sahiptir. Bu aslında elektronların dolaşıp durması ve ara sıra saçılıp, yön değiştirmesidir. Sıfır akıma yol açan rastgele hareket, elektrik alanda oluşur; fakat bu durumda Denklem 1.7 ile verilen alana zıt ilave net bir hız vardır.

Akım yoğunluğu J, Denklem 1.7'den hesaplanabilir. Birim hacim başına yük (-Ne) ve her bir elektron Denklem 1.7 ile verilen sürüklenme hızına sahip olduğundan birim zamanda birim alandan geçen toplam yük miktarı aşağıdaki gibidir.

$$J = (-Ne)v_d = (-Ne)(-\frac{e\tau}{m^*}E) = \frac{Ne^2\tau}{m^*}E$$
(1.8)

Akım alana paraleldir. Denklem 1.8 ve Denklem 1.5 Ohm kanunuyla karşılaştırılırsa, iletkenlik için aşağıdaki ifade bulunur (Omar, 1993).

$$\sigma = \frac{Ne^2\tau}{m^*} \tag{1.9}$$

1.2.5. Yarıiletkenlerde Elektriksel İletkenlik

Yarıiletkenlerde elektrik akımına hem elektronlar, hem de boşluklar katkıda bulunur. Taşıyıcı olarak elektronların bulunduğu numune n-tipi, boşlukların bulunduğu numune ise p-tipi bir yarıiletkendir.

n-tipi bir yarıiletkende, bir elektrik alan oluştuğunda, elektronlar alana zıt yönde sürüklenir ve net bir elektrik akımı taşır. Elektronlar m_e etkin kütle ile temsil edildiği için elektronlar, serbest elektron modeline göre davranış gösterebilir. Böylece Denklem 1.9'a göre elektriksel iletkenlik

$$\sigma_e = \frac{ne^2 \tau_e}{m_e} \tag{1.10}$$

şeklinde yazılır. τ_e , elektronun yaşam süresidir. σ_e için büyüklük değeri dizisi elde etmek için, $n = 10^{15} cm^{-3} = 10^{21} m^{-3}$, $\tau_e = 10^{-12} s$ ve $m_e = 0.1 m_o$ yerine yazılırsa, yarıiletkenlerde tipik bir değer olan $\sigma = 1$ (ohm-m) olur. Bu değer, tipik bir metaldeki değerden daha küçük çok sayıda büyüklük dizileri olmasına rağmen, $\sigma = 10^7$ (ohm-m), bir yarıiletkende iletkenlik pratik uygulamalar için hala etkili bir özelliktir.

Denklem 1.7'ye göre alanda elektronun sürüklenme hızı

$$v_e = -\frac{e\tau_e}{m_e}E\tag{1.11}$$

olarak yazılabilir (negatif işaret elektronun negatif yükünden kaynaklanır) (Omar, 1993).

1.2.5.1. Hareketlilik

Elektron hareketliliği μ_e , birim alan başına hız v_e / E oranı olarak tanımlanır. Böylece

$$\mu_e = \frac{e\tau_e}{m_e} \tag{1.12}$$

elde edilir. (İşaret genellikle hareketlilik tanımlamada göz ardı edilir.) Tanımlandığı gibi, hareketlilik alanda elektronun hareketinin hızı ya da çabukluğunun bir ölçüsüdür. Şimdi hareketlilik açısından elektriksel iletkenlik ifade edilebilir. Denklem 1.10 ve 1.12'ye göre

$$\sigma_e = n e \mu_e \tag{1.13}$$

yazılabilir. Buna göre σ_e , μ_e ile orantılıdır (Omar, 1993).

1.2.5.2. Sıcaklığa Bağlılık

İletkenlik sıcaklığa bağlıdır. Bir yarıiletkenin iletkenliği Denklem 1.13 ile ifade edilir. Fakat bu durumda n konsantrasyonu Denklem 1.14'e göre sıcaklıkla üstel olarak artar.

$$n = 2 \left(\frac{k_B T}{2\pi\hbar^2}\right)^{3/2} (m_e)^{3/4} e^{-E_g/2k_B T}$$
(1.14)

Burada k_B Boltzmann sabiti, E_g ise enerji aralığıdır. Bu ifade Denklem 1.13 ile birleştirilirse, iletkenlik

$$\sigma = f(T)e^{-E_g/2k_BT} \tag{1.15}$$

şeklinde yazılabilir. Denklemde f(T) bir polinom olarak sadece sıcaklığa zayıfça bağlı bir fonksiyondur (fonksiyon parçacıkların mobilitesine ve etkin kütlelerine bağlıdır). Bu iletkenlik Denklem 1.15'deki üstel ifadeden dolayı sıcaklıkla üstel olarak artar. Dolayısıyla iletkenlik sıcaklıkla üstel olarak artacağından, direnç ve özdirençte üstel olarak azalacaktır (Omar, 1993).

1.2.6. Yarıiletkenlerde Kuantum Sınırlama Etkisi

Bir malzemenin elektronik yapısının özellikleri, kristal boyutunun azalması ve artması ile değişir. Yarıiletkenlerde kuantum noktalarının optiksel özellikleri, doğrudan yarıiletken malzemelerin renklenmesiyle ilgilidir. Bir kuantum noktasını oluşturan malzemede, kuantum noktaları malzemenin gerçek enerji işaretini tanımlarken nanokristalin kuantumsal sınırlanmış büyüklüğü bant aralığına yakın enerjilerde daha çok önemlidir. Böylece aynı malzemenin farklı büyüklüklerdeki kuantum noktaları farklı renklerde ışık yayabilir. Fiziksel neden kuantum sınırlama etkisidir.



Şekil 1.6. Yarıiletkenlerde tanecik büyüklüğünün enerji ile değişimi

Daha büyük noktaların floresans spektrumu daha kırmızı (daha düşük enerji), tersine daha küçük noktalar daha mavi ışık (daha yüksek enerji) yayar. Renklenme kuantum noktaların enerji seviyesi ile doğrudan ilgilidir. Floresan ışığın enerjisinden (dolayısıyla renginden) belirlenen bant aralığı enerjisi kuantum noktaların büyüklüğü ile ters orantılıdır. Daha büyük kuantum noktaları sıkı aralıklı daha fazla enerji seviyelerine sahiptir. Bu kuantum noktaları, spektrumun sonundaki kırmızıya yakın olan daha az enerjiye sahip fotonları soğurmaya izin verir (Van Driel ve ark. 2005).



Şekil 1.7. Yarıiletkenlerde kristal büyüklüğünün renklenmeyle olan değişimi

1.2.7. Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD)

Fiziksel buhar biriktirme (PVD) teknolojisi, depozit filmler ve kaplamalar ya da levha, folyo, boru sistemleri gibi kendinden destekli biçimler için kullanılır. Film katmanlarının kalınlığı angstromdan milimetreye kadar çeşitli kalınlıklarda olabilir. Bu teknikler, süsleme, mühendislik, kimyasal, nükleer, mikroelektronik ve sanayide yaygın olarak kullanılmaktadır. PVD yönteminin kullanımı, malzeme mühendisliği ve modern teknolojinin çoklu istekleri nedeniyle çok hızlı bir oranda artmaktadır. Aşağıdakilerden ikisi ya da daha fazlasının bir birleşimi bunlara örnek olarak verilebilir: Yüksek sıcaklık direnci, etki kuvveti, özel optiksel, elektriksel ve manyetik özellikler, dayanma direnci, biyouyumluluk vs. Tekli bir malzeme, yüksek teknoloji uygulamalarında böyle istekleri karşılayamaz. Bu nedenle çözüm, karışık ve saf malzemelere ait gerekli özellikleri belirlemek için her birini kaplama yapmaktır.

PVD teknolojisi bazı organik malzemeler kadar inorganik malzemelerin her çeşidini (örneğin metaller, alaşımlar, bileşikler ve bunların karışımlarını) kaplamada çok yönlüdür. Kaplama oranları saniye başına 10 ile 750.000 Å arasında olabilir. Daha yüksek oranlar yaklaşık son yirmi yılda elektron ışınıyla ısıtılan kaynakların gelmesiyle yapılmaya başlamıştır.

Kalın ve ince filmler için kalınlık sınırları bir dereceye kadar isteğe bağlıdır. 10.000 Å (1 μ m)'luk bir kalınlık genellikle kalın ve ince filmler arasındaki sınır olarak kabul edilir (Bunshah, 1994).

PVD işlem teknikleri, saçtırma biriktirme yöntemi, buhar ark yöntemi, iyon ekme yöntemi ve vakum biriktirme veya termal buharlaştırma yöntemleridir (Mattox, 1998).

1.2.7.1. Saçtırma Biriktirme Yöntemi

Saçtırma biriktirme yöntemi, fiziksel saçtırma yöntemiyle hedef yüzeyden buharlaşan parçacıkların biriktirilmesidir. Fiziksel saçtırma, genellikle bir plazmadan hızlandırılmış atomik boyutlardaki enerjik bir iyon parçacığından momentum transferiyle katı bir yüzeyden fiziksel olarak çıkarılan yüzey atomlarının olduğu yerde termal olmayan bir buharlaştırma sürecidir.

1.2.7.2. Buhar Ark Yöntemi

Buhar ark yönteminde, katodik ya da anodik bir elektrodu buharlaştırmak için düşük gerilim, yüksek akım kullanılır ve bir altlık üzerine buharlaşan malzeme biriktirilir. Buharlaşan malzeme büyük ölçüde iyonize olur ve iyonları altlık yüzeyine hızlandırmak için altlık etki altında bırakılır.

1.2.7.3. İyon Ekme Yöntemi

Bazen iyon destekli biriktirme ya da iyon buhar biriktirme olarak adlandırılan iyon ekme yönteminde, depolanan filmin özelliklerini kontrol etmek ve değiştirmek için atomik boyutlardaki enerjik parçacıklar tarafından biriktirilen filmin eşzamanlı ya da periyodik olarak bombalanması prensibi kullanılır (Mattox, 1998).

1.2.7.4. Termal Buharlaştırma Yöntemi

Termal buharlaştırma işleminde, buharlar doğrudan direnç, radyasyon, Eddy akımları, elektron ışını, lazer ışını ya da elektrik boşalması tarafından ısıtılan bir kaynağa yerleştirilmiş bir malzemeden üretilir. İşlem genellikle vakum ortamında gerçekleştirilir (10⁻⁵ ile 10⁻⁶ torr basınç aralığında), böylece buharlaşan atomlar altlık üzerine yoğunlaşmadan önce çarpışma olmaksızın buharlaşırlar. Altlık genellikle potansiyel bir zemindedir (Bunshah, 1994).

Vakum çevresi, buharlaştırma sisteminde düşük bir seviyedeki gaz kirliliğini azaltma imkânı sağlar. Termal buharlaştırma hızı diğer buharlaştırma yöntemlerine nazaran çok yüksek bir oranda olabilir. Kaynaktan buharlaştırılan malzeme, onun buhar basıncıyla göreceli bir oranda bileşime sahiptir. Termal buharlaştırma genellikle termal olarak ısıtılan kaynaklar, örneğin tungsten tel bir halka veya yüksek enerjili elektron ışınıyla ısıtılan kendi kaynak malzemesi kullanılarak yapılır. Genellikle altlıklar buharlaştırma kaynağı tarafından altlığın ısınmasını azaltmak için buharlaştırma kaynağından belirli bir uzaklığa yerleştirilir. Termal buharlaştırma, optiksel girişim kaplamaları, ayna kaplamaları, süsleme kaplamaları, esnek paketleme malzemeleri üzerine işlenen filmler, elektriksel olarak iletken filmler ve aşınmaya dayanıklı kaplamalarda kullanılır (Mattox, 1998).

1.2.7.4.1. Malzemelerin Buharlaştırılması

Düşük buharlaştırma hızları için akış dağılımı kosinüs dağılımıyla tanımlanabilir. Gaz fazda hiç çarpışma olmaksızın, malzeme kaynak ve altlık arasında doğru bir çizgi boyunca hareket eder. Malzeme bir kaynak noktasından kosinüs biriktirme dağılım denklemi (Denklem 1.16) tarafından verilen uzaklık ve altlık yönelimine bağlı olarak bir yüzey üzerine birikir:

$$dm/dA = (E/\pi r^2)\cos\phi\cos\theta \tag{1.16}$$



Şekil 1.8. Bir kaynak noktasından buharlaşan atomların dağılımı ve kaynağın üzerindeki düzlemsel bir yüzey üzerine şekillenen filmin kalınlık dağılımı

dm/dA, birim alan başına kütle, *E* buharlaşan toplam kütle, *r* kaynakla altlık arasındaki uzaklık, θ normalle buharlaşma yüzeyi arasındaki açı, ϕ kaynakla altlık çizgisi arasındaki açıdır.

Şekil 1.8, kaynak noktasından buharlaşan atomların dağılımını ve Denklem 1.16'ya dayalı kaynak noktası üzerindeki düzlemsel bir yüzey üzerine şekillenen filmin kalınlık dağılımını gösterir.

Yüzey üzerindeki herhangi bir noktada biriktirmenin açısal dağılımı, bir buharlaştırma kaynak noktasından meydana geldikleri için küçüktür. Genel olarak termal buharlaştırmada buharlaşmanın toplam alanı, altlık üzerindeki bir noktada atomik akış olayının küçük bir açısal dağılımı için küçüktür. Gerçekte, serbest bir yüzeyden akış dağılımı kosinüs kuralıyla olamaz fakat kaynak geometrisi, yüksek bir buharlaştırma hızıyla ilgili çarpışmalar, kaynaktaki buharlaşanların seviyesi gibi çeşitli nedenler tarafından değiştirilebilir. Böyle durumlarda, akış dağılımı doğrudan ölçülmüş olmalıdır (Mattox, 1998).

1.2.7.4.2. Termal Buharlaştırma Kaynakları

Termal buharlaştırma için, malzemenin yüzeyi ve hacminin belirli bir buhar basıncındaki sıcaklığa kadar ısıtılmış olması gerekir. Buharlaşma/süblimleşme için yaygın ısıtma teknikleri dirençle ısıtma, yüksek enerjili elektron ışınları, düşük enerjili elektron ışınları ve indüktif (rf) ısıtmalarını içerir (Mattox, 1998).

Dikkate alınması gereken çok önemli bir nokta, aşağıdaki nedenlerden dolayı kaynak malzeme tiplerinin birçoğu için her malzemeyi buharlaştırma imkânı olmayışıdır:

- a) Biriktirmede safsızlıklara yol açabilecek olan kaynak malzeme ve buharlaşan madde arasındaki kimyasal etkileşme.
- b) Metalik kaynak (örneğin tungsten ya da talyum kayıkçık) ve buharlaşan malzeme (Ti) arasında etkileşme meydana gelebilir. İki metalin yüksek sıcaklıklardaki çoğu durumlarında kaynağın yapısının değişmesiyle karşılıklı olarak birbiri içinde eriyebilir.
- c) Çeşitli ısı kaynakları arasında büyük oranda farklı güç yoğunluğu (Bunshah, 1994).

1.2.7.4.3. Dirençle Isıtılan Kaynaklar

Yaklaşık 1500 °C'nin altında buharlaşan malzemeleri ısıtmanın en yaygın yolu malzemenin içinden geçen bir akım yardımıyla ısıtılan sıcak bir yüzeyle bağlantı sağlamaktır. Buharlaştırma kaynakları geniş ölçüde bir reaksiyon olmaksızın erimiş sıvı içermelidir; erimiş sıvı ısıtılmış yüzeyden düşmeleri önlemelidir. Bu işlem, bir içerici örneğin bir pota ya da ıslanmış bir yüzey kullanılarak gerçekleştirilir. Isıtılan yüzey genellikle bükülmüş tel, kayıkçık veya sepet şeklinde olabilir. Şekil 1.9.'de bazı dirençle ısıtılan kaynaklar görülmektedir.



Şekil 1.9. Dirençle ısıtılan buharlaşma kaynakları

Tipik olarak dirençle ısıtılan malzemeler W, Ta, Mo, C ve BN/TiB₂ kompozit seramiklerdir. Elektriksel olarak iletken kaynakların dirençle ısıtılması genellikle AC transformatörde düşük gerilim (<10 V) ve çok yüksek akım (> 100 A) seviyelerinde yapılır. Burada ısıtıcı gücünü aniden tamamıyla açmadan, ısıtıcı akımını yavaş yavaş artırmak en iyi yoldur (Mattox, 1998).

1.2.7.4.4. Termal Buharlaştırma Sistemi

Vakum biriktirme sistemiyle ilişkili olan vakum sisteminin ana fonksiyonu buharları kabul edilebilir bir seviyeye getirmek ve kirlilik kaynağı oluşturan gazların seviyesini azaltmaktır. Vakum biriktirme, termal buharlaştırma sırasında yüksek ısı yükleri hariç hiçbir özel problem sergilemezler. Genellikle vakum biriktirme için kullanılan vakum çemberi büyüktür, çünkü yüksek merkezi ısı yükleri kaynak ve altlık arasında büyük bir mesafeyi gerektirir.

Fırın tipi bir vakum biriktirme çemberinin ana bileşenleri Şekil 1.10'da görülmektedir. Vakum biriktirme çemberinin önemli bir özelliği ısıtılan kaynak ve altlıklar arasında göreceli olarak büyük bir mesafenin olmasıdır. Bu mesafe, kaynaktan merkezi ısıyı azaltır ve altlıkların yönünü rastgele seçmek için sabit harekete izin verir (Mattox, 1998).



Şekil 1.10. Vakum ve biriktirme çemberi bileşenleri

1.2.7.4.5. Althk Malzemeleri

Bütün ince filmler bir altlık üzerine atomların birikmesiyle şekillenirler. Biriktirme için altlık seçimi bu yüzden bütünüyle filmden bağımsız değildir. Örneğin, altlık, film kaplamada ihtiyaç duyulan malzeme ya da büyütülebilen epitaksiyel bir film ya da dielektrik özellikteki bir malzeme ya da filmlerde gerilmeleri kontrol etmek için belirli termal özellikteki bir malzeme olabilir. Filmlerin özellikleri ve yapısı, biriktirilen yüzeyin durumuna bağlı olduğundan iyi bilinmelidir. Tek bir kristal, amorf bir malzeme ya da aynı bileşimin çoklu kristal malzeme altlığı film mikro yapısının tamamen farklı tiplerini oluşturacaktır. Film ve altlığın herhangi bir seçimi için, başlangıçtaki altlık hazırlığı, yüzeydeki filmin tekrar üretilebilir özelliklerini temin etmek için aynı şartta hazırlanması sağlanmalıdır. Altlık sıcaklığı da biriktirilmiş filmin muhtemel mikro yapısını kontrol eder.

Metaller tipik olarak yüksek yüzey enerjisine sahip hidrokarbonlar ve kendi oksit tabakalarıyla kaplanır.

İyonik seramik malzemeler veya kovalent bileşikler genellikle oda sıcaklığında oldukça kırılgandırlar ve amorf ya da kristal yapısında olabilirler. Amorf malzemelerin bileşimi örneğin cam, işlem yöntemine bağlı olarak oldukça hassastır.

Polimer yüzeyler, yüzeydeki fonksiyonel gruplara bağlıdır. Yüzeyin doğası çevreyede bağlıdır. Polimerlerin çapraz bağlama genişliği yüzeyin mekanik özelliklerinden belirlenir (Harsha, 2006).

1.3. Çalışmanın Amacı ve Kapsamı

Yarıiletken tabanlı gaz algılama cihazları alanındaki araştırma çalışmaları son yirmi-otuz yıl içerisinde önemli ölçüde yeni malzemelere doğru kaymıştır. Bu kapsamda, hassas ve seçici malzemeler üzerinde önemli araştırma çalışmaları sürdürülmektedir (Gardner, 1999).

İletkenliği ölçülebilir metal oksit yarıiletkenler, küçük boyutları, fiyat ve güç tüketimleri, on-line çalışma özellikleri ve mikroelektronik üretime uygunlukları nedenleriyle katıhal kimyasal sensörleri arasında en umut verici aygıtlar arasında yer almaktadır (Comini ve ark., 2007). Bunlar içinde, üzerinde en çok araştırma yapılan malzemeler ZnO, WO₃, SnO₂, MoO₃, V₂O₅, ZrO₂ ve TiO₂'dır. Bu malzemelerin gaz algılama özellikleri malzemenin yüzey halleri ve morfolojisi ile ilişkilidir (Schweizer-Berberich ve ark., 1999; Shimizu ve ark., 2008).

Yarıiletken oksitlerin elektriksel özellikleri kendilerini çevreleyen gaz atmosferinin kompozisyonuna bağlıdır. Sensörün yüzey iletkenliği uzay yükü bölgesini etkileyen gaz türlerinin tutunması (adsorpsiyonu) ile değiştirilir. Yükseltgen (oksitleyici) ortamda, oksit yüzeyi negatif yüklü oksijen iyonları ile kaplanır ve komşu uzay yükü bölgesi elektronlardan arındırılmıştır. Bu yüzden, oksit tabakası yüksek bir direnç gösterir. İndirgenme şartları altında, tutunan oksijen türleri indirgeyen gaz türleri ile girdikleri reaksiyonlarca uzaklaştırılır ve elektronlar uzay yükü tabakasına tekrar enjekte olurlar. Sonuçta, oksit tabakasının direnci düşer. Bu etkiye dayanarak, tungsten trioksit kullanan iletkenliği ölçülebilen gaz sensörleri geliştirilmiştir (Boulmani ve ark., 2007).

Tungsten trioksit (WO₃) ilginç fiziksel ve kimyasal özellikleriyle n-tipi bir yarıiletkendir. Bu özellikler tungsten-oksiti, katalistler (Cotton, 1988), elektrokromik aygıtlar (Granqvist ve ark., 2000; Lee ve ark., 2000) ya da gaz sensörleri (Boulmani ve ark., 2007; Lee ve ark., 2000; Jiménez ve ark., 2003) gibi çeşitli teknolojik uygulamalar için elverişli kılar. NO₂ gibi yükseltgen gazlar iletkenlik bandından elektron alırken, NH₃ gibi indirgen gazlar elektron verirler. İletkenlikteki bu değişim, ortamda var olan belirli bir gazın miktarı ile doğrudan ilişkili olup, gazın varlığının ve konsantrasyonunun nicel olarak belirlenmesini sağlar.

Tungsten trioksit bileşikleri termal buharlaştırma (Guo ve ark., 2004; Ponzoni ve ark., 2005), sol-gel (Xiao ve ark., 2005; Cantalini ve ark., 1999; Shieh ve ark., 2002), kimyasal buhar biriktirme (Shankar ve ark., 2006; Brescacin ve ark., 1999), saçtırma (Kim ve ark., 2000; Lemire ve ark., 2002; Marquis ve ark., 2001; Solis ve ark., 2001), sprey piroliz (Regragui ve ark., 2001; Akiyama ve ark., 1991; Inoue ve ark., 1995; Maekawa ve ark., 1992) ve lazer biriktirme (Sun ve ark., 2000; Li ve ark., 1999; Fonzo ve ark., 2006; Rougier ve ark., 1999) gibi çok çeşitli yöntemlerle sentezlenmektedirler.

Metal oksit gaz sensörlerinin seçicilik ve hassasiyetini geliştirmek için kullanılan farklı bir yaklaşım, belirli gazların kimyasal tutunmasını artırmak için metalleri ya da katkıları kullanmaktır. Hassasiyetini ve sensörün ikili gazlara karşı seçiciliğini artırmak için algılama malzemesine çok sayıda farklı malzemeler ilave edilmiştir. SnO₂ tabanlı sensörlerin amonyum hassasiyetini optimize etmek için yapılan katkılar Pd, Bi ve AlSiO₃ (Coles ve ark., 1985) ya da Pt ve SiO₂ (Wang ve ark., 2001)'dır. Oksit parçacıkları üzerindeki negatif yüklü kimyasal tutunmuş oksijenin amonyumla tutuşması n-tipi bir malzemede sensör direncinin azalmasıyla sonuçlanır.

Atmosferik kirliliklerin insan sağlığı ve bitki örtüsü üzerindeki zararlı etkileri bilindiğinden, endüstrileşmiş ülkelerde hava kalitesi kontrolü öncelikli konular arasında

yer almaktadır. Yanma süreçlerinden kaynaklanan karbon oksitler (CO, CO₂), kükürt dioksit (SO₂), azot oksitler (NO, NO₂) ve uçucu organik bileşikler (VOCs) ile UV ışınların etkisiyle üretilen ozon (O₃) gibi ikincil gazlar solunum sistemi ve akciğerler üzerinde tahrişe sebep olurlar (Mazet ve ark., 2004). Ayrıca, çok uçucu ve son derece patlayıcı bir gaz olan hidrojen, kapalı mekânlarda havada hacimsel olarak %4.65~93.9 oranları arasında olduğunda tehlikeli patlamalara sebep olmaktadır (Chen ve ark., 2002). Dahası, küçük yapısı sebebiyle, hidrojen molekülleri metallerin içine nüfuz ederek sertlik, dayanıklılık ve kırılganlık gibi özellikleri etkileyip metali içten zayıflatır ve aşındırırlar (Trinchi ve ark., 2004).

Bu nedenlerle, çeşitli uygulama alanlarında hammadde ya da yanma ürünü olarak ortaya çıkan H₂, CO, CO₂, NO, NO₂, SO₂ ve O₃ gibi gazların belirlenmesi ve izlenmesi için küçük boyutlarda, düzenli (uniform), düşük maliyetli, kararlı, güvenilir, seçici ve yüksek sıcaklıkta çalışan metal oksit gaz sensörlerinin üretilmesi gerekmektedir (Mazet ve ark., 2004; Gabouze ve ark., 2006; Huang ve ark., 2006; Luther ve ark., 1999; Talazac ve ark., 2002).

Bu çalışmada, saf (% 99.99) tungsten trioksit (WO₃) malzemesi kullanılarak kuartz altlıklar üzerine termal buharlaştırma (thermal evaporation) yöntemiyle metal oksit ince film yapılar üretildi. Üretilen filmler önce tavlanmamış sonra sırasıyla 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800 °C ve 310-390 °C'lerde 1 saat tavlandı. Büyüme sırasındaki üretim şartlarının ve oksidasyon parametrelerinin üretilen WO₃ metal oksit filmler üzerindeki etkilerini incelemek için filmlerin morfolojisi ve yüzey yapıları atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ile analiz edildi.

X-ışını difraksiyon (XRD) analizi ile plazma oksidasyon parametrelerine bağlı olarak oksit yapıları incelendi. Üretilen filmlerin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C'lerde akımgerilim ve direnç-sıcaklık ölçümleri yapıldı. Veriler ilgili teoriler ışığında değerlendirilerek, sonuçlar yorumlandı.

Bu çalışma beş bölümden oluşmaktadır. Birinci bölümde, ince film yapılarla ilgili tarihsel gelişim, kuramsal temeller, çalışmanın amacı ve kapsamı yer alır. İkinci bölümde, konu ile ilgili diğer araştırmacılar tarafından yapılmış önceki çalışmalar verilmektedir. Üçüncü bölümde, çalışmanın esas alındığı ve deneysel çalışmaların olduğu materyal ve yöntem yer almaktadır. Dördüncü bölümde araştırma bulguları ve yorum, beşinci bölümde ise sonuç ve öneriler sunulmuştur.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Xu ve ark. (1990), tungsten trioksit filmlerin elektriksel özelliklerini incelemişler, bu filmlerde amorf yapıdan kristal yapıya geçişin 330 °C'de meydana geldiğini bildirmişlerdir.

Pyper ve ark. (1998), sol-gel yöntemi ile soda-lime cam, Si ve Si₃N₄ altlıklar üzerine WO₃ filmler üretmiş, 180 °C'den daha düşük sıcaklıklarda WO₃'in yapısının monoklinik ya da ortorombik bir nanokristal yapıda olduğunu, hekzagonal ya da pyroklorik yapı veya amorf fazlar gibi hiçbir yarı kararlı yapının ortaya çıkmadığını bildirmişlerdir. Ayrıca, sonradan yapılan tavlamanın kristal sistemde değişme olmaksızın kristallerin büyümesine neden olduğunu rapor etmişlerdir.

Tägtström ve ark. (1999), kimyasal buhar biriktirme yöntemiyle safir (01 $\overline{1}2$) altlıklar üzerine epitaksiyel WO₃ filmler büyütmüş, düşük basınç (10 Torr) ve yüksek gaz akış hızlarının, filmlerin büyük tanecikli olarak birikmesine yol açtığını rapor etmişlerdir.

Yang ve ark. (1999), TiCl₄ ve WCl₆'nın orantılı bir karışımında çökelme yöntemiyle Al₂O₃ (alümina) altlıklar üzerine ağırlıkça % 4 TiO₂ karışımlı filmler büyütmüş, WO₃ gaz sensörlerinin sensör karakteristiği üzerine bağlayıcı maddeler olan polivinil alkol (PVA), silis ve Al₂O₃'ün oda sıcaklığındaki elektron konsantrasyonu ve tanecik boyutu gibi WO₃ filmlere ait fiziksel özelliklerine küçük bir etkisi olduğunu ve NO_x tipi gazlarda elektriksel direnç ve çevredeki çeşitli gazlar için filmlerin sensör karakteristiğinin büyük bir etkisi olduğunu gözlemlemişlerdir.

Zhao ve ark. (2000), atmalı lazer biriktirme (PLD) yöntemiyle Si (100) ve alümina altlıklar üzerine belirli oranlarda TiO₂ ve Al₂O₃ toz karışımıyla birlikte Al ve Ti doplanmış WO₃ filmler elde etmiş, filmlerin 500 °C'de 2 saat tavlandığında trikilinik kristal yapısına, Al ve Ti doplanmış filmlerin ise tetragonal yapıya dönüştüğünü rapor etmişlerdir. Ayrıca filmlerin sensör duyarlılığının Al ve Ti dop edilmesiyle önemli oranda arttığını bildirmişlerdir.

Yu-De ve ark. (2001), % 99.99 saflıkta WO₃ toz numunelerinin elektriksel ve gaz sensör özelliklerini incelemişler, 100, 150, 200, 250, 300 ve 350 °C'lerde bu numunelerin direnç-sıcaklık ölçümünü yapmışlar, direncin artan sıcaklıkla üstel olarak azaldığını, direnç değerlerinin 10^7 ile $10^4 \Omega$ arasında değiştiğini, WO₃'ın monoklinik ve

triklinik yapıdaki bileşenlerinin etanol gazı için gaz sensörü olarak kullanılabileceğini belirtmişlerdir.

Regragui ve ark. (2001), sprey piroliz yöntemiyle 300 °C'ye kadar ısıtılan cam altlıklar üzerine WO₃ ince filmler elde etmişler, 500 °C'de 1 dakika tavlanan filmlerin elektrokromik uygulamalar için uygun olduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca filmlerin bu şartlarda çok düzgün, saydam olduklarını rapor etmişlerdir.

Regragui ve ark. (2001), sprey piroliz yöntemiyle 300 °C'ye kadar ısıtılan cam altlıklar üzerine WO₃ ince filmler üretip, filmleri 1 dakika ve 60 dakika boyunca kuru havada tavlamışlar, kızılötesi bölgeye yakın yansıtmanın filmlerde renklenmeyi artırdığını bildirmişlerdir. Bu sonuca neden olarak Hall olayı ölçümleri ile taşıyıcı konsantrasyonundaki yüksek artışı göstermişlerdir.

Gillet ve ark. (2002), termal buharlaştırma yöntemiyle tek kristal alümina altlıklar üzerine yaklaşık 40 nm kalınlığında WO₃ ince filmler üretmişlerdir. Filmleri üretmeden önce altlıkları 3 saat vakum altında 1100 K'de ısıtmışlar, film oluşumu sırasında ise altlık sıcaklığı 575 K'de muhafaza edilmişlerdir. Üretilen filmleri, 100 Pa basıncındaki O₂ gaz akışı altında 725 K sıcaklıkta 25 dakika tavlamışlar, hava ya da O₂ akışı altında tavlamanın filmlerin morfolojisi, tanecik büyüklüğü ve yönelimi üzerine etkilerini incelemişlerdir. Filmlerin AFM görüntülerini incelediklerinde, tavlanmamış filmlerin 2.5 nm yarıçaplı düzgün küçük kristallerden oluştuğunu, tavlamadan sonra ise, film morfolojisinin tamamen değiştiğini, yüzeyde yaklaşık 400 nm yarıçaplı büyük taneciklerin görüldüğünü, bu taneciklerin her bir tanecik için özel bir yönelimde uzayan mikrobölgelerden oluştuğunu, üretilen filmlerin tavlama sırasında 350 ile 500 nm arasındaki küçük taneciklerin tekrar kristallenmesiyle şekillendiğini, taneciklerin altlık üzerine altlığa paralel bir düzlemde (010) ve altlık düzleminin (0001) hekzagonal simetrisine göre üç eşit epitaksiyel olarak yönlendiğini belirtmişlerdir. Ayrıca, tavlamayla birlikte WO₃ taneciklerinin a = 7.3 nm olan en küçük örgü parametresi doğrultusuna uyan WO₃ [100] filmlerinde mikrobölgelerin çiftlenmiş, ince uzun bir yapıda olduklarını rapor etmişlerdir.

Lemire ve ark. (2002), radyo frekans saçtırma yöntemiyle cam, MgO (001), α -Al₂O₃ (0001) ve SiO₂/Si altlıklar üzerine 10-100 nm kalınlıkları arasında WO₃ ince filmler üretmişler, üretilen filmleri sağlamlaştırmak ve dengede tutmak için tavlamışlardır. Denge için en iyi sonucun 400 °C'de 1.5 saat süreyle kuru hava akışı

altında olduğunu bildirmişler, tanecik boyutlarının artan ve azalan O₂ basıncının belirleyici olduğunu, yüzey morfolojisinin (tanelenme ve pürüzlülük) ise kullanılan altlığa bağlı olarak değiştiğini, özelikle SiO₂/Si altlıklar üzerine büyütülen filmlerin oldukça ince tanecikli bir morfolojiye sahip olup, bu tip filmlerin mikrosensör kullanımı için en yüksek özel bir alanı sunduğunu belirtmişlerdir.

Aguir ve ark. (2002), radyo frekans saçtırma yöntemiyle Ar-O₂ gaz karışımı altında tungsten hedeften SiO₂/Si altlıklar üzerine yaklaşık 50 nm kalınlıklı WO₃ ince filmler üretmişler, bu filmleri 60 dakika 673 K'de kuru hava akışında tavlamışlar, filmlerin iletkenlik mekanizmasının O₂ gaz konsantrasyonuna bağlı olduğunu ve 300-723 K aralığında ozon gazı için duyarlılığın çok yüksek olduğunu gözlemlemişlerdir.

Legore ve ark. (2002), radyo frekans saçtırma yöntemiyle %50 Ar-%50 O₂ gaz akışı altında safir (110) altlıklar üzerine 500 °C'de 15-600 nm kalınlıklı (tip A) ve 200 °C'de ise 15-500 nm kalınlıklı (tip B) WO₃ ince filmler üretmişler, bu filmleri 400 °C hava ortamında 1 saat tavlamışlardır. Tip A filmlerinin tanecik sınırlarının belirgin olmamakla birlikte yönelimlerinin tekli ya da az sayıda olmasına rağmen, tip B filmlerindeki taneciklerin ise 50 nm'ye kadar rastgele bir yönelime sahip olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca tip A filmlerinin birçok örgü kusurlarına sahip olup, gözenekli bir yapıya ait hiçbir kanıtın olmadığını, tip B filmlerinin ise 3 nm'den daha küçük genişlikte tanecik sınırları boyunca bazı tutarsız gözenekleri içerdiğini rapor etmişlerdir.

Kimura ve ark. (2003), termal buharlaştırma yöntemiyle 1×10^5 Torr basınç altında amorf karbon altlıklar üzerine WO₃ tozları biriktirip ince film elde etmişler, bu filmleri 1×10^5 Torr basınçta 30 dakikadan fazla bir sürede 400-900 °C arasında ısıtmışlardır. Sonuç olarak 900 °C'de ısıtılan WO₃ numunelerinde W₂₀O₅₈, W₁₈O₄₉, WO₂ ve W ara fazlarının artan sıcaklık süresiyle uyumlu olarak renk değişimleri gözlediklerini rapor etmişlerdir.

Jyh-Jier Ho (2003), radyo frekans saçtırma yöntemiyle Ar ve O_2 gaz karışımı içeren hava ortamında % 99.95 saflıkta W hedeften p ve n tipi Si altlıklar üzerine 300 nm kalınlıklı WO₃ ince filmler üretip, bu filmleri 400, 500 ve 600 °C'lerde 1 saat tavlamış, bu filmlerin 400 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda iyi kristalize olduğunu, WO₃ gibi elektrokromik ince filmlerin NO_x gaz sensörü uygulamaları için uygun olduğunu belirtmişlerdir. Mitsugi ve ark. (2003), atmalı lazer biriktirme (PLD) yöntemiyle 150-800 °C sıcaklık aralığı ve O₂ basıncı 10-300 mTorr arasında değişen basınç aralığında kuartz ve safir altlıklar üzerine WO_{3-x} ince filmler üretmişler, üretilen filmleri 760 Torr O₂ atmosferinde oda sıcaklığında soğutmuşlardır. Kristalleşme için eşik sıcaklığının 400 °C olduğunu, tetragonal fazın 60-100 mTorr O₂ basıncında, trikilinik fazın ise 150 mTorr'dan büyük basınçlarda meydana geldiğini, ayrıca 600 Torr'daki O₂ basıncında tavlamadan sonraki tetragonal ince filmlerin tanecik büyüklüğünün başlangıçta üretilen filmlerden iki kez daha büyük olduğunu, triklinik kristal yapının vakumda tavlamadan sonra tetragonal faza değiştiğini, bununla birlikte tavlamadan önce ve sonra tanecik büyüklüğü ile ilgili hiçbir değişimin olmadığını bildirmişlerdir.

Jiménez ve ark. (2003), kimyasal yöntemle hazırlanan tungsten oksit hidratı sentetik hava akışı altında 400 ve 700 °C sıcaklık arasında 5 saat tavlayarak WO₃ nanokristal tozları üretmiş, bu tozları alümina altlıklar üzerine baskı yaparak ince film üretmişler, bu filmlerin hem monoklinik hem de triklinik bir kristal yapısına ait olabileceğini, kristal düzlem kusurları miktarının 400 °C'den 700 °C'ye doğru artan tavlama sıcaklığıyla azaldığını, kristal düzlem kusurları miktarının 400 °C'den 700 °C'ye doğru artan

Stankova ve ark. (2005), lazer biriktirme yöntemiyle 1-25 Pa O₂ basıncında 400 ile 600 °C arasındaki farklı altlık sıcaklıklarında tekli kristal SiO₂ (001) altlıklar üzerine % 99.99 saflıkta WO₃ tozları biriktirip, bu yapıları pellet haline getirerek 48 saat süreyle 1100 °C'de sinterlemişlerdir. Üretilen ince filmlerin en iyi kristalize şartlarının 500 °C altlık sıcaklığı ve 10 Pa O₂ basıncında olduğunu ve bu şartlardaki kırılma indisinin n=1.97 (λ =633 nm) olarak hesaplandığını rapor etmişlerdir.

M. Stankova ve ark. (2005), radyo frekans saçtırma yöntemiyle % 50:50 Ar:O₂ gaz karışımı altında % 99.95 saflıkta tungsten hedeften Si altlıklar üzerine WO₃ ince film üretmişler, bu filmleri 24 saat kuru havada 350, 400 ve 450 °C sıcaklıklarında tavlamışlardır. Tavlanan filmlerde artan tavlama sıcaklığıyla filmlerin morfolojisi ile ilgili taneciklerin boyutunun değiştiğini, fakat kimyasal bileşiminde herhangi bir değişme olmadığını, ayrıca morfolojik değişikliklerin filmlerin sensör davranışında önemli bir rol oynadığını belirtmişlerdir.

Gillet ve ark. (2005), radyo frekans saçtırma yöntemiyle farklı Ar-O₂ gaz karışımı altında, 1.6, 4.6 ve 10 oranlarda Ar/O₂ gaz basıncında % 99.9 saf tungsten
hedeften SiO₂/Si altlıklar üzerine WO₃ ince film üretmişler, bu filmleri 1 saat süreyle kuru havada 400 °C sıcaklığında tavlamışlardır. Üretilen filmlerde ozon gazına karşı duyarlılığın filmin tanecik büyüklüğüne ve gözenekli yapısına bağlı olduğunu, tanecik böyutunun ise Ar/O₂ gaz basıncına kısmen bağlı olduğunu bildirmişlerdir.

Jayatissa ve ark. (2005), termal buharlaştırma yöntemiyle alkalin olmayan cam ve silikon altlıklar üzerine yaklaşık 350 nm kalınlığında WO₃ ince film üretmişler, üretilen filmlerden ikisini 6 saat süreyle 300 °C'de tavlayıp oda sıcaklığında soğutmuşlar, 300 °C'de tavlanan filmlerden birini tekrar 12 saat süreyle 600 °C'de tavlayıp oda sıcaklığında soğutmuşlar (iki aşamalı) ve son olarak üçüncü filmi 600 °C'de 12 saat tavlamışlar. Bunun sonucunda, iki aşamalı tavlanan filmlerin yüksek sıcaklıklarda doğrudan tavlamayla karşılaştırıldığında film yüzeyinin sabit, sürekli ve pürüzlülük oranının düşük olduğunu ve WO3 ince filmlerinde nanokristal yapısının 300 °C'de meydana geldiğini, filmlerin AFM görüntülerini incelediklerinde, tavlanmamış filmin düşük yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğunu, 300 °C tavlamada 75 nm tanecik boyutlu yüzeylerin oluştuğunu, 600 °C tavlamada ise, film yüzeyinde daha büyük çatlakların ve bazı yüzey pürüzlülüklerinin geliştiğini, üretilen filmlerin amorf benzeri bir yapıya, yüksek metalik iletkenliğe ve mavi ışık rengine sahip olduğunu bildirmişlerdir. Filmlerin 300 °C'nin üzerinde tavlandığında sarımsı ya da geçirgen hale geldiğini 200 °C tavlamada kristalleşmenin çok küçük oluştuğunu, 400 °C ve üzerinde polikristal bir yapı gözlendiğini, 500 ve 600 °C'lerde ise filmlerin tamamen kristal bir yapıya sahip olduğunu belirtmişler, WO₃ filmlerde nanokristal bir yapı için kritik sıcaklığın 300 °C olduğunu rapor etmişlerdir.

Ramana ve ark. (2006), çoklu atmalı lazer ablasyon yöntemiyle yaklaşık 30 saat 950 °C'de sinterlenip preslenen %99.9 saf WO₃ toz hedeften biriktirme çemberine 100 mTorr basınçta saf O₂ verilerek sıcaklığı 300 °C'de tutulan iyi temizlenmiş cam altlıklar üzerine kalınlığı 200-500 nm arasında olan WO₃ ince film üretmişler, bu filmleri 30-500 °C arasında tavlamışlar. Üretilen filmlerdeki tanecik boyutlarının 50-60 nm arasında olduğunu, faz geçişlerinin vakum şartları altında (1.5×10⁻⁷ Torr) artan tavlama sıcaklığıyla trikilinik, monoklinik, ortorombik, hekzagonal, tetragonal şeklinde değiştiğini, 30 °C'de triklinik, 200 ve 300 °C'de monoklinik, 400 ve 500 °C'de ortorombik bir kristal yapısı gözlediklerini bildirmişlerdir.

Hutchins ve ark. (2006), termal buharlaştırma yöntemiyle % 99.986 saflıkta WO₃ tozlarından 350 K sıcaklığında tutulan cam ve kuartz altlıklar üzerine 100-300 nm kalınlık aralığında WO₃ ince film üretip, filmleri havada 2 saat süreyle 723 K'de tavlamışlar, üretilen filmlerin amorf yapıya sahip olduğunu ve piklerin $2\theta=23^{\circ}$ etrafında geniş bir alana yayıldığını, filmlerin 723 K'de tavlandığında 4 pikli yeni kırınım deseni görüldüğünü, bu piklerin monoklinik faza ait olduğunu, filmlerdeki amorf yapıdan kristal yapıya geçişin 723 K tavlama sıcaklığında meydana geldiğini gözlemlemişlerdir.

Xie ve ark. (2007), termal buharlaştırma yöntemiyle % 99.99 saf WO₃ tozları kullanarak sıcaklığı 100 °C'de sabit tutulan cam seramik altlık üzerine yaklaşık 200 nm ve 1 µm kalınlığında WO₃ ince film üretip, bu filmleri 300, 400, 500 ve 600 °C'de 4 saat tavlamışlar, tavlanan filmlerin AFM görüntülerini incelediklerinde pürüzlülük için RMS değerlerinin sırasıyla 1.31, 2.45, 5.79 ve 24.97 nm olduğunu belirtmişlerdir. 300 °C'de herhangi bir granül veya tanecikler olmaksızın düzgün bir yüzeyin gözlendiğini, 400 °C'de film yüzeyinin tüm taralı alan üzerine dağılmış farklı yarıçaplı büyük adacıkları kapsayan pek çok çatlakları içerdiğini, 500 °C'de çatlakların belirgin biçimde gözden kaybolduğunu, adacıkların daha sönük ve bulanık biçimde oluştuğunu, 600 °C'de ise daha fazla tümsekli, daha büyük tanecik boyutlu yüzeyin oluştuğunu, filmlerin 500 °C tavlamada en iyi sensör özelliğini gösterdiğini belirtmişlerdir.

Khatko ve ark. (2007), radyo frekans saçtırma yöntemiyle 1:1 oranında Ar:O₂ gaz karışımı altında % 99.95 saf tungsten hedeften kuru O₂ akışı altında oksitlenmiş Si altlıklar üzerine 80-90 nm kalınlığında WO₃ ince film üretmiş, bu filmleri 2 saat süreyle 400 °C'de tavlamışlar, depolanan filmlerin amorf yapıda olduğunu, 400 °C tavlamadan sonra filmlerde Pc uzay grubuyla tanımlanan monoklinik fazın gözlendiğini belirtmişlerdir. Ayrıca, WO₃ ince filmlerde, monoklinik fazın 400'den 800 °C'ye kadarki sıcaklık aralığı için sabit olduğunu, 900 °C'de ise filmlerin süblimleştiğini, filmlerin sensör özelliği ile ilgili duyarlılıktaki artışın tanecik büyüklüğündeki azalmayla ilişkili olduğunu rapor etmişlerdir.

Joraid ve ark. (2007), elektron ışın buharlaştırma yöntemiyle % 99.99 saf WO₃ tozları kullanarak 2×10^{-7} Pa basınç altında sabit 523 K sıcaklığında tutulan cam altlıklar üzerine 360 nm kalınlığında WO₃ ince film üretmişler, filmleri 30 dakika, 1, 2 ve 3 saat süreyle 573, 673, 723 ve 773 K sıcaklıklarında tavlamışlardır. Filmlerin AFM görüntülerini incelediklerinde, tanecik boyutunun kısmi hava basıncına ve tavlama

sıcaklığına bağlı olduğunu belirtmişler, 250 °C tavlamada yaklaşık 2.45 nm tanecik boyutlu nanoyapılar görüldüğünü, ince filmin düzenli yapısının iyi belirlenmiş tanecik sınırlarıyla iğne benzeri molekül kümeleri olarak tanımlamışlardır. 300 °C'de yaklaşık 4.3 nm olan tanecik boyutunun çok az arttığını, artan tavlama sıcaklığıyla tanecik boyutlarının önemli şekilde arttığını, 400 °C'de tanecik boyutunun yaklaşık 18.51 nm olduğunu ve iğne benzeri moleküllerin gözden kaybolduğunu, 500 °C'de yüzeyin yaklaşık 25.42 nm tanecik boyutlu küresel yüzeylerden oluşan gözenekli bir yapıya sahip olduğunu, 550 °C'de ise tanecik boyutunun 26.58 nm' de sabitlendiğini ve daha fazla tavlama sıcaklığıyla morfolojinin değişmediğini, filmlerdeki moleküllerin büyüklüğünün kısmi hava basıncına ve tavlama sıcaklığına bağlı olduğunu bildirmişlerdir.

Sivakumar ve ark. (2007), elektron ışın buharlaştırma yöntemiyle % 99.99 saf WO₃ tozları kullanarak 1×10^{-5} mbar basınç altında sabit 30 °C sıcaklığında tutulan cam ve fluor dop edilmiş SnO₂ altlıklar üzerine WO₃ ince film üretip, bu filmleri 200 ve 300 °C'de 1 saat tavlamışlar, daha yüksek tavlama sıcaklığının nanokristal yönelimli ince filmlerin büyümesini artırdığını, artan tavlama sıcaklığınla ile iletimdeki azalışın filmlerdeki O₂ boşluklarının yapısını ortaya çıkardığını belirtrmişlerdir.

Hutchins ve ark. (2007), termal buharlaştırma yöntemiyle % 99.986 saflıkta WO₃ tozları kullanarak 10⁻⁵ Pa basınç altında cam altlıklar üzerine 100-500 nm kalınlık aralığında WO₃ ince film üretmiş, üretilen filmlerin 20, 40, 60, 80, 100 ve 120 °C'lerde ve farklı frekanslarda elektrik iletkenlikleri ve dielektrik özelliklerini incelemişler, dielektrik kayıpla ilgili hiçbir pikin gözlenmediğini, dc iletkenlik etkisinin kaldırılmasıyla dielektrik sabitinin imajiner kısmının gözlenebileceğini rapor etmişlerdir.

Ghimbeu ve ark. (2007), elektrostatik sprey biriktirme yöntemiyle 200-400 °C sıcaklıklarında tutulan alümina altlıklar üzerine WO₃ ince filmler elde etmişler, filmleri hava ortamında 2 saat süreyle 500 °C'de tavlamışlardır. Filmlere ait tanecik boyutunun nanometre boyutunda iken filmin monoklinik fazda kristalleştiğini, akım-gerilim ölçümlerinin filmlerin iyi omik kontaklar sağlayan doğrusal bir davranış gösterdiğini, alternatif akımla ilgili olarak iletkenlik sürecinin tanecik ya da tanecik sınır etkisi ya da her ikisinden kaynaklanabilen sadece bir elektrik atlaması yaptığını, akım-gerilim grafiğinden, akımla gerilim arasında lineer bir ilişki olduğunu, uygulanan ±5V'a karşılık

akım değerlerinin 10^{-7} A mertebesinde olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca çizilen dirençsıcaklık grafiğine göre direncin artan sıcaklıkla üstel olarak azaldığını, direnç değerlerinin $1-6 \times 10^8 \Omega$ aralığında değiştiğini, filmin iyi bir metal-yarıiletken omik kontak özelliği gösterdiğini gözlemlemişlerdir.

Lethy ve ark. (2008), atmalı lazer biriktirme yöntemiyle % 99.9 saf WO₃ tozlarını presleyip, 4 saat süreyle 1200 °C'de sinterlemişler, 12×10^{-2} mbar O₂ basıncında 300, 523 ve 673 K altlık sıcaklıklarında cam üzerine WO₃ ince filmler elde etmişlerdir. Üretilen filmlerde kristalize fazın ortorombik bir yapıya sahip olduğunu, altlık sıcaklığının artmasıyla tanecik büyüklüğünün azaldığını, yüzeyin pürüzsüzleştiğini, bunun yanı sıra iletkenliğin arttığını belirtmişlerdir.

Vallejos ve ark. (2008), radyo frekans saçtırma yöntemiyle 1:1 oranında Ar:O₂ gaz karışımı altında % 99.95 saf tungsten hedeften 5×10^{-3} mbar basınç altında mikro işlenmiş Si altlıklar üzerine 250-270 nm kalınlığında WO₃ ince film üretip, filmleri atmosfer ortamında 2 saat süreyle 400 °C'de tavlamışlar, filmlerdeki sensör bölgelerindeki oksitleyici gazlara olan duyarlılık ve seçicilik etkisinin tanecik büyüklüğünün azalmasıyla ilgili olduğunu, sensör bölgelerindeki tanecik büyüklüğünün azalmasıyla ilgili olduğunu, merkezlerinin sayısının arttığını bildirmişlerdir.

Epifani ve ark. (2009), sol-gel yöntemiyle (100) Si altlıklar üzerine yaklaşık 50 nm kalınlığında WO₃ ince film üretip, bu filmleri 100, 200, 300, 400 ve 500 °C'de 1 saat tavlamışlardır. Üretilen filmlerin 100, 200 °C'lerde amorf yapıda, 300, 400 ve 500 °C'lerde ise kristal bir yapıda olduğunu, gözlenen piklerin triklinik ve monoklinik bir kristalografik fazlara ait olabileceğini, iki faz arasında belirli bir ayrımın yapılamayacağını bildirmişlerdir.

Deniz ve ark. (2009), sürekli altlık döndürmeyle oda sıcaklığında atmalı doğru akım magnetron saçtırma kullanarak parıltılı açı biriktirme yöntemiyle oda sıcaklığında erimiş silis altlıklar üzerine saf Ar ve 4:6 oranında Ar:O₂ gaz karşımı altında sırasıyla 50 nm ve 100 nm kalınlıklarında WO₃ ince film üretip, filmleri hava ortamında 5 saat süreyle 500 °C'de tavlamışlar, tavlamayla birlikte filmlerin triklinik/monoklinik bir faz yapısında olduğunu, tavlama davranışının oksitlenmiş tungsten nanoçubukların nanomorfolojisi üzerine etki etmediğini gözlemlemişlerdir.

Patel ve ark. (2009), termal buharlaştırma yöntemiyle % 99.9 saflıkta WO₃ tozları kullanarak 10⁻⁵ mbar basınç altında, oda sıcaklığından 510 °C'ye kadar altlık sıcaklık aralığında cam altlıklar üzerine 100 nm kalınlıklarında WO₃ ince film üretmiş, oda sıcaklığı ve 400 °C'de üretilen filmlerin amorf bir yapıda, 450 °C ve yukarı sıcaklıklarda kristal bir yapıya sahip olduğunu, yüzey pürüzlülüğü ve tanecik boyutunun altlık sıcaklığıyla beraber arttığını, taşıyıcı hareketliliği ve taşıyıcı konsantrasyonu altlık sıcaklığıyla artarken filmin özdirencinin azaldığını rapor etmişlerdir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. MATERYAL

3.1.1. WO₃'ın Genel Özellikleri

3.1.1.1. Tungsten (W) Metali

Wolfram olarak bilinen tungsten, W kimyasal sembolü, 74 atom numaralı ve 183.85 atom ağırlığına sahip 4B grubunda bulunan krom grubu geçiş metal elementidir. Elektron konfigürasyonu [Xe] $4f^{14}5d^46s^2$, atomik yarıçapı 1.39 Å, iyon yarıçapları W⁴⁺, W⁵⁺ ve W⁶⁺ için sırasıyla 0.66, 0.62 ve 0.42 Å'dur. Doğal olarak 5 sabit izotopu bulunur: W-180 (% 0.12), W-182 (% 26.498), W-183 (% 14.314), W-184 (% 30.642) ve W-186 (% 28.426).

Grimsi-metal renkte olan tungstenin fiziksel özellikleri şu şekilde sıralanabilir; cisim merkezli kübik kristal yapısına sahip olup, yoğunluğu 19.3 g/cm³, erime noktası 3422 °C, buharlaşma noktası 5555 °C, buhar basıncı 3990 °C'de 1 torr, elektriksel direnci 20 °C'de 5.5 $\mu\Omega$ -cm'dir.

Endüstriyel olarak tungsten, geniş uygulamalara sahip çok önemli bir metaldir. Bu, dikkati çeken birçok fiziksel özelliklerinden kaynaklanır. Bütün metaller arasında, tungsten en yüksek erime noktasına ve en düşük buhar basıncına sahiptir. Ayrıca yüksek sıcaklıklarda en yüksek gerilme kuvvetine sahiptir. Tungsten metali asit mineralleri tarafından oluşturulan aşınmalara karşı mükemmel bir dirence sahiptir. Bir kaç mineralden meydana gelip, doğada geniş ölçüde dağılır.

Bileşik oluşturmamış tungstenin birkaç önemli uygulamaları vardır. Önemlilerinden biri ışık ampulleri için elektrik lamba flamentleri olarak kullanılmasıdır. Birde, yüksek sıcaklık firinları için ısıtıcı elemanı, elektron ve televizyon tüplerinde, metal-cam mühürlerde, güneş enerjisi aletlerinde ve boşalma kaynaklarında elektrotlar olarak kullanılır (Patnaik, 2002).

3.1.1.2. Tungsten Trioksit (WO₃)

Tungsten trioksit ya da tungstik anhidrid olarak bilinen tungsten (VI) oksit,WO₃, geçiş metali olan tungsten ve oksijen içeren kimyasal bir bileşiktir. Tungsten minerallerinden tungstenin orta seviyede geri dönüştürülmesiyle elde edilir. Tungsten madenlerinde WO₃ üretmek için alkaliler ile işlenir. Ayrıca, karbon ya da hidrojen gazıyla tepkimesinden saf metale ayrışır:

$$2 \text{ WO}_3 + 3 \text{ C} + 1\text{s1} \rightarrow 2 \text{ W} + 3 \text{ CO}_2$$
$$WO_3 + 3 \text{ H}_2 + 1\text{s1} \rightarrow W + 3 \text{ H}_2O$$

Tungsten trioksit, oda sıcaklığında yoğun sarı renkli toz şeklinde olup, ısıtıldığında koyu portakal rengi alır, soğutulduğunda ise tekrar sarı rengine döner. Yoğunluğu 7.2 g/cm³, erime noktası 1472 °C'dir. Suda çözünmez, asitlerde çok az ve yakıcı alkalilerde ise tamamen çözünür (Patnaik, 2002).

Tungsten (VI) oksit, tungstit (WO₃.H₂O), meymasit (WO₃.2H₂O) ve hidrotungstit (H₂WO₄) minerallerini içeren hidrat şekillerinde doğal olarak meydana gelir. Bu mineraller çok nadir bulunan ikincil tungsten minerallerine göre az bulunur.



Şekil 3.1. Monoklinik tungsten trioksidin kristal yapısı (Anonim, 2010).

Tungsten trioksit'in kristal yapısı sıcaklığa bağlıdır. 740 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda tetragonal, 330 °C'den 740 °C'ye kadar ortorombik, 17°C'den 330 °C'ye kadar monoklinik ve -50 °C'den 17 °C'ye kadar ise triklinik bir yapı gösterir. WO₃'ın en yaygın yapısı P21/n uzay grubu ile monoklinik bir yapıdadır (Lassner, 1998).

3.1.1.3. Tungsten Trioksidin Kullanım Alanları

Tungsten trioksit, çeşitli teknolojik uygulamalar için örneğin katalizatör, elektrokromik cihazlar ya da gaz sensörleri olarak uygun olan ilginç fiziksel ve kimyasal özellikli bir n-tipi yarıiletkendir. WO₃ özellikle geçen birkaç yıldır önemli şekilde dikkat çeken gaz sensör özellikleri dikkate değerdir. Metal oksit yarıiletken gaz sensörü olarak bilinen WO₃, elektriksel iletkenliğindeki ölçülebilen bir değişiklik sayesinde azalan gazların ve oksitlenmenin algılanması için uygundur (Siciliano ve ark., 2008).

Tungsten trioksit, günlük hayatımızda birçok amaçlar için kullanılmaktadır. Xışını fosfor ekranlar için tungstatların yapımında ve ateşe dayanıklı kumaş yapımı için endüstride sık sık kullanılır (Merck, 2006). Yoğun bir sarı rengi sebebiyle WO₃ ayrıca seramiklerde pigment olarak ve boyalarda kullanılır (Patnaik, 2002).

Son yıllarda, tungsten trioksit elektrokromik pencerelerin ya da akıllı pencerelerin üretiminde kullanılmaktadır. Bu pencereler elektriksel olarak uygulanan bir voltajla ışık iletme özelliklerine göre değişiklik gösteren camlardır (Lee ve ark., 2000).

3.1.2. İnce Filmlerin Karakterizasyonu

Karakterizasyon, akım, gerilim gibi bazı karakteristikleri ya da malzemenin tanımlanan özellikleri ve malzemeleri tekrar üretme yollarını belirleme olarak tanımlanabilir. Filmlerin yapısal özellikleri, kalınlık gibi genel, ya da filmdeki küçük deliklerin varlığı veya yüksek film gerilmesinin küçük alanları gibi yerel olabilir (Mattox, 1998).

Bir filmi karakterize etmek için birçok neden vardır:

• Gelişmede: Bozulma yöntemlerini tespit etmede malzemelerin özellikleri üzerine değişen süreç etkisinin (işlem hassasiyeti) belirlenmesi.

- Özel bir uygulama için belirleyici işlevsellik ve performans saptama sınırları.
- Şartnamedeki kabulü üretme ve saptama (işlevsellik, sağlamlık).
- Yeterli bileşim, yapı ya da performans için bir baz noktası saptama böylece daha sonraki malzemeler bu standartla karşılaştırılabilir.
- Tekrarlanabilirlik sürecini izleme.
- Servis ve bozulma şartları altında malzemenin sürekliliğinin belirlenmesi.
- Analizdeki eksikliklere yardımcı olmak.
- Beklenmedik durumlardan kaçınma (Bunshah, 1994).

3.1.2.1. Film Morfoloji ve Yapısı

İnce film yüzey bölge anatomisi ve morfolojisi, tanecik büyüklüğü ve şekli, bileşiklerin varlığı, tümseklerin yapısı, film boşluklarının ispatı, mikro seviyedeki çatlama ya da bağ eksikliği, yüzeylerin dokusunun biçimi gibi konuları içerir. Bu analizleri elde etmek biraz daha zordur, fakat mikroelektronik cihaz üretimi ve optik kaplama teknolojisi arayüz bölgelerindeki çoklu tabaka yapılarının enine kesitsel görüntüleri, altlık etkileşimleri, geometri ve yalıtım tabakalarını gözlemleyebilmektedir.

Bu amaçla kullanılan başlıca yöntem ve cihazlar, taramalı elektron mikroskobu (SEM), iletmeli elektron mikroskobu (TEM), X-ışınlarının kırınımı (XRD), atomik kuvvet mikroskobu (AFM), taramalı tünelleme mikroskobu (STM) sayılabilir (Ohring, 1992).

3.1.2.1.1. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

Taramalı kuvvet mikroskobu olarak da isimlendirilen atomik kuvvet mikroskobu (AFM), yüzeyden yaklaşık birkaç angstrom içeriye kadar bir prob tarafından uygulanan kuvvetler prensibine dayanır. Tipik bir prob 500 Å yarıçapa sahiptir ve atom-atom arasındaki bağdan daha az bir esneklik sabitine sahip konsola monte edilir. Bu konsol çekici van der Waals kuvvetleri tarafından saptırılır ve yüzeyle temasa girerken itilir. Esnek saptırılma 0.1 Å içerisinden ölçülür. Saptırma sabitinin tutulması ve yerinin gözlenmesiyle yüzey morfolojisi çizilebilir. Çünkü hiç akım akışı yoktur ve böylece

AFM elektriksel iletken ya da iletken olmayan yüzeylerde ve hava, vakum ya da değişken ortamda kullanılabilir.

AFM üç modda çalışabilir: temas, temassız ve tıklatma. Temas modu, yüzeyler birbirine yaklaşırken çekici van der Waals kuvvetlerinden yararlanır ve daha yüksek çözünme sağlar. Temassız moda, titreşen bir prob sabit bir uzaklıkta yüzeyi tarar ve titreşimin genliği yüzey morfolojisiyle değişir. Tıklatma modunda ise, titreşen prob temas modunda yüzeye uygulanandan daha az bir basınçla her bir titreşimin sonunda yüzeye dokunur. Bu yöntem çok nazik bir temas basıncıyla 10 nm'den daha iyi bir çözünmeyle yüzey morfolojisinin belirlenmesine izin verir (Mattox, 1998).

3.1.2.1.2. X-ışınları Difraktometresi (XRD)

X-ışını kırınımı, bilinmeyen malzemelerin tanınması, tek kristallerin yönelimi, kristallerin öncelikli yönelimleri, kusurlar, gerilmeler, örgü sabitleri ve geometrisini kapsayan katıların kristal yapısıyla ilgili bütün konuları inceleyen deneysel çok önemli bir yöntemdir (Ohring, 1992).

X-ışınlarının dalgaboyu katılardaki atomlararası mesafelerle kıyaslanabilir büyüklükte tipik olarak 1 Å'dur. Bu durum X-ışınları için kristalin üç boyutlu kırınım ağı gibi davranacağı anlamına gelir. Bir kristalden oluşan X-ışını kırınım maksimumlarının aralarındaki uzaklıkların ölçülmesi, birim hücrenin büyüklüğünün belirlenmesine izin verir ve kırınıma uğramış demetlerin şiddetlerinden de hücre içindeki atomların düzenlenmesi hakkında bilgi elde edilir (Hook, 1999).



Şekil 3.2. Örgü düzlemlerinden X-ışınlarının saçılması

Şekil 3.2'deki gibi paralel örgü düzlemleri d aralıklarla sıralansın. Gelen ışın kâğıt düzlemi içindedir. Komşu iki düzlemden yansıyan ışınlar arasındaki yol farkı $2d\sin\theta$ olur ve θ düzlemle olan açıdır. Yapıcı girişim olayı için, ardışık düzlemlerden yansıyan ışınlar arasındaki bu yol farklarının dalgaboyunun tam katları olması gerekir:

$$2d\sin\theta = n\lambda\tag{3.1}$$

Bu ifade Bragg yasasıdır. Bragg yansımasının gerçekleşebilmesi için $\lambda \le 2d$ olması gerekir. Bir tek düzlemden yansımanın düzlem ayna gibi olmasına rağmen, ancak belirli θ açılarında tüm paralel düzlemlerden yansıyan ışınlar yapıcı bir girişim sonucu kuvvetli bir yansımaya yol açarlar (Kittel, 1996).

WO₃, genel olarak Şekil 3.1'deki gibi monoklinik yapıda olup, örgü sabitleri $a = 7.311 \pm 0.05$ Å, $b = 7.603 \pm 0.05$ Å, $c = 7.713 \pm 0.05$ Å olarak tespit edilmiştir (Hutchins, 2006). Monoklinik kristal yapı için düzlemler arası uzaklık (*d*) ile örgü sabitleri *a*, *b* ve *c* arasında Denklem (3.2)'deki gibi bir bağıntı vardır (Suryanarayana, 1998).

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right)$$
(3.2)

Kristalografide taneciklerin ortalama büyüklüğü Scherrer formülü ile hesaplanabilir:

$$D = \frac{0.89\lambda}{\beta\cos\theta}$$
(3.3)

Burada λ , X-ışınlarının dalgaboyu, β pikin maksimum yarıdeğer genişliği (FWHM), θ Bragg kırılma açısıdır (Xie ve ark., 2007).

3.1.2.2. Elektriksel Karakterizasyon

İnce filmlerin elektriksel özellikleri, uygulama ve teoride büyük bir öneme sahiptir. Katı hal devrimi elektriksel olarak iletken ve yalıtkan ince film ve cihazları için yeni önemli roller oluşturmuştur. Bir zamanlar başarılı olan büyük farklı elektriksel bileşenler ve sistemler şimdi daha verimli ve mikroskobik ince film tabanlı birleşik devre eleman"larıyla güvenilir bir şekilde elde edilmektedir.

İnce filmlerin elektriksel özelliklerini ölçmek için birkaç yöntem kullanılır. Bunlardan bazıları dökme malzemelerde kullanılan yöntemdir. Yalıtkan filmler için film kalınlığının içindeki akım akışının olduğu yerde elektrotlar film yüzeylerine zıt yönlerde yerleştirilir. Küçük buharlaşan ya da saçılan dairesel elektrotlar genellikle bir dizi eşit kontaklar olarak görev yaparlar; altlık çoğunlukla diğer kontaktır (Şekil 3.3).

Yükler yüzey boyunca kontaktan kontağa sızarsa, filmde tamamen iletkenlik engellendiğinden bir koruma elektrotu gerekir.

İnce filmlerin elektriksel karakterizasyonunda önemli özellikler vardır. Bunlar:

- Büyüklük etkileri ya da fiziksel olarak küçük boyut gereksiniminin artması. Yüzey saçtırma ve yük taşıyıcılarının kuantum mekaniksel tünellemeleri örnek verilebilir.
- Film hazırlama yöntemi. Yeterince gerilmeyen metal ve yalıtkan filmlerin elektriksel özellikleri, filmlerin biriktirilen ya da büyütülen yöntemlerin bir fonksiyonudur.
- Elektrot etkileri. Sık sık altlık ve sonradan biriktirilmiş iletken film arasına yerleştirilen elektrotlar, elektriksel tepki sorununa yol açabilir.
- Film sürekliliğinin seviyesi. Süreksizlik durumunda, iletkenlik mekanizmasının değişmesi ve film yapısında adalaşmanın oluşması.
- Yüksek elektrik alan iletiminin olması. Çok küçük boyutlara karşı uygulanan orta seviyedeki gerilimler, filmlerde kolaylıkla ulaşılabilir yüksek alan etkileri yapabilir.
- Yüksek kimyasal tepkime. Filmler, eskimeye ya da korozyon, su buharının emilimi, atmosferik oksitlenme ve sülfürlenme, ve düşük sıcaklık katı hal etkilerinden kaynaklanan elektriksel özelliklerdeki zamana bağlı değişmelere karşı duyarlıdır (Ohring, 1992).



(c)

Şekil 3.3. İnce film elektriksel karakterizasyon ölçme yöntemleri. (a) İletken şerit için 4 kutup yöntemi. (b) Yaprak direnç ölçmek için 4 nokta prob yöntemi. (c) İsteğe bağlı olarak şekillendirilmiş filmin özdirenç ölçümü için Van der Pauw yöntemi (Ohring, 1992).

3.2. YÖNTEM

Bu çalışmada fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemiyle kuartz altlıklar üzerine WO_3 ince filmler elde edilmiş, tungsten trioksit kaynağı olarak % 99.99 saflıkta WO_3 toz pelletleri kullanılmıştır. Kullanılan bu malzemeler Kurt J.Lesker firmasından temin edilmiştir. Pota ve altlık malzemelerinin temizlenmesi sırasında 18 M Ω cm özdirençli çift distile deiyonize (DI) su kullanılmıştır.

3.2.1. Kirlilikler

Fiziksel buhar biriktirme işleminde sistemle ilgili kirlilikler, biriktirilmiş filmde küçük deliklere, yerel ya da genel film yapı bağlarının zarar görmesine ve film özelliklerinde değişikliklere neden olabilir. Biriktirme sistemindeki çoğu durumlarda, kirlilikler ana problemdir.

Süreçle ilgili kirliliklerde, süreç sık sık biriktirme sisteminin içerisinde kirlilikle karşılaşır. Bu kirlilik çıkarılabilir yüzeylerle örneğin kaynak malzemesi, altlık malzemesi ya da kendi biriktirme süreçleriyle ilişkili işlemlerle örneğin buharlaşan kaynak malzemenin çekirdekleşen buhar fazındaki çok ince parçacıklarla ilişkili olabilir.

Dolayısıyla, biriktirme sisteminin içerisindeki yüzeyler ve malzemeler kirlilik düzeyleriyle orantılı ele alınmalı ve temizlenmelidir (Mattox, 1998).

3.2.2. Altlık Malzemelerin Hazırlanması ve Temizlenmesi

Bütün faaliyetler temizleme süreçleri olarak isimlendirilen nitelikli altlıklar üzerindeki kirlilik seviyesini azaltmaya çalışmaktır. Temizleme sürecinin amacı, organik ve inorganik kirlilikleri temizlemek, özel işlemlerden önce temiz bir yüzey hazırlamak olduğu kadar yüzey parçacıklarını da kaldırmaktır. Biriktirme aşamasından önce çevresel süreç ya da biriktirme çemberinden oluşabilecek kirlilik kaynaklarından kaçınmak gerekir. Kirlilik kaynağı oluşturan küçük parçacıkları etkili bir şekilde kaldırmak için basınçlı sıvı gazlar, ultrasonik ya da megasonik dalgalar kullanılır. Düşük iyonik seviyedeki bir yüzey temizleme maddesi yardımıyla birlikte mekaniksel çalışma etkili bir şekilde parçacıkların kaldırılmasına katkıda bulunabilir. Organik kirleticilerin izlerini kaldırmak ve kurutma sürecini hızlandırmak için kullanılan tipik sıvılar deiyonize su, çözücüler örneğin, izopropil alkol ve metanol gibi maddelerdir (Harsha, 2006).

Bu çalışmada altlık malzemesi olarak 23 mm×23 mm×1 mm ebatında 17 adet kuartz cam kullanılmıştır. Kuartz altlık üzerindeki organik ve anorganik kirlilikleri temizlemek amacıyla sırasıyla aşağıdaki kimyasal temizleme yöntemi uygulanmıştır (Xie ve ark. 2007):

- a) H₂O₂:H₂SO₄ (H₂O₂:H₂SO₄; 1:3) çözeltisinde 15 dakika bekletme,
- b) De-iyonize su içerisinde ultrasonik olarak 15 dakika yıkama,
- c) Etanol içerisinde ultrasonik olarak 15 dakika yıkama,
- d) Aseton içerisinde ultrasonik olarak 15 dakika yıkama,
- e) Kurutma.

3.2.3. Pota Temizliği

Pota türü olarak tungsten (W) pota kullanıldı. Potanın kimyasal temizliği için aşağıdaki adımlar sırasıyla uygulandı (Çetinkara, 2002):

- a) Aseton içerisinde ultrasonik olarak 10 dakika yıkama,
- b) Metanol içerisinde ultrasonik olarak 10 dakika yıkama,
- c) De-iyonize suda 5 dakika yıkama,
- d) Seyreltilmiş HF (De-iyonize su:HF; 10:1) çözeltisinde 5 dakika yıkama,
- e) De-iyonize suda 5 dakika yıkama,
- f) Kurutma.

3.2.4. Vakum Temizliği

Vakum sisteminin çıkarılmayan iç yüzeyleri biriktirme sürecindeki katmanlardan olabildiğince korunmalıdır. Mümkün durumlarda kaldırılabilir astarlar ve koruyucular

mutlaka kullanılmalıdır. Vakum temizliğinin birkaç aşamaları vardır. Bunlar çıkarma, temizleme ve uygun duruma getirmedir.

Çıkarma genellikle kimyasal ya da mekaniksel yollardan bir yüzeyden malzemelerin büyük bir miktarının kaldırılmasına verilen bir terimdir. Yüzeylerden biriken malzemelerin çıkarılması, birikme artışı süreçle ya da filmle karıştığında gerekli hale gelir. En basit çıkarma tekniği yapışkan bir bant uygulamak ve yüzeyde artan katmanı çekmektir.

Vakum yüzeylerinin temizliği, kullanılması ve saklanması için altlık yüzeylerinin hazırlanması daha dikkatle yapılmalıdır. Vakum sistem yüzeylerinin temizliğinde yüzey bakımı, gerekli yüzey alanı sınırlarında olmalıdır.

Yüzeyin uygun duruma getirilmesinin amacı biriktirme işleminden önce vakum yüzeylerinden kirliliklerin kaldırılmasıdır. Bu türler, açık ortamdaki yüzeylere maruz bırakılan yoğun bir şekildeki su buharı ve hidrokarbon buharlarıdır (Mattox, 1998).

Termal buharlaştırma sırasında vakum odasının duvarlarındaki havayla temas etmiş maddelerin filmlere kirlilik kaynağını oluşturmasını engellemek amacıyla vakum odası kimyasal maddeyle iyice temizlendi.

3.2.5. Filmlerin Hazırlanması

Buharlaştırma kaynağı olarak % 99.99 saflıkta tungsten trioksit (WO₃) kullanıldı. Kaplamalar Mustafa Kemal Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü laboratuarında bulunan fiziksel buharlaştırma sistemi PVD-Handy/3S'de (Şekil 3.4.) gerçekleştirildi. Tungsten potaya yerleştirilen WO₃ numunesi 130-140 amper akım şiddeti aralığında, $1 \times 10^{-4} - 3.2 \times 10^{-4}$ torr basınç altında 20 dakika süreyle kuartz altlık üzerine buharlaştırıldı ve 17 adet ince film elde edildi.



Şekil 3.4. Fiziksel Biriktirme Sistemi (PVD-Handy/3S)

3.2.6. Üretilen Filmlerin Tavlanması

Buharlaştırma işleminden sonra herbir film sırasıyla 200, 300, 400, 500, 600, 700 ve 800 °C ve 310-390 °C'lerde 1 saat tavlama firininda (Şekil 3.5.) tavlandı. Tavlanmamış ve tavlanan numuneler karakterizasyon için elmas keski ile 0.5×0.5 cm ve 1×2 cm'lik parçalara bölündü.



Şekil 3.5. Tavlama firini

3.2.7. Üretilen Filmlerin Morfolojik İncelemesi

Üretilen WO₃ metal oksit ince film yapıların morfoloji ve yapılarını incelemek için yüzey görüntüleri, ODTÜ Merkezi Laboratuarı AR-GE Eğitim ve Ölçme Merkezinde Vecoo marka MultiMode V model atomik kuvvet mikroskobu (AFM) (Şekil 3.6.) ile elde edildi.



Şekil 3.6. Atomik Kuvvet Mikroskobu

3.2.8. Üretilen Filmlerin Yapısal İncelemesi

Üretilen filmlerin yapısal karakterizasyonu Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesinde bulunan Cu K α kaynağı ile λ =1.540056 Å dalga boyunda X-ışını üretebilen Philips X'pert Pro X-ışını difraktometre (Şekil 3.7.) kullanılarak incelendi. Ölçümler, 20=20°-70° aralığında 0.05° adımlarla gerçekleştirildi.



Şekil 3.7. Üretilen filmlerin yapısal karakterizasyonunda kullanılan X-ışını difraktometresi (Philips X'pert Pro X-ışını difraktometresi Cu K α , λ =1.540056 Å)

3.2.9. Üretilen Filmlerin Elektriksel İncelemesi

Hazırlanan tungsten trioksit ince filmlerin akım-gerilim ölçümleri için Mustafa Kemal Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü laboratuarında bulunan KEITHLEY 6487 Picoampermeter/Voltage Source cihazı kullanıldı. Ölçüm için her bir ince filmden 1.2 mm aralıklı iletken telle kontak alındı. Filmler, sıcaklık kontrolü için termoçift kullanılan karanlık hücreye yerleştirildi. Filmler sırasıyla 30, 60, 90, 120 ve 150 °C'ye kadar ısıtılıp, bu sıcaklıklarda I-V ölçümleri alındı. I-V karakteristiklerinin belirlenebilmesi için, filmlere -10 V ile +10 V aralığında 0.5 V adımlarla gerilim uygulanarak filmlerden geçen akım değerleri ölçüldü. Veriler, Bölüm 1.2'de verilen kuramsal bilgiler ve bölümümüzde akım-gerilim ölçümleri için yararlanılan bilgisayar programı (Güven) kullanılarak analizleri gerçekleştirildi ve sonuçlar grafik olarak elde edildi.



Şekil 3.8. Keithley 6487 Pikoampermetre

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

4.1. Üretilen Yapıların Morfolojik İncelemesi

Fiziksel buhar biriktirme yöntemiyle üretilen WO₃ metal oksit ince film yapıların morfolojisi üzerine tavlama sıcaklığı etkisinin araştırılması amacıyla 200, 300, 400, 500, 600, 700 ve 800 °C sıcaklıklarda 1 saat tavlanan numunelerin 5 μ m ve 1 μ m tarama alan aralıklarındaki 2 ve 3 boyutlu atomik kuvvet mikroskobu (AFM) görüntüleri Şekil 4.1-8'de verilmiştir.



Şekil 4.1. Tavlanmamış WO₃ filme ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu c) 1 μ m d) 1 μ m 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri

Şekil 4.1.'de tavlanmamış filmlere ait AFM görüntüleri incelendiğinde, numunenin yüzeyinin 2.00-6.30 nm boyutlu taneciklerden oluşmuş düzgün bir yapıya sahip olduğu, tanecik sınırlarının belirgin olmadığı görülmektedir. Pürüzlülük için RMS değeri 0.725 nm olup, yüzey sabit, sürekli ve düzgündür. Tavlanmamış filmler için elde edilen sonuçlar, M. Gillet ve ark. (2002)'nın 2.50 nm yarıçaplı düzgün küçük kristallerden oluştuğu ve Jayatissa ve ark. (2005)'nın düşük yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğu bilgisiyle uyuşmaktadır.



Şekil 4.2. 200 °C'de tavlanan WO₃ filme ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu c) 1 μ m d) 1 μ m 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri

48



Şekil 4.3. 300 °C'de tavlanan WO₃ filme ait a) 5 μm b) 5 μm 3 boyutlu c) 1 μm d) 1 μm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri

Şekil 4.2.-3.'de 200 ve 300 °C'lerde tavlanan filmlere ait AFM görüntüleri incelendiğinde, filmlerin pürüzlü, sürekli bir yapıya sahip küçük taneciklerden oluştuğu görülmektedir. Film yüzeyindeki tanecikler, taranan bütün yüzey üzerine aynı yönlerde yönelmiş olup, sabit, belirli sınırlarla ayrılmış, çapları sırasıyla 2.00 ile 9.68 nm ve 4.00 ile 7.26 nm arasında değişen birbirinden bağımsız parçacıklardan oluşmaktadır. Pürüzlülük için RMS değerleri sırasıyla, 1.030 ve 0.896 nm'dir. Bulunan sonuçlar, Joraid ve ark. (2007)'nın 250 °C tavlamada yaklaşık 2.45 nm tanecik boyutlu

nanoyapılar görüldüğü, ince filmin düzenli yapısının iyi belirlenmiş tanecik sınırlarıyla iğne benzeri molekül kümeleri olarak tanımlamaları, 300 °C'de yaklaşık 4.30 nm olan tanecik boyutunun çok az arttığı bilgisiyle örtüşmektedir.





Şekil 4.4. 400 °C'de tavlanan WO3 filme ait a) 5 μm b) 5 μm 3 boyutlu c) 1 μm d) 1 μm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri



Şekil 4.5. 500 °C'de tavlanan WO₃ filme ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu c) 1 μ m d) 1 μ m 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri

Şekil 4.4.-5.'de 400 ve 500 °C'de tavlanan filmlere ait AFM görüntüleri incelendiğinde, filmlerdeki pürüzlülüğün çok az arttığı, tanecik sınırlarının kısmen belirli olduğu, tanecik boyutunun arttığı ve taneciklere ait tümseklerde azalma olduğu, çubuksu nano yapıların ön plana çıktığı görülmektedir. Sırasıyla tanecik boyutları 17.00 ile 17.40 nm ve 14.00 ile 15.90 nm arasında, pürüzlülük için RMS değerleri 1.990 ve 1.490 nm'dir. Veriler, Xie ve ark. (2007)'nın 400 °C'de film yüzeyinin tüm taralı alan

üzerine dağılmış farklı yarıçaplı büyük adacıkları kapsayan pek çok tanecikleri içerdiği, 500 °C'de bu adacıkların daha sönük ve bulanık biçimde oluştuğu, Joraid ve ark. (2007)'nın, 500 °C'de yüzeyin küresel yüzeylerden oluşan gözenekli bir yapıya sahip olduğu bilgisiyle uyum sağlamaktadır.



Şekil 4.6. 600 °C'de tavlanan WO₃ filme ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu c) 1 μ m d) 1 μ m 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri

Şekil 4.6.'da 600 °C'de tavlanan filme ait AFM görüntüleri incelendiğinde, filmin yüzey pürüzlülüğü önemli oranda azalıp, yapı göreli olarak kesikli hale gelmiş, yüzeyde derin vadiler oluşmuştur. Taneciklerin büyüklüğü 12.00 ile 18.00 nm arasında olup, pürüzlülük için RMS değeri 1.710 nm'dir. Tanecik sınırları belirgin olup, her bir tanecik farklı boyutlardaki mikro bölgelerden oluşmuştur. Elde edilen sonuçlar, Xie ve ark. (2007)'nın daha büyük tanecik boyutlu yüzeyin oluştuğu, Jayatissa ve ark. (2005)'nın film yüzeyinde büyük çatlak, vadi ve bazı yüzey pürüzlülüklerinin geliştiğini gözledikleri bilgisiyle örtüşmektedir.



Şekil 4.7. 700 °C'de tavlanan WO₃ filme ait a) 5 μ m b) 5 μ m 3 boyutlu c) 1 μ m d) 1 μ m 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri





0.0





Şekil 4.8. 800 °C'de tavlanan WO₃ filme ait a) 5 μm b) 5 μm 3 boyutlu c) 1 μm d) 1 μm 3 boyutlu tarama alanlı AFM görüntüleri

Şekil 4.7.-8.'de 700 ve 800 °C'de tavlanan filmlere ait AFM görüntüleri incelendiğinde, filmlerin tanecik büyüklüğü önemli oranda artarak filmin kesikli hale geldiği görülmektedir. Yüzey pürüzlülüğü diğer şartlara göre artmış olup, RMS değerleri sırasıyla 14.600 ve 24.100 nm'dir. Yüzeyde sırasıyla 25.00 ile 93.80 nm ve

17.00 ile 166.00 nm arasında olan tanecikler vardır. Bulunan sonuçlar, Joraid ve ark. (2007)'nın artan tavlama sıcaklığıyla tanecik boyutlarının önemli şekilde arttığı bilgisini desteklemektedir.

Şekil 4.9.'da ortalama tanecik boyutunun tavlama sıcaklığına göre grafiği verilmiştir.



Şekil 4.9. Tanecik boyutunun tavlama sıcaklığına göre grafiği.

Herbir tavlama sıcaklığı için verilen tane büyüklüğü ve pürüzlülük için RMS değerleri Image Plus programı kullanılarak belirlenmiştir. Tavlanmamış, 200 ve 300 °C'lerde tavlanan filmlerin yüzeylerinin sabit, nano yapılı küçük taneciklerden meydana geldiği, taneciklerin tüm yüzey üzerine homojen ve düzgün olarak yayıldığı görülmektedir. Artan tavlama sıcaklığıyla yüzey pürüzlülüğünün arttığı, film yüzeyindeki tanecik boyutlarının gittikçe büyüyerek belirgin hale geldiği, taneciklerin yüzey üzerine rastgele ve aralıklı olarak dağıldığı ve yüzeyin homojen olmadığı, yapının süreklilikten kesikliliğe doğru gidip, pürüzlülüğün belirgin şekilde ortaya çıktığı görülmektedir.



a)









Şekil 4.10. a) Tavlanmamış b)
200 c) 300 d) 400 e) 500 f) 600 g) 700 h) 800 °C'ler
de tavlanan numuneler

Ayrıca tavlama sıcaklığıyla birlikte filmlerde renk değişimi meydana gelmiştir. İnce filmlerde meydana gelen bu renklenmeler, teorik bilgide açıklanan yarıiletkenlerde kuantum sınırlama etkisinden kaynaklanmaktadır. Buna göre, tavlanmamış film mavi renkte, 200 ve 300 °C'de tavlanan filmler kum renginde, 400 ve 500 °C'de tavlanan filmler açık mor renkte, 600 °C'de tavlanan sarı-yeşil renkte, 700 °C'de açık sarı ve 800 °C'de tavlanan film ise mat görünümlü sarı renkte oluşmuştur. Elde edilen bu bilgilerin, Jayatissa ve ark. (2005)'nın üretilen filmlerin mavi renge sahip olduğu, filmlerin 300 °C'nin üzerinde tavlandığında sarımsı hale geldiği literatür bilgisiyle uyumlu olduğu görülmektedir.

4.2. Üretilen Filmlerin Yapısal incelemesi

Üretilen WO_3 ince filmlerin Miller indislerine göre tane boyutları Çizelge 4.1'de verilmiştir. Veriler, Denklem (3.3)'de verilen Scherrer formülü kullanılarak hesaplanmış ve elde edilen değerler incelendiğinde, artan tavlama sıcaklığıyla birlikte tane boyutu değerlerinin arttığı görülmektedir.

	Tane boyutu (nm)		
Numune	200	202	142
Tavlanmamış	-	-	-
200 °C'de tavlanan	-	-	-
300 °C'de tavlanan	-	-	-
400 °C'de tavlanan	19.26	10.56	12.72
500 °C'de tavlanan	38.40	12.68	25.37
600 °C'de tavlanan	46.12	15.88	-
700 °C'de tavlanan	57.73	21.10	-
800 °C'de tavlanan	76.84	21.20	38.29

Çizelge 4.1. Üretilen yapıların Scherrer formülü ile hesaplanan Miller indislerine göre tane boyutu değerleri

Üretilen ince film numunelerinin tavlanmamış, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800 °C ve 310-390 °C sıcaklık aralıklarındaki tavlamalara ait kristalografik yapı incelemeleri X-ışını difraktometre cihazı ile $2\theta=20^{\circ}-70^{\circ}$ aralığında 0.05° açı adımlarında alınmıştır. Üretilen bu numunelere ait XRD desenleri Şekil 4.11-27'de verilmiştir.



Şekil 4.11. Tavlanmamış şartlarda üretilen numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.12. 200 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.13. 300 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.14. 310 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.15. 320 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri

Şekil 4.11-15.'de tavlanmamış, 200, 300, 310 ve 320 °C tavlama şartlarında üretilen numunelerin XRD desenleri incelendiğinde filmlere ait pikler görülmemekte, dolayısıyla filmler bu şartlarda amorf yapıdadır.



Şekil 4.16. 330 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.17. 340 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.18. 350 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.19. 360 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.20. 370 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri


Şekil 4.21. 380 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.22. 390 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.23. 400 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.24. 500 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.25. 600 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.26. 700 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri



Şekil 4.27. 800 °C sıcaklıkta tavlanan numuneye ait XRD desenleri

Şekil 4.16-27'de 330-800 °C tavlama şartlarında üretilen numunelerin XRD desenleri incelendiğinde $2\theta = 24.86^{\circ}$, 34.72° , 42.11° , 50.37° ve 56.46° değerlerinde pikler verdiği görülür. Bu değerler Uluslar arası Toz Numune Difraksiyon Komitesi (JCPDS)'nin 83-0950 koleksiyon numarası ile tanımlanan WO₃ monoklinik yapı pikleriyle uyumluluk göstermektedir. Referans ve deneysel sonuçlar için farklı açı değerleri ve buna karşılık gelen (hkl) düzlemleri Çizelge 4.2.'de verilmiştir.

2θ (de	(hkl)	
Referans değerler	Deneysel değerler	(IIKI)
24.33	24.86	200
34.08	34.72	202
41.85	42.11	222
49.62	50.37	040
54.57	54.46	142

Çizelge 4.2. WO₃'ın X-ışını kırınım deseninde piklere karşılık gelen referans ve deneysel açı değerleri ve (hkl) düzlemleri

Şiddet (sayım/saniye) (a.u.)



Şekil 4.28. Tavlanmamış - 800 °C sıcaklıklarda tavlanan numunelerin XRD desenleri



Şiddet (sayım/saniye) (a.u.)

2θ (Derece)

Şekil 4.29. 310 - 390 °C sıcaklıklarda tavlanan numunelerin XRD desenleri

Şekil 4.28'de verilen XRD desenleri incelendiğinde ve Çizelge 4.3.'de hesaplanan örgü parametreleri referans değerlerle karşılaştırıldığında 500 °C'de tavlanan numunenin en iyi kristal yapıya ve yönelimlere sahip olduğu ve bunu sırasıyla 400 ve 800 °C'lerde tavlanan numunelerin takip ettiği görülmektedir.

		()	1 (8)	c (Å)	(hkl)		
		a (A)	D (A)		200	202	142
Refarans		7 211	7 603	7 712	2 811	2 625	1 824
Değerler ¹ (Å)		7.311	7.005	1.115	5.044	2.025	1.024
	Tavlanmamış	-	-	-	-	-	-
	200 °C	-	-	-	-	-	-
	300 °C	-	-	-	-	-	-
	310 °C	-	-	-	-	-	-
	320 °C	-	-	-	-	-	-
	330 °C	7.345	-	7.748	3.880	2.674	-
	340 °C	7.341	7.637	7.745	3.877	2.671	1.855
Hesanlanan	350 °C	7.338	-	7.740	3.874	2.662	-
Değerler (Å)	360 °C	7.335	7.630	7.736	3.872	2.659	1.845
Degener (II)	370 °C	7.332	7.626	7.734	3.869	2.644	1.844
	380 °C	7.331	7.623	7.733	3.865	2.643	1.841
	390 °C	7.326	7.622	7.731	3.864	2.640	1.839
	400 °C	7.324	7.615	7.720	3.856	2.634	1.833
	500 °C	7.314	7.611	7.722	3.853	2.629	1.828
	600 °C	7.317	-	7.728	3.849	2.639	-
	700 °C	7.316	-	7.725	3.859	2.636	-
	800 °C	7.321	7.619	7.717	3.862	2.632	1.836

Çizelge 4.3. Tavlanmamış ve tavlanan numunelerin $\beta = 91.137^{\circ}$ için hesaplanan örgü parametreleri ve atomik düzlemler arası uzaklıklarının standart değerlerle karşılaştırılması

¹ Referans değerleri 1 atm. basınç altında ve 23 °C'de alınan değerlerdir.

68

Şekil 4.29'da verilen XRD desenleri incelendiğinde ise WO₃ ince filmlerde kristallenmenin 330 °C tavlama sıcaklığında meydana geldiği görülmekte olup, bu değer Xu ve ark. (1990)'nın tungsten trioksit ince filmlerde amorf yapıdan kristal yapıya geçişin 330 °C'de meydana geldiği bilgisini desteklemektedir.

Ayrıca, farklı tavlama sıcaklıklarına göre numuneler verdikleri 2θ pik derecelerinden çok az miktar sapmakta, bu durum tavlamayla meydana gelen WO_{3-x} şeklindeki oksijen eksikliğinden kaynaklanmaktadır. Şekil 4.1-8'de verilen numunelere ait AFM görüntülerinden, Mitsugi ve ark. (2003)'nın bulduğu sonuçlar ve artan tavlama sıcaklığıyla birlikte oksijen eksikliğinden oluşan kesikli bir yapının görülmesi bu bilgileri desteklemektedir.

Üretilen numunelere ait XRD pikleri incelendiğinde tavlanmamış, 200, 300, 310 ve 320 °C'lerde tavlanan filmlerde keskin pikler gözlenmemekte, dolayısıyla numunelerin amorf yapıda olduğu görülmektedir. 330 °C ve daha üst tavlama sıcaklıklarında 24, 34 ve 56° açı değerlerinde keskin pikler gözlenmekte, literatür bilgileri incelendiğinde numunenin bu sıcaklık aralıklarında monoklinik fazda kristalleştiği görülmektedir. Ayrıca, Çizelge 4.3. incelendiğinde üretilen numunelerin örgü parametreleri ve düzlemler arası uzaklıkların monoklinik değerlerle uyumlu olduğu anlaşılmaktadır. Çizelge 4.3.'e göre, literatür değerlerine en yakın deneysel değerlerin 500 °C'de tavlanan numuneye ait olduğu, dolayısıyla numunenin en iyi kristalize olduğu tavlama sıcaklığı 500 °C olup, bu sıcaklıkta 4 adet pik görülmekte ve piklerin şiddetleri diğer sıcaklıklara göre maksimum seviyede olmaktadır. Elde edilen XRD sonuçlarının, Epifani ve ark. (2009)'nın filmlerin 100, 200 ve 300 °C'lerde amorf yapıda, 400 ve 500 °C'lerde ise kristal bir yapıda olduğu, gözlenen piklerin triklinik ve monoklinik bir kristalografik fazlara ait olabileceği, Khatko ve ark. (2007)'nın tavlamasız filmlerin amorf yapıda olduğu, 400 °C tavlamadan sonra filmlerde Pc uzay grubuyla tanımlanan monoklinik fazın gözlendiği, monoklinik fazın 400'den 800 °C'ye kadarki sıcaklık aralığı için sabit olduğu, Jayatissa ve ark. (2005)'nın üretilen filmlerin amorf benzeri bir yapıya sahip olduğu, 200 °C tavlamada kristalleşmenin çok küçük oluştuğu, 400 °C ve üzerinde polikristal bir yapı gözlendiği, 500 ve 600 °C'lerde ise filmlerin tamamen kristal bir yapıya sahip olduğu, WO₃ filmlerde nanokristal bir yapı için kritik sıcaklığın 300 °C olduğu, Jyh-Jier Ho (2003)'nun filmlerin 400 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda iyi kristalize olduğu, Hutchins ve ark. (2006)'nın üretilen filmlerin doğada amorf yapıya sahip olduğu ve piklerin 20=23° etrafında geniş bir alana yayıldığı, filmlerin 723 K'de tavlandığında 4 pikli yeni kırınım deseni görüldüğü, bu piklerin monoklinik faza ait olduğu literatür bilgileriyle uyumlu olduğu görülmektedir.

4.3. Üretilen Filmlerin Elektriksel Özellikleri

Üretilen WO₃ ince filmlerin tavlanmamış, 200, 300, 400, 500, 600, 700 ve 800 ^oC tavlama sıcaklıklarına göre elektriksel özelliklerinin incelenmesi amacıyla karanlık ortamda 30, 60, 90, 120 ve 150 ^oC sıcaklıklarında akım-gerilim ölçümleri yapılmıştır. Şekil 4.30-37'de elde edilen bu numunelere ait akımın (A) gerilime karşı (V) ve buna bağlı olarak direnç (Ω)-tavlama sıcaklığı (^oC) grafikleri çizilmiştir.



Şekil 4.30. Tavlanmamış şartlarda üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T) grafiği.



Şekil 4.31. 200 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T) grafiği.



Şekil 4.32. 300 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T) grafiği.



Şekil 4.33. 400 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T) grafiği.



Şekil 4.34. 500 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T) grafiği.



Şekil 4.35. 600 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T) grafiği.



Şekil 4.36. 700 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T) grafiği.



Şekil 4.37. 800 °C tavlamada üretilen numunenin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C sıcaklıklarında a) akım-gerilim (I-V), b) direnç-sıcaklık (R-T) grafiği.

		Sıcaklık (°C)					
	Numune sıcaklığı	30	60	90	120	150	
	Tavlanmamış	4.47E+10	2.15E+10	6.87E+09	2.60E+09	1.69E+09	
	200 °C'de tavlanan	2.43E+11	6.81E+10	4.00E+10	2.28E+10	8.31E+09	
	300 °C'de tavlanan	2.98E+11	1.64E+11	8.02E+10	2.27E+10	1.44E+10	
(<mark>0</mark>)	400 °C'de tavlanan	9.94E+10	6.97E+09	1.78E+09	4.68E+08	1.66E+08	
Direnç	500 °C'de tavlanan	3.51E+07	1.68E+07	9.42E+06	6.30E+06	4.96E+06	
	600 °C'de tavlanan	9.25E+09	2.24E+09	6.13E+08	1.51E+08	6.21E+07	
	700 °C'de tavlanan	1.25E+08	7.20E+07	3.60E+07	2.23E+07	1.12E+07	
	800 °C'de tavlanan	2.59E+09	1.04E+09	5.78E+08	3.60E+08	2.12E+08	

Çizelge 4.4. Tavlanmamış, 200, 300, 400, 500, 600, 700 ve 800 °C'lerde tavlanan WO₃ ince film numunelerinin 30, 60, 90, 120 ve 150 °C'deki direnç değerleri

Üretilen WO₃ ince film numunelere ait akım gerilim ve direnç sıcaklık grafikleri incelendiğinde, akımla gerilim arasında doğrusal bir ilişki olduğu görülmekte, akım artan ölçüm sıcaklığına göre düzgün bir şekilde artmaktadır. Akım değerleri 500 °C tavlamada en büyük, 300 °C tavlamada en küçük değerleri almıştır. Direnç değerleri ölçüm yapılan sıcaklıkla ilişkili olarak, artan ölçüm sıcaklığıyla üstel olarak azalmakta ve filmin iyi bir metal oksit yarıiletken yapısına sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca, direnç değerleri 500 °C tavlamada en küçük, 300 °C tavlamada ise en büyük değerleri almıştır. Bulunan sonuçlar, Ghimbeu ve ark. (2007)'nın akımla gerilim arasında doğrusal bir ilişki olduğu, uygulanan \pm 5V'a karşılık akım değerlerinin 10⁻⁷ A mertebesinde olduğu, ayrıca çizilen direnç-sıcaklık grafiğine göre direncin artan sıcaklıkla üstel olarak azaldığı, direnç değerlerinin $1-6 \times 10^8 \Omega$ aralığında değiştiği, Yu-De ve ark. (2001)'nın direncin artan sıcaklıkla üstel olarak azaldığını, direnç değerlerinin 10^7 ile $10^4 \Omega$ arasında değiştiği literatür bilgileriyle hemen hemen aynıdır.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada termal buharlaştırma yöntemiyle kuartz altlıklar üzerine WO₃ ince filmler elde edilmiş, üretilen filmlerin tavlama sıcaklığına bağlı olarak yüzey morfolojisi, kristalografik yapısı ve elektriksel özellikleri incelenmiştir.

Tavlama sıcaklığının, filmlere ait yüzey morfolojisi, kristalografik yapısı ve elektriksel özelliklerine olan etkisinin araştırılması amacıyla üretilen numuneler 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800 °C ve 310-390 °C'lerde 1 saat tavlanmışlardır.

Tavlama sıcaklığının elektriksel özellikleri üzerine etkisini incelemek amacıyla üretilip tavlanan filmlerin karanlık ortamda 30, 60, 90, 120 ve 150 °C'lerde akımgerilim (I-V) ve direnç-sıcaklık (R-T) ölçümleri yapılmıştır.

Termal buharlaştırma yöntemiyle elde edilen ince film yapıların yüzey morfolojisi üzerine tavlama sıcaklığının etkisinin araştırılabilmesi için numunelerin AFM görüntüleri incelenmiş ve filmlerin tavlanmamış durumdan artan tavlama sıcaklıklarına doğru çıkıldıkça film yüzeyindeki tanecik boyutlarının gittikçe büyüyerek belirgin olmaktan çıkıp, tüm yüzey üzerine homojen ve düzgün olarak yayıldığı, yapının süreklilikten kesikliliğe doğru gidip, pürüzlülüğün arttığı görülmüştür. Tavlama sıcaklığıyla birlikte filmlerde renk değişimi meydana gelmekte olup, tavlanmamış durumdan artan tavlama sıcaklıklarına doğru sırasıyla mavi, kum rengi, açık mor, sarıyeşil ve açık sarı renkte filmlerin oluştuğu gözlemlenmiştir.

Tavlanmamış ve 1 saat tavlanan filmlerin kristalografik yapı incelemeleri X-ışını difraktometre cihazı ile 20=20°-70° aralığında yapılmıştır. XRD desenleri incelendiğinde filmlerin tavlanmamış, 200, 300, 310 ve 320 °C tavlama şartlarında amorf, 330 ve daha üst tavlama şartlarında ise kristal yapıda olduğu, en iyi kristallenme durumunun 500 °C tavlamada olduğu görülmektedir. Numunelerin 320 °C'den 330 °C'ye geçişte kristalize olması, WO₃ bileşiğinin 330 °C'de kristalize olduğu literatür değeriyle uyumlu olduğunu göstermektedir. Pikler incelendiğinde kristal yapının monoklinik fazda kristalleştiği, bu verilerin Uluslar arası Toz Numune Difraksiyon Komitesi (JCPDS)'nin 83-0950 koleksiyon numarası ile tanımlanan WO₃ monoklinik yapı pikiyle uyumluluk gösterdiği tespit edilmiştir.

Üretilip tavlanan filmlerin elektriksel özelliklerinin incelenmesi amacıyla filmler karanlık ortamda ve 30-150 °C sıcaklık aralığında akım-gerilim ve direnç-sıcaklık

ölçümleri incelenmiş, karşılaştırmaları yapılmıştır. Akım-gerilim grafiğinde ±10V aralığında hesaplanan akım değerleri ve direnç-sıcaklık grafiğinde direnç değerlerinin literatürle uyumlu olduğu görülmüştür. Ayrıca ölçüm sıcaklığının artışı ile filmlerin direnç değerlerinin yarıiletken davranışına uygun şekilde üstel olarak azalma gösterdiği tespit edilmiş, direnç değerleri 500 °C tavlamada en küçük, 300 °C tavlamada ise en büyük değerleri almıştır.

Elde edilen sonuçlara göre, üretilen WO₃ metal oksit ince filmlerden 500 °C'de tavlanan numune en iyi kristal yapıya sahip olup, diğer şartlara göre iyi bir yarıiletken davranışı göstermektedir.

Bundan sonraki çalışmalar, WO₃ metal oksit ince filmlerin gaz algılama özelliklerinin incelenmesi şeklinde geliştirilebilir. Metal oksidin çeşidi değiştirilerek, farklı metal oksit ince filmler için çalışma tekrar edilebilir.

KAYNAKLAR

- Aguir, K., Lemire, C., Lollman, D. B. B., 2002. Electrical properties of reactively sputtered WO₃ thin films as ozone gas sensor. **Sensor and Actuators B**, 84; 1-5.
- Akiyama, M., Tamaki, J., Miura, N., Yamazoe, N., 1991. Tungsten oxide-based semiconductor sensor highly sensitive to NO and NO₂. Chemistry Letters, 20; 1611-1614.
- Anonim, 2010. http://www.msm.cam.ac.uk/ascg/materials/photocatalysis/wo3crystal.gif
- Anonim, 2010. http://www.theory.nipne.ro/~dragos/Solid/Bravais_table.jpg
- Boulmani, R., Bendahan, M., Lambert-Mauriat, C., Gillet, M., Aguir, K., 2007. Correlation between rf-sputtering parameters and WO₃ sensor response towards ozone. **Sensor and Actuators B**, 125; 622-627.
- Brescacin, E., Basato, M., Tondello, E., 1999. Amorphous WO₃ films via chemical vapor deposition from metallorganic precursors containing phosphorus dopant. **Chemistry of Materials,** 11; 314-323.
- Bunshah, R.F., 1994. Handbook of deposition technologies for films and coatings, Noyes Publication, 888 s., New Jersey.
- Cantalini, C., Atashbar, M. Z., Li, Y., Ghantasala, M. K., Santucci, S., Wlodarski, W., Passacantando, M., 1999. Characterization of sol-gel prepared WO₃ thin films as a gas sensor. Journal of Vacuum Science & Technology, 17; 1873-1879.
- Chen, H., Chou, Y., Chu, C., 2002. A novel high-sensitive Pd/ InP hydrogen sensor fabricated by electroless plating. Sensors and Actuators B, 85; 10-18.
- Coles, G. S. V., Gallagher, K. J., Watson, J., 1985. Fabrication and preliminary tests on tin (IV) oxide-based gas sensors. Sensors and Actuators, 7; 89-96.
- Comini, E., Pandolfi, L., Kaciulis, S., Faglia, G., Sberveglieri, G., 2007. Correlation between atomic composition and gas sensing properties in tungsten-iron oxide thin films. Sensor and Actuators B, 127; 22-28.
- Cotton, F. A., Wilkinson, G., 1988. Advanced Inorganic Chemistry, Wiley, 1259 s, New York.
- Çetinkara, H. A., 2002. Doktora Tezi. Kırıkkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırıkkale.
- Deniz, D., Frankel, D. J., Lad, R. J., 2009. Nanostructured tungsten and tungsten trioxide films prepared by glancing angle deposition. **Thin Solid Films,** 26906; 1-5.
- Epifani, M., Arbiol, J., Díaz, R., Andreu, T., Siciliano, P., Morante, J. R., 2009. Morphological and structural characterization of WO₃ and Cr-WO₃ thin films synthesized by sol-gel process. **Thin Solid Films**, 27027; 1-3.
- Fonzo, F. D., Bailini, A., Russo, V., Baserga, A., Cattaneo, D., Beghi, M. G., Ossi, P. M., Casari, C. S., Bassi, A. L., Bottani, C. E., 2006. Synthesis and characterization of tungsten and tungsten oxide nanostructured films. Catalysis Today, 116; 69–73.
- Gabouze, N., Belhousse, S., Cheraga, H., Ghellai, N., Ouadah, Y., Belkacem, Y., Keffous, A., 2006. CO₂ and H₂ detection with a CH_x/porous silicon-based sensor. **Vacuum**, 80; 986-989.
- Gardner, J. W., Bartlett, P. N., 1999. Electronic Noses: Principles and Applications, Oxford University. Press, 245 s, USA.

- Ghimbeu, C. M., Landschoot, R. C., Schoonman, J., Lumbreras, M., 2007. Tungsten trioxide thin films prepared by electrostatic spray deposition technique. **Thin Solid Films**, 515; 5498-5504.
- Gillet, M., Aguir, K., Bendahan, M., Mennini, P., 2005. Grain size effect in sputtered tungsten trioxide thin films on the sensitivity to ozone. **Thin Solid Films**, 484; 358-363.
- Gillet, M., Al-Mohammad, A., Lemire, C., 2002. Microstructural analysis of WO₃ thin films on alumina substrates. **Thin Solid Films,** 410; 194-199.
- Granqvist, C. G., 2000. Electrochromic tungsten oxide films: Review of progress 1993-1998. Solar Energy Materials & solar Cells, 60; 201-262.
- Guo, D. Z., Yu-Zhang, K., Gloter, A., Zhang, G. M., Xue, Z. Q., 2004. Synthesis and characterization of tungsten oxide nanorods. Journal Materials Research, 19; 3665-3670.
- Harsha, K. S. S., 2006. Principles of physical vapor deposition of thin films, Elsevier Ltd., 1160 s., Great Britain.
- Ho, J., 2003. Novel nitrogen monoxides (NO) gas sensors integrated with tungsten trioxide (WO₃)/pin structure for room temperature operation. **Solid-State Electronics**, 47; 827-830.
- Hook, J. R., Hall, H. E., 1999. Solid state physics. (F. Köksal, M. Dinçer, M. Altunbaş, E. Başaran, Editör). Katıhal fiziği. Literatür yayıncılık, 467 s., İstanbul.
- Huang, J., Hsu, W., Chen, Y., Wang, T., Lin, K., Chen, H., Liu, W., 2006. Comparison of hydrogen sensing characteristics for Pd/GaN and Pd/Al_{0.3}Ga_{0.7}As Schottky diodes. **Sensors and Actuators B**, 117; 151-158.
- Hutchins, M. G., Abu-Alkhair, O., El-Nahass, M. M., Abd El-Hady, K., 2006. Structural and optical characterisation of thermally evaporated tungsten trioxide (WO₃) thin films. **Materials Chemistry and Physics**, 98; 401-405.
- Hutchins, M. G., Abu-Alkhair, O., El-Nahass, M. M., Abdel-Hady, K., 2007. Electrical conductivity and dielectric relaxation in non-crystalline. Journal of Non-Crystalline Solids, 353; 4137-4142.
- Inoue, T., Ohtsuka, K., Yoshida, Y., Matsuura, Y., Kajiyama, Y., 1995. Metal oxide semiconductor NO₂ sensor. Sensor and Actuators B, 25; 388-391.
- Jayatissa, A. H., Dadi, A., Aoki, T., 2005. Nanocrystalline WO₃ films prepared by twostep annealing. **Applied Surface Science**, 244; 453-457.
- Jiménez, I., Arbiol, J., Dezanneau, G., Cornet, A., Morante, J. R., 2003. Crystalline structure, defects and gas sensor response to NO₂ and H₂S of tungsten trioxide nanopowders. Sensor and Actuators B, 93; 475-485.
- Joraid, A. A., Alamri, S. N., 2007. Effect of annealing on structural and optical properties of WO₃ thin films prepared by electron-beam coating. **Physica B**, 391; 199-205.
- Khatko, V., Vallejos, S., Calderer, J., Llobet, E., Vilanova, X., Correig, X., 2007. Gas sensing properties of WO₃ thin films deposited by rf sputtering. **Sensor and** Actuators B, 126; 400-405.
- Kim, T. S., Kim, Y. B., Yoo, K. S., Sung, G. S., Jung, H. J., 2000. Sensing characteristics of dc reactive sputtered WO₃ thin films as an NO_x gas sensor. **Sensor and Actuators B**, 62; 102-108.
- Kimura, Y., Kaito, C., 2003. Characteristic crystal growth from amorphous WO₃ film by vacuum heating. Journal of Crystal Growth, 250; 450-457.

- Kittel, C., 1996. Introduction to Solid State Physics. (B. Karaoğlu, Editör). Katıhal fiziğine giriş. Güven kitap yayın, 434 s., İstanbul.
- Lassner, E., Schubert, W., 1998. Tungsten: Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds, Kluwer Academic / Plenum Publishers, 434 s., USA.
- Lee, K. H., Fang, Y. K., Lee, W. J., Ho, J. J., Chen, K. H., Liao, K. C., 2000. Novel electrochromic devices (ECD) of tungsten oxide (WO₃) thin film integrated with amorphous silicon germanium photodetector for hydrogen sensor. Sensor and Actuators B, 69; 96-99.
- Lee, W. J., Fang, Y. K., Ho, J., Hsieh, W. T., Ting, S. F., Huang, D., Ho, F. C., 2000. Effects of surface porosity on Tungsten trioxide(WO₃) films' electrochromic performance. Journal of Electronic Materials, 29; 183-187.
- Legore, L. J., Lad, R. J., Moulzolf, S. C., Vetelino, J. F., Frederick, B. G., Kenik, E. A., 2002. Defects and morphology of tungsten trioxide thin films. **Thin Solid Films**, 406; 79-86.
- Lemire, C., Lollman, D. B. B., Mohammad, A. A., Gillet, E., Aguir, K., 2002. Reactive R.F. magnetron sputtering deposition of WO₃ thin films. **Sensor and Actuators B**, 84; 43-48.
- Lethy, K. J., Beena, D., Vinod Kumar, R., Mahadevan Pillai, V. P., Ganesan, V., Sathe, V., 2008. Structural, optical and morphological studies on laser ablated nanostructured WO₃ thin films. **Applied Surface Science**, 254; 2369-2376.
- Li, S., El-Shall, M. S., 1999. Synthesis and characterization of photochromic molybdenum and tungsten oxide nanoparticles. NanoStractured Materials, 12; 215-219.
- Luther, B. P., Wolter, S. D., Mohney, S. E., 1999. High temperature Pt Schottky diode gas sensors on n-type GaN. Sensors and Actuators B, 56; 164-168.
- Maekawa, T., Tamaki, J., Miura, N., Yamazoe, N., 1992. Gold-loaded tungsten oxide sensor for detection of ammonia in air. Chemistry Letters, 21; 639-642.
- Marquis, B. T., Vetelino, J. F., 2001. A semiconducting metal oxide sensor array for the detection of NO_x and NH₃. **Sensor and Actuators B**, 77; 100-110.
- Mattox, D. M., 1998. Handbook of physical vapor deposition (pvd) processing, Noyes Publications, 945 s., New Jersey.
- Mazet, L., Varenne, C., Pauly, A., Brunet, J., Germain, J. P., 2004. H₂, CO and high vacuum regeneration of ozone poisoned pseudo-Schottky Pd–InP based gas sensor. **Sensors and Actuators B**, 103; 190-199.
- Mitsugi, F., Hiraiwa, E., Ikegami, T., Ebihara, K., 2003. Pulsed laser deposited WO₃ thin films for gas sensor. **Surface & Coatings Technology**, 169/170; 553-556.
- Ohring, M., 1992. The materials science of thin films, Academic Press, 704 s., USA.
- Omar, M. A., 1993. Elementary solid state physics, Addison-Wesley Publishing, 669 s., USA.
- Patel, K. J., Panchal, C. J., Kheraj, V. A., Desai, M. S., 2009. Growth, structural, electrical and optical properties of the thermally evaporated tungsten trioxide (WO₃) thin films. Materials Chemistry and Physics, 114; 475-478.
- Patnaik, P., 2002. Handbook of Inorganic Chemicals, McGraw-Hill, 1086 s., USA.
- Ponzoni, A., Comini, E., Ferroni, M., Sberveglieri, G., 2005. Nanostructured WO₃ deposited by modified thermal evaporation for gas-sensing applications. Thin Solid Films, 490; 81-85.

- Pyper, O., Schöllhorn, R., Donkers, J. J. T. M., Krings, L. H. M., 1998. Nanocrystalline structure of WO₃ thin films prepared by the sol-gel technique. Materials Research Bulletin, 33; 1095-1101.
- Ramana, C. V., Utsunomiya, S., Ewing, R. C., Julien, C. M., Becker, U., 2006. Structural stability and phase transitions in WO₃ thin films. Journal Physics Chemistry B, 110; 10430-10435.
- Regragui, M., Addou, M., El Idrissi, B., Bernède, J. C., Outzourhit, A., Ec-chamikh, E., 2001. Effect of the annealing time on the physico-chemical properties of WO₃ thin films prepared by spray pyrolsis. Materials Chemistry and Physics, 70; 84-89.
- Regragui, M., Jousseaume, V., Addou, M., Outzourhit, A., Bernéde, J. C., El Idrissi, B., 2001. Electrical and optical properties of WO₃ thin films. Thin Solid Films, 397; 238-243.
- Rougier, A., Portemer, F., Quédé, A., El Marssi, M., 1999. Characterization of pulsed laser deposited WO₃ thin films for electrochromic devices. **Applied Surface Science**, 153; 1–9.
- Schweizer-Berberich, M., Strathmann, S., Weimar, U., Sharma, R., Seube, A., Peyre-Lavigne, A., Göpel, W., 1999. Strategies to avoid VOC cross-sensitivity of SnO₂-based CO sensors. **Sensor and Actuators B**, 58; 318-324.
- Shankar, N., Yu, M., Vanka, S. P., Glumac, N. G., 2006. Synthesis of tungsten oxide (WO₃) nanorods using carbon nanotubes as templates by hot filament chemical vapor deposition. Materials Letters, 60; 771-774.
- Shieh, J., Feng, H. M., Hon, M. H., Juang, H. Y., 2002. WO₃ and W-Ti-O thin-film gas sensors prepared by sol-gel dip-coating. **Sensor and Actuators B**, 86; 75-80.
- Shimizu, K., Kashiwagi, K., Nishiyama, H., Kakimoto, S., Sugaya, S., Yokoi, H., Satsuma, A., 2008. Impedancemetric gas sensor based on Pt and WO₃ co-loaded TiO₂ and ZrO₂ as total NO_x sensing materials. Sensor and Actuators B, 130; 707-712.
- Sivakumar, R., Gopalakrishnan, R., Jayachandran, M., Sanjejviraja, C., 2007. Preparation and characterization of electron beam evaporated WO₃ thin films. **Optical Materials**, 29; 679-687.
- Solis, J. L., Saukko, S., Kish, L., Granqvist, C. G., Lantto, V., 2001. Semiconductor gas sensors based on nanostructured tungsten oxide. Thin Solid Films, 391; 255-260.
- Stankova, M., Vilanova, X., Llobet, E., Calderer, J., Bittencourt, c., Pireaux, J. J., Correig, X., 2005. Influence of the annealing and operating temperatures on the gas-sensing properties of rf sputtered WO₃ thin-films sensors. Sensor and Actuators B, 105; 271-277.
- Stankova, N. E., Atanasov, P. A., Stanimirova, T. J., Dikovska, A. O., Eason, R. W., 2005. Thin (001) tungsten trioxide films grown by laser deposition. Applied Surface Science, 247; 401-405.
- Sun, M., Xu, N., Cao, Y. W., Wang, E. C., 2000. A nanocrystalline tungsten oxide thin film: preparation, microstructure, and photochromic behavior. Journal of Materials Research, 15; 927-933.
- Suryanarayana, C., Grant, Norton, M., 1998. X-Ray Diffraction. Plenum Press, 273 s., USA.
- Tägtström, P., Jansson, U., 1999. Chemical vapour deposition of epitaxial WO₃ films. **Thin Solid Films**, 352; 107-113.

- Talazac, L., Barbarin, F., Varenne, C., Mazet, L., Pellier, S., Soulier, C., 2002. Gas sensing properties of pseudo-Schottky diodes on p-type indium phosphide substrates: Application to O₃ and NO₂ monitoring in urban ambient air. Sensors and Actuators B, 83; 149-159.
- The Merck Index, 2006. "Tungsten trioxide".
- Trinchi, A., Kaciulis, S., Pandolfi, L., Ghantasala, M. K., Li, Y. X., Wlodarski, W., Viticoli, S., Comini, E., Sberveglieri, G., 2004. Characterization of Ga₂O₃ based MRISiC hydrogen gas sensors. Sensors and Actuators B, 103; 129-135.
- Vallejos, S., Khatko, V., Calderer, J., Gracia, I., Cané, C., Llobet, E., Correig, X., 2008. Micro-machined WO₃-based sensors selective to oxidizing gases. Sensor and Actuators B, 132; 209-215.
- Van Driel, A. F., Allan, G., Delerue, C., Lodahl, P., Vos, W. L., Vanmaekelbergh, D., 2005. Frequency-Dependent Spontaneous Emission Rate from CdSe and CdTe Nanocrystals:Influence of Dark States. Physical Review Letters, 95; 236804(1)-(4).
- Wang, Y., Wu, X., Su, Q., Li, Y., Zhou, Z., 2001. Ammonia-sensing characteristics of Pt and SiO₂ doped SnO₂ materials. **Solid-State Electronics**, 45; 347-350.
- Xiao, Z., Zhang, L., Tian, X., Fang, X., 2005. Fabrication and structural characterization of porous tungsten oxide nanowires. **Nanotechnology**, 16; 2647-2650.
- Xie, G., Yu, J., Chen, X., Jiang, Y., 2007. Gas sensing characteristics of WO₃ vacuum deposited thin films. **Sensor and Actuators B**, 123; 909-914.
- Xu, Z., Vetelino, JF., Lec, R., Parker, DC., 1990. Electrical properties of tungsten trioxide films. Journal Vacuum Science Technology A, 8; 3634-3638.
- Yang, J., Lim, H., Han, S., 1999. Influence of binders on the sensing and electrical characteristics of WO₃-based gas sensors. **Sensor and Actuators B**, 60; 71-77.
- Yu-De, W., Zhan-Xian, C., Yan-Feng, L., Zhen-Lai, Z., Xing-Hui, W., 2001. Electrical and gas-sensing properties of WO₃ semiconductor material. **Solid-State Electronics**, 45; 639-644.
- Zhao, Y., Feng, Z., Liang, Y., 2000. Pulsed laser deposition of WO₃-base film for NO₂ gas sensor application. **Sensor and Actuators B**, 66; 171-173.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmasının her aşamasında büyük bir titizlik, sabır ve özveriyle desteklerini ve katkılarını esirgemeyen Danışmanım Sayın Yrd. Doç. Dr. H. Ali ÇETİNKARA'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım sırasında değerli görüş, katkı ve bilgilerini esirgemeyen Hocalarım Sayın Prof. Dr. H. Salih GÜDER ve Sayın Doç. Dr. İ. Hakkı KARAHAN'a, deneysel çalışmalarımda yanımda olup, destek ve yardımlarını esirgemeyen arkadaşlarım Arş. Gör. Süleyman KAHRAMAN, Arş. Gör. Fatih BAYANSAL, Öğr. Gör. H. Mustafa ÇAKMAK, Arş. Gör. Ali TOZAR ve Öğr. Gör. Emre İLHAN'a, XRD ölçümleri için bana yardımcı olan Arş. Gör. Barış AVAR'a teşekkürü bir borç bilirim.

Çalışmalarım boyunca fedakârlık göstererek sabırla moral desteğini benden esirgemeyen annem ve kardeşime sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

ÖZGEÇMİŞ

1978 yılında Giresun'da doğdum. İlk ve orta öğrenimini Bulancak Atatürk İlköğretim okulunda, lise öğrenimini Piraziz sağlık meslek lisesinde tamamladım. 2002 yılında Hacettepe Üniversitesi Sağlık Hizmetleri Meslek Yüksekokulu Odiyometri bölümünü, 2006 yılında Ondokuzmayıs Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünü bitirip Fizik lisans diplomasını aldım.

Eylül 2007'de Gazi Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisansa başladım. Şubat 2008'de Mustafa Kemal Üniversitesine yatay geçiş yaptım ve Aralık 2010'da mezun olarak, Fizik Anabilim Dalı'nda "Bilim Uzmanı" ünvanını aldım. Halen Mustafa Kemal Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde araştırma görevlisi olarak görevimi sürdürmekteyim.