

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ZnO:Cu KAPLANMIŞ AMORF CAMLARIN
OPTİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Hamza Barış ERKANTAR

Enstitü Anabilim Dalı : FİZİK

Tez Danışmanı : Doç. Dr. İbrahim OKUR

Eylül 2007

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ZnO:Cu KAPLANMIŞ AMORF CAMLARIN
OPTİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Hamza Barış ERKANTAR

Enstitü Anabilim Dalı : FİZİK

Bu tez 12 / 09 /2007 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

**Doç. Dr.
İbrahim OKUR
Jüri Başkanı**

**Yrd. Doç. Dr.
H. Özkan TOPLAN
Üye**

**Yrd. Doç. Dr.
Erdoğan ŞENTÜRK
Üye**

TEŐEKKÜR

Bu alıőmanın hazırlanmasında emeđi geen, alıőmamı yöneten, bilgi ve deneyimlerinden faydalandıđım saygıdeđer hocam Do. Dr. İbrahim OKUR'a, tüm Fizik Bölümü Öğretim Üyelerine sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

alıőma boyunca yardımlarını esirgemeyen ve her türlü yardımını gördüğüm Fizik Bölümü Araőtırma Görevlilerine, Kimya Bölümünden Do. Dr. Mahmut ÖZACAR ve Bölümdeki Araőtırma Görevlilerine, tezimin yazımı, düzenlenmesi, İngilizce kaynak bakımından bana yardımcı olan alıőma arkadaşlarım; Hasan AYGÜN ve Fırat Akkuő'a, buna ilaveten numunelerimin sonuçlarını araőtıran Laboratuvar Sorumlusu Fuat KAYIŐ'a teşekkür ederim.

Ayrıca bana manevi olarak destek veren deđerli eőim Birgül ERKANTAR'a teşekkürlerimi bor bilirim.

Saygılarımla
Barıő Erkantar

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER KISALTMALAR.....	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	vii
TABLolar LİSTESİ.....	ix
ÖZET.....	x
SUMMARY.....	xi
BÖLÜM 1.	
KATILAR.....	1
1.1. Amorf Yapı.....	1
1.1.1. Amorf yarı iletkenler.....	2
1.2. Kristal Yapı.....	3
1.2.1. Kristal örgü.....	3
1.2.2. Temel örgü türleri.....	4
1.2.3. Üç boyutlu örgü türleri.....	5
1.2.4. Cisim merkezli kübik yapı.....	6
1.2.5. Yüzey merkezli kübik yapı.....	7
1.2.6. Elmas kristal yapı.....	7
1.2.7. Kübik çinko sulfid.....	8
BÖLÜM 2.	
İNCE FİLM, KAPLAMA VE ÖLÇÜM TEKNİKLERİ.....	9
2.1. İnce Film.....	9
2.2. İnce Filmlerin Teknolojik Uygulamaları.....	10
2.2.1. Optik kaplamalar.....	10

2.2.2. Elektronikteki kaplamalar.....	10
2.2.3. Koruyucu dekoratif kaplamalar.....	11
2.3. İnce Film Kaplama Teknikleri.....	11
2.3.1. Mekanik yöntemler.....	11
2.3.2. Termal püskürtme ile kaplama yöntemi.....	15
2.3.3. İyon aşılama (dikme) yöntemi ile kaplama.....	16
2.3.4. Fiziksel buhar biriktirme yöntemi ile kaplama (PVD).....	18
2.3.5. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile kaplama (CVD).....	19
2.4. İnce Filmlerde Kalınlık Ölçüm Teknikleri.....	20
2.4.1. Film kalınlığı.....	20
2.4.2. Kalınlık ölçümündeki teknikler.....	21
2.4.2.1. Fotometri.....	21
2.4.2.2. Polarimetri.....	21
2.4.2.3. Elipsometri.....	22
2.4.2.4. Taramalı akustik mikroskobu ile ince filmlerin kalınlığının ölçülmesi.....	24
2.4.2.5. Yaygın olarak kullanılan diğer kalınlık ölçüm teknikleri	24
2.4.2.6. Michelson interferometresi ve X-ışını soğrulması.....	38
2.4.2.7. Geçirmeli elektron mikroskopisi (<i>TEM</i>).....	38
2.4.2.8. Taramalı elektron mikroskobu (<i>SEM</i>).....	39

BÖLÜM 3.

ZnO İLE İLGİLİ YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR.....	45
3.1. Giriş.....	45
3.2. ZnO İnce Film Oluşturmayla İlgili Çalışmalar.....	47
3.3. ZnO'nun Taban Madde Olarak Kullanıldığı Çalışmalar.....	52
3.4. Cu Katkılı ZnO İnce Film Yapımı Çalışmaları.....	54
3.5. ZnO İle İlgili Diğer Çalışmalar.....	56

BÖLÜM 4.

SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	59
4.1. Giriş.....	59

4.2. Deney Düzenegi ve Deneyin Yapilisi.....	59
4.2.1. X-ışını sonuçları.....	60
4.2.2. UV-vis sonuçları.....	64
4.2.3. SEM sonuçları.....	65
4.3. Sonuçların Deęerlendirilmesi.....	68
4.4. İleri Çalışmalar.....	68
KAYNAKLAR.....	69
ÖZGEÇMİŞ.....	71

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

a, b, c	: Temel öteleme vektörleri
A°	: 10^{-10} metre
CMP	: Kemomekanik yolla parlatma
CVD	: Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi
E_t, E_r, E_i	: Sırası ile ışının geçen, yansıyan ve gelen elektrik alanları
h	: Filmin kalınlığı
n	: Kırılma indisi
MBE	: Moleküler ışın katmansal büyütmesi
SAM	: Taramalı akustik mikroskobu
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskopunda
PL	: Fotoışıldama
PLD	: Atmalı lazer ile çöktürme
PVD	: Fiziksel buhar biriktirme
U	: Taşıyıcı hızı
$\theta_i, \theta_r, \theta_t$: Sırası ile ışının gelme, yansıma, kırılma açıları
λ_0	: Boşluktaki dalga boyu
ϕ, ψ, δ	: Fazdeğişimleri
φ, δ	: Sırası ile mod açısı ve prizma açısı
α, β, γ	: Üç boyutlu örgü vektörleri arasındaki açılar
η	: Sıvının viskozitesi
X_1, X_2, X_3	: Keyfi seçilen katsayılar

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1.	Kristal yapıdaki SiO ₂ (Kuartz).....	2
Şekil 1.2.	Amorf yapıdaki SiO ₂ (Cam).....	2
Şekil 1.3.	Şekil 1.3 Wigner-Seitz hücresi.....	4
Şekil 1.4.	Şekil 1.4. İki boyutlu uzayda beş örgü türü.....	5
Şekil 1.5.	Örgü ve öteleme vektörleri aralarındaki açılar.....	6
Şekil 1.6.	a) Cisim merkezli kübik (bcc), b)Yüzey merkezli kübik (fcc).....	7
Şekil 1.7.	a)Yüzey merkezli yapı için yer değiştirme vektörleri, b) Elmas kristal yapı.....	8
Şekil 1.8.	Kübik çinko sülfürün kristal yapısı.....	8
Şekil 2.1.	Daldırma yoluyla kaplama düzeneği.....	12
Şekil 2.2.	Daldırma yöntemi ile film kaplamanın şematik gösterimi.....	13
Şekil 2.3.	Plazma püskürtme yönteminin (APS) şematik gösterimi.....	15
Şekil 2.4.	Farklı ışın enerjilerinde gerçekleştirilmiş demir aşılmanması için derinliğe bağlı olarak azot yoğunluğunun değişimi.....	18
Şekil 2.5.	CVD'nin çalışma mekanizması.....	20
Şekil 2.6.	Bir elipsometrenin şematik gösterimi.....	23
Şekil 2.7.	İnce film, hava ve taşıyıcıdan meydana gelen bir dalga kılavuzu..	25
Şekil 2.8.	$n_1 > n_2$ olacak şekilde iki ortamı ayıran ara yüzeye gelen elektromanyetik dalganın davranışının gösterilmesi.....	26
Şekil 2.9.	$n_2 < n_1$ ve $\theta_i > \theta_c$ olacak şekilde ışık demetlerinin dalga kılavuzundaki zig-zag yolu.....	29
Şekil 2.10.	Bir düzlemsel dalga kılavuzu içerisinde aynı θ_i açısına sahip demet yolları. Bir dalga cephesi aynı faza sahip olmak zorunda olan F,E,A,C noktaların bir araya getirecek şekilde gösterimi.....	29
Şekil 2.11.	Bir düzlemsel dalga kılavuzu boyunca ilk dört TE moduna gelen kılavuz açıları.....	31

Şekil 2.12.	a) Gelme düzlemindeki E'li bir ışın, bir TM moduna karşılık gelen H_x , E_y ve E_z üç alan bileşeni açığa çıkar, b) Gelme düzlemindeki H ile verilen demette ise, bir TE moduna karşılık gelen E_x , H_y ve H_z bileşenleri açığa çıkar.....	33
Şekil 2.13.	$n_1 > n_2 > n_0$ ve $\theta_i > \theta_c$ olacak şekilde ışığın ince film içinde kılavuzlanması.....	33
Şekil 2.14.	Prizma-film çiftlenimi.....	36
Şekil 2.15.	Uygun faz şartı gösterimi.....	36
Şekil 2.16.	Taramalı elektron mikroskobunun şematik yapısı.....	40
Şekil 2.17.	Elektron demeti ile numune etkileşimi.....	41
Şekil 2.18.	Toz metalurjisinde kullanılan bronz tozlarının küçük ve yüksek büyütmelerde ikincil elektron görüntüsü.....	42
Şekil 2.19.	PbO sıvı fazında sinterlenmiş ZnO kristalleri, a) İkincil elektron görüntüsü(sol üstte), b) Topografik görüntü (sol altta), c) Kompozisyon görüntüsü(sağ üstte), d) Gölge görüntüsü (sağ altta).....	43
Şekil 3.1.	Atma lazeriyle ZnO ince film yapımının şematik gösterimi.....	46
Şekil 3.2.	Atma lazeriyle ZnO ince film yapımının şematik gösterimi.....	51
Şekil 4.1.a	5 kat kaplanmış saf ZnO' in X-ışınımı kırınımı grafiği.....	60
Şekil 4.1.b	10 kat kaplanmış saf ZnO' in X-ışınımı kırınımı grafiği.....	61
Şekil 4.2.a	%1 Cu katkılı ZnO ince filmi.....	62
Şekil 4.2.b	%2 Cu katkılı ZnO ince filmi.....	62
Şekil 4.2.c	%5 Cu katkılı ZnO ince filmi.....	63
Şekil 4.2.d	%10 Cu katkılı ZnO ince filmi.....	63
Şekil 4.2.e	%20 Cu katkılı ZnO ince filmi.....	64
Şekil 4.3.	Cu katkılı ve katkısız ZnO ince filmlerin Uv-vis grafikleri.....	64
Şekil 4.4.a	5 kat kaplı ZnO'nun SEM görüntüsü.....	65
Şekil 4.4.b	10 kat kaplı ZnO'nun SEM görüntüsü.....	66
Şekil 4.4.c	5 kat %2 Cu kaplı ZnO'nun SEM görüntüsü.....	66
Şekil 4.4.d	5 kat %2 Cu kaplı ZnO'nun SEM grafiği.....	67

TABLULAR LİSTESİ

Tablo 1.1.	Üç boyuttaki 14 örgü türü.....	6
Tablo 3.1.	ZnO ile ilgili yapılan çalışmaların yıllara göre dağılımı.....	46
Tablo 3.2.	ZnO ince film yapımıyla ilgili çalışmalar.....	47
Tablo 3.3.	ZnO ince filmlerinin teknik özellikleri.....	47

ÖZET

Anahtar kelimeler: İnce film; İnce film kaplama; ZnO; Amorf yapı; Kristal yapı

Bu çalışmada ince filmler ve ince film kaplama tekniklerinin yanı sıra 1990'dan günümüze ince filmler hakkında yapılan makaleler araştırılmış ve saf ZnO üzerine Cu iyonu katkılanmıştır.

İnce filmler üzerindeki değişik yüzdelerdeki Cu iyonu katkısı incelenmiştir.

İlk bölümde amorf ve kristal yapılar hakkında bilgi verilmiştir. Ayrıca bunların özellikleri birim hücre latis gibi önemli tanımlar yapılmıştır.

İkinci bölümde ince film kaplama teknikleri detaylı olarak ele alınmıştır.

Üçüncü bölümde 1990-2007 arasındaki yapılmış ince filmler hakkında ve yapılan bazı çalışmalar anlatılmıştır.

Dördüncü bölümde ise ZnO çözeltisi hazırlanıp adi cam üzerine kaplanmıştır. Daha sonra kaplanmış cam üzerine belirli yüzdelerde Cu iyonu katkılanmış ve katkılı camın optik özellikleri incelenmiştir ve bölümün devamında sonuç ve tartışmalara önem verilmiştir.

INVESTIGATION OF OPTICAL PROPERTIES OF ZnO:Cu COATED AMORPH GLASSES

SUMMARY

Key Words: Thin films; Thin films coating; ZnO; Amorphous structure; Crystal structure

In this study the articles about thin films which is made today from 1990 have been investigated. And then varied percentage of Cu ion has been doped to ZnO thin films covered on the slice of glass.

At the first chapter we gived information about crystal and amorphous structures. We also described importance these structures.

At the second chapter we teked in hand to technics of coating thin films in detail.

At the third chapter we presented studies of thin films that has been made to day from 1990 and we accented some studies.

At the fourth chapter after we prepared solution of ZnO by dipping process, we coated on surface of the glass slice. And then we doped percentage of varied Cu ion onto coated ZnO thin film and we told results of studies. And finally , inicated discussions and suggestions about studies.

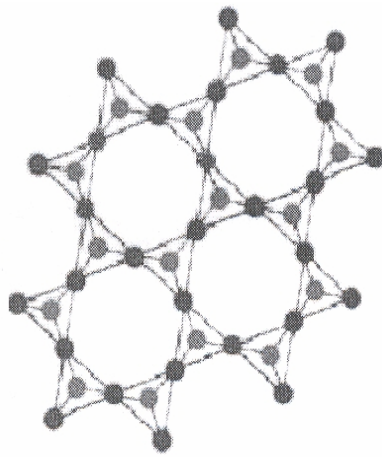
BÖLÜM 1. KATILAR

1.1. Amorf Yapı

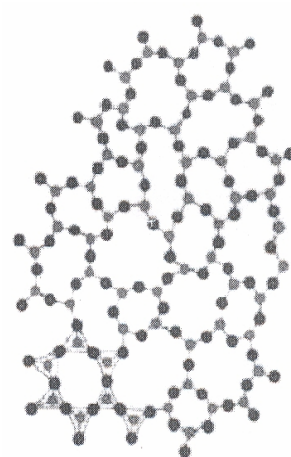
Bir katı madde (gerçekte) atomlarını belli bir düzende bir arada tutan bir yapıdadır. Fakat amorf katıların yapısında atomların yerleri uzun mesafede periyodik bir düzende değildir. Amorf yapılara cam ve bazı plastik türleri örnek olarak verilebilir.

Amorf yapılar bazen mükemmel sıvılar olarak da tanımlanabilmektedir. Bunun sebebi moleküllerinin (tıpkı bazı sıvı yapılarıdaki gibi) gelişigüzel biçimde düzenlenmiş olmasıdır. Örnek olarak camı ele alırsak, camın kristal yapıya sahip olan kuartz kumu, ya da silisyum dioksitten oluşan basit bir yapıya sahip olduğunu görürüz. Kum eritildiğinde, kristalleşmesini önlemek için çabucak soğutulur ve cam adı verilen amorf katı şeklini alır.

Amorf katılar, katı halden sıvı hale geçerken belirli bir erime noktasında keskin bir faz geçişi göstermezler. Bundan ziyade ısıtıldıklarında yavaş yavaş, yumuşak bir faz geçişi gösterirler. Amorf katıların fiziksel özellikleri herhangi bir eksen boyunca bütün yönlerde aynıdır. Bu nedenle izotropik bir yapıya sahip oldukları söylenebilir.



Şekil 1.1. Kristal yapıdaki SiO₂ (Kvartz)



Şekil 1.2. Amorf yapıdaki SiO₂ (Cam)

1.1.1. Amorf yarı iletkenler

Geçmiş yıllarda bilinen en önemli amorf yarı iletken, (pek çok fotokopi makinesinde aktif materyal olarak da kullanılan) selenyumun cam fazı olmuştur.

Periyodik tablonun 6. grup elementlerinden olan Te, Se, S, O (kalsojen elementleri) 5. gruptan olan Bi, Sb, As, P elementleri ile 4. gruptan olan Si ve Ge elementlerini kapsayan muntazam dördü ve üçlü alaşımlar, ikili bileşikler ve elementler olmak üzere yarı iletken özelliklere sahip amorf maddeler vardır. Bunlar asıl katılanlar olmasına rağmen, bazı geçiş metal oksitleri amorf yarı iletken form oluşturabilir ve (CdAs₂Ge gibi) diğer elementler de yukarıda ismi geçen elementlerle bir arada bulunabilirler.

İdeal bir kovalent cam uzun sıra dizilimi olmayan fakat mükemmel kısa sıra dizilimli gelişigüzel bir ağ örgüsü olarak tanımlanabilir. Böyle bir cam (boşluk gibi) yapısal kusurlara sahip olmamalı ve bütün atomları bağ yapamayacak şekilde taban durumda olmalıdır. Belki de bu ideale en fazla yaklaşanlar vakum buharlaştırma yöntemiyle hazırlanan germanyum ve silisyumun amorf filmleridir. Her bir silisyum atomu tıpkı kristal yapıdaki silisyum gibi birbirine aynı mesafede dört silisyum komşusuna sahiptir.

1.2. Kristal Yapı

Bilinen üç boyutlu uzayda atomların periyodik olarak belli bir düzene ve temele göre dizilmeleri sonucu oluşan yapı kristal yapı olarak adlandırılır. Bu düzenli diziliş tekrarlanan bir yapıya sahiptir. Rasgele bir doğrultuyu ele aldığımızda atomlar arası uzaklığın ve atomların çevrelerinin birbirine özdeş olduğu görülür. Düzenli yapıda görülen en küçük hacimli birime hücre denir. Bir hücre kristal yapının bütün özelliklerini taşır. Hücre tanınırsa kristal yapı da tanınır. Kristaller her düğüm noktasında atomlar grubu bulunan bir örgü yapısı ile tanımlanır. Her düğüm noktasında bulunan atomlar grubuna baz denir. Kristal, bazın uzayda tekrarlanması ile oluşur.

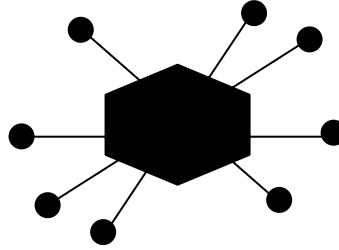
1.2.1. Kristal örgü

Sanal noktalardan oluşan, kristalin üzerine kurulduğu varsayılan ve kristal atomlarıyla sabit bir bağıntısı bulunan yapıya örgü denir. Bu yapıda her atom denge konumlarına yerleştirilen bir nokta ile temsil edilir. Bu noktalar bir araya getirilerek takım düzlemleri oluşturulur. Noktalar takımı, her takımdaki düzlemler eşit aralıklı ve birbirine paralel olmak üzere üç takım düzleme bölünür. Böylece, büyüklük şekil ve kendi komşuna göre birbirine eşdeğer hücreler takımı oluşur.

Kristal örgü a , b , c gibi temel öteleme vektörleri ile tanımlanan sıralanmış atomlardan oluşur. Atomların sıralanışı, r konumlu yerde nasıl ise $r' = r + x_1a + x_2b + x_3c$ olan r' konumlu yerde de aynıdır. Buradaki x_1, x_2 ve x_3 rasgele seçilmiş tam sayılardır. Kristal yapı örgü ve bazdan oluşur. Herhangi iki r ve r' noktasından bu atomik sıraya bakıldığında atomların sıralanışı aynı olacak şekilde $\{x_1, x_2, x_3\}$ tamsayı üçlüsü her zaman bulunabiliyorsa a, b, c vektörlerine ilkel öteleme vektörleri denir. Kristalin en küçük yapı taşı olan hücre ilkel öteleme vektörü ile oluşur. $\{x_1, x_2, x_3\}$ tamsayıları uygun olarak seçilirse atomik düzenlemenin aynı olduğu r ve r' noktaları için $r' = r + x_1a + x_2b + x_3c$ ifadesi gerçekleşir.

Bu örgüye ve a , b , c öteleme vektörlerine ilkel adı verilerek kristallerde yapı birimi olarak kullanılabilir en küçük hacimli hücre birimi olduğu vurgulanır. Yani yapı birimi olarak kullanılabilir daha küçük bir hücre yoktur.

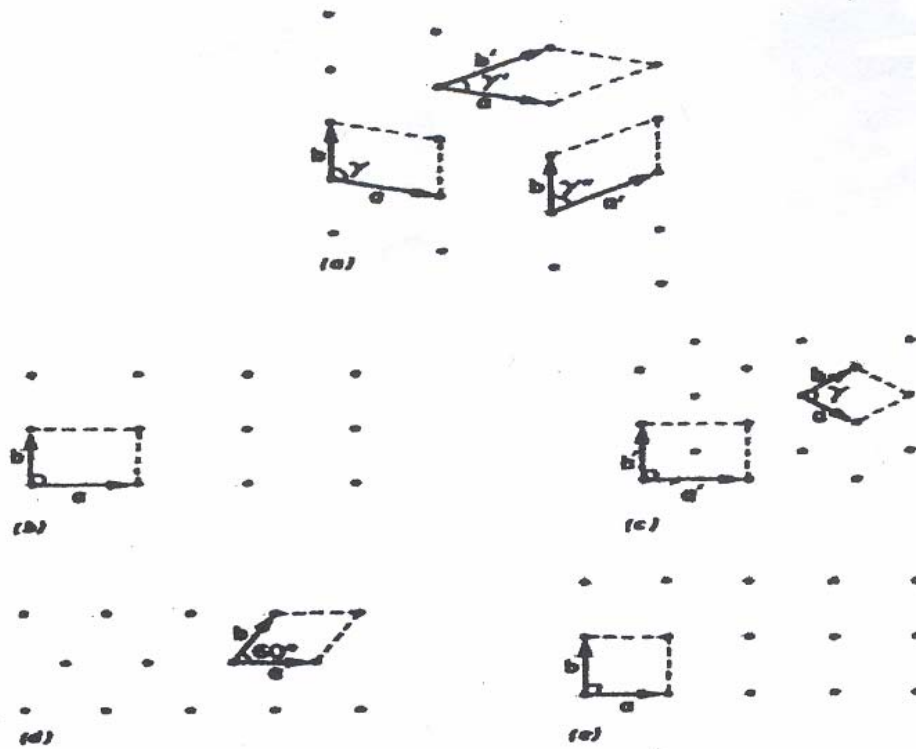
İlkel hücre a , b , c ilkel eksenleri ile tanımlanan paralel kenar prizmaya denir. Herhangi bir örgü noktasından diğer bütün yakın komşu örgü noktalarına çizilen çizgilerin orta noktalarından dik olarak geçen çizgiler yada düzlemlerle oluşturulan en küçük hacim şeklinde meydana gelebilir. Böylece elde edilen minimum hacimli hücreye Wigner-Seitz hücresi denir. (Şekil 1.3)



Şekil 1.3. Wigner-Seitz hücresi

1.2.2. Temel örgü türleri

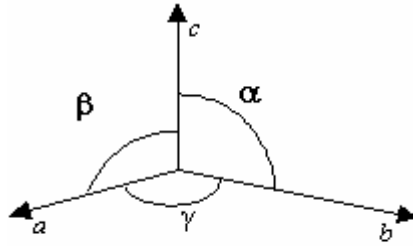
İki boyutlu bir örgü a ve b ile bunların arasındaki γ açısıyla belirlenir. Örgü öteleme vektörlerinin boylarında, ve aralarındaki açının değerinde bir sınırlama olmadığından olabilecek örgü türü sayısı sonsuzdur. Aşağıdaki Şekil 1.4a'da sadece öteleme simetrisine sahip bir örgü ilkel bir hücrenin üç tane mümkün seçimiyle gösterilmiştir. Daha yüksek simetrlili örgüler, Şekil 1.4 b'de gösterilmiştir. Şekil 1.4 b'deki örgüde $\gamma = 90^\circ$ 'dir. Şekil 1.4 c'de $a = b$ olarak alınırsa rombik örgü elde edilir. İki boyutu bulunan bir örgüde $a = b$ olacak şekilde aralarındaki açı γ 'ya özel değerler verdiğimizde, örneğin, $\gamma = 60^\circ$ olursa, Şekil 1.4'te her bir örgü noktası düzgün bir altıgenin köşelerindeki altı komşu tarafından çepeçevre çevrelenen üçgen elde edilir; $\gamma = 90^\circ$ olursa kare örgü elde edilir (1.4 e).



Şekil 1.4. İki boyutlu uzayda beş örgü türü

1.2.3. Üç boyutlu örgü türleri

Üç takım düzlemlerle uzayı bölersek bu düzlemlerin simetri özelliklerine ve seçiliş şekline göre birim hücreler elde edebiliriz. Uzay, geometrik kurallar yardımıyla yedi farklı biçimde eşit hacimlere bölünebilir; bu nedenle doğada yedi farklı kristal sistemi oluşur. Bu kristal sistemleri, triklinik, monoklinik, ortorombik, tetragonal, kübik, trigonal ve altıgen yapılardır. Kristal sistemde başka nokta düzlemleri de vardır. Bravais örgüsü denilen bu nokta düzlemlerinin 14 çeşidi mevcuttur. a , b , c örgü öteleme vektörleri ve aralarındaki açılar aşağıdaki gibi (Şekil 1.5) olmak şartıyla 14 Bravais örgüsü Tablo 1.1'de gösterilmiştir.



Şekil 1.5. Örgü ve öteleme vektörleri aralarındaki açılar

Tablo 1.1. Üç boyuttaki 14 örgü türü

Kristal sistemi	Bravais örgüsü	Birim hücre özellikleri
Triklinik	Basit	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
Monoklinik	Basit Taban merkezli	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Ortorombik	Basit Taban merkezli Cisim merkezli Yüzey merkezli	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Tetragonal	Basit Cisim merkezli	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Kübik	Basit Cisim merkezli Yüzey merkezli	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Trigonal	Basit	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$
Hekzagonal	Basit	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \quad \gamma = 120^\circ$

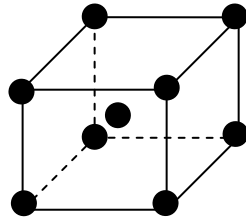
1.2.4. Cisim merkezli kübik yapı

Böyle bir yapıda tüm atomların çevreleri özdeştir ki bundan dolayı örgü yapı ile aynı olur. Cisim merkezli kübik yapıda birim hücrede 2 tane örgü noktası bulunur.

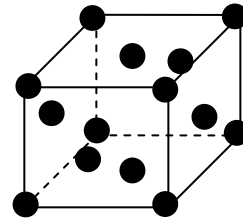
Na (sodyum), K (potasyum), Cr (krom), Ba (baryum) metalleri böyle bir yapıda (bcc) kristalleşirler.

1.2.5. Yüzey merkezli kübik yapı

Örgü noktaları, yüzey merkezlerinde ve köşelerde olur. Yüzey merkezli kübik yapının birim hücrelerinde dört örgü noktası vardır. Birinci örgü noktası sekiz köşede bulunan ve paylaşılan köşe atomlarından oluşur. Diğer üç örgü noktası ise altı yüzünün merkezlerinde bulunan atomlardır. Böyle bir yapıda her atomun çevresi özdeşleşir ve sonuçta kristal örgü atomik yapıya karşılık gelir. Yüzey merkezli kübik yapıda kristalleşen elementlere, bakır, nikel, alüminyum örnek olarak verilebilir.



Şekil 1.6. a) Cisim merkezli kübik (bcc)



b) Yüzey merkezli kübik (fcc)

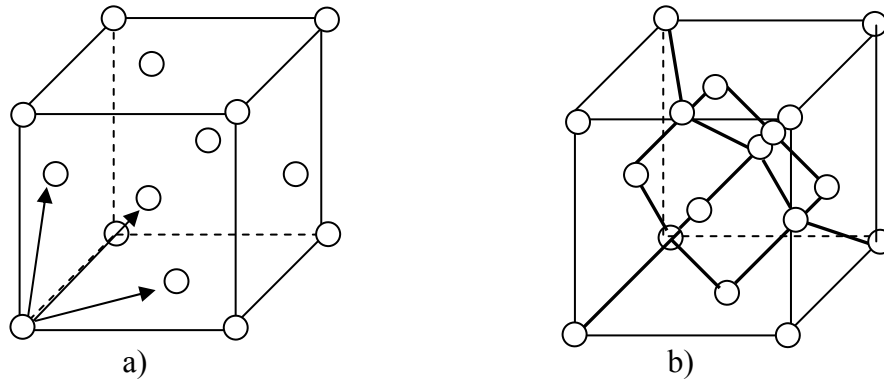
1.2.6. Elmas kristal yapı

Elmasın sahip olduğu uzay örgüsü yüzey merkezli kübik örgüdür. Yüzey merkezli yapı merkezli kübik yapıya (111) doğrultusunda ikinci bir yüzey merkezli yapı birleşmesiyle elmas yapı oluşur. Bu yapıda her bir atom düzenli bir dört yüzünün köşelerinde olan en yakın dört komşusuyla kovalent olarak bağlıdır.

Elmas yapı ilkel hücre örgü sabiti b olan bir yüzey merkezli küp olarak seçilirse, Şekil 1.6 a' daki yer değiştirme vektörleri aşağıdaki gibi yazılabilir.

$$a_1 = \frac{a}{2}(0,1,1), \quad a_2 = \frac{a}{2}(1,0,1), \quad a_3 = \frac{a}{2}(1,1,0) \quad (1.1)$$

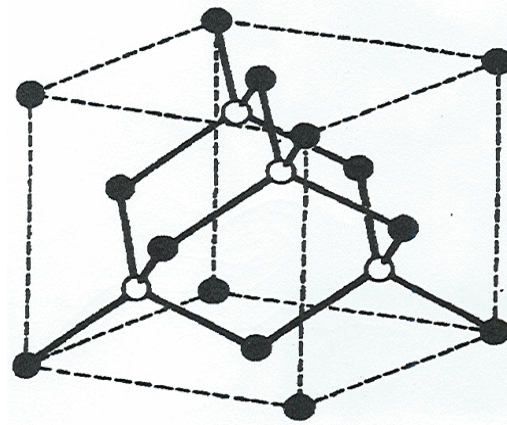
Periyodik yapının IV. grubunda bulunan silisyum ve germanyum yarı iletken elementleri, elmas yapıda kristalleşir.



Şekil 1.7. a)Yüzey merkezli yapı için yer değiştirme vektörleri b) Elmas kristal yapı

1.2.7. Kübik çinko sülfür

Bu yapıda, yüzey merkezli kübik örgülerin (fcc) birinde Zn(çinko) atomları, diğerinde ise S(kükürt) atomları vardır. İlkel hücre küp şeklindedir. Zn atomlarının koordinatları 000 , $0\frac{1}{2}\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}0\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}\frac{1}{2}0$, ve S atomlarının $\frac{1}{4}\frac{1}{4}\frac{1}{4}$, $\frac{1}{4}\frac{3}{4}\frac{3}{4}$, $\frac{3}{4}\frac{1}{4}\frac{3}{4}$, $\frac{3}{4}\frac{3}{4}\frac{1}{4}$ olur. Örgü yapısı yüzey merkezli kübik (fcc) örgüdür. İlkel hücrede 4 adet ZnS molekülü bulunur. Her atomun etrafında karşı cinsten 4 atom düzgün bir dörtgenin köşelerinde bulunur.



Şekil 1.8. Kübik çinko sülfürün kristal yapısı

BÖLÜM 2. İNCE FİLM, KAPLAMA VE ÖLÇÜM TEKNİKLERİ

2.1. İnce Film

Kalınlığı birkaç mikrometreden, birkaç Å'a kadar olan tabakalara ince film denir. İnce filmlerin optiksel özellikleri dalga kılavuzlama yöntemi başta olmak üzere değişik yöntemlerle tespit edilebilmektedir. Kullanılan malzemelerin cinsine bağlı olarak ince film çeşitleri; şeffaf iletken, süper iletken, amorf yarıiletken alaşım, inorganik polimerik, organik, payro elektrik, ferroelektrik ince filimler şeklinde sıralanabilir.

İnce filmlerin kalınlığı, kırılma indisi ve soğurması gibi lineer optik özelliklerle lineer elektro-optik etki, ikinci harmonik üretimi gibi nonlineer özelliklerin tespit edilmesi teknolojik uygulamalar açısından önemlidir. İnce filmlerin çeşitli özelliklerinin araştırılmasında ve bunların belirli uygulama alanlarında kullanılabilmesinde en önemli sorun bir maddenin ince filminin kontrol edilebilen koşullarda üretilmesidir.

Entegre optik teknolojisi için uygun, sınırlı geometride kristal büyütmenin zor olması, safsızlık içermeyen numunelerin eldesinin sadece birkaç durumda mümkün olması, ince film üretimini gerekli kılmaktadır.

Bir ince film aygıtının en önemli avantajı ince filmin tüm elemanları yüzeye yayıldığından, ölçüm açısından yüzeyin rahatlıkla incelenebilmesidir. İkinci olarak mikro dalgalarla kıyaslandığında optik dalga boyu yaklaşık yüz kez daha küçüktür. İnce film optik aygıtlar çok küçük yapılabilirler ve tek bir taşıyıcı üzerine yerleştirilerek bir diğerinin yanında yer alabilirler. İnce filmlerden oluşturulan optik sistemler.

Doğal olarak daha az yer kaplarlar. Çevresel değişikliklerden daha az etkilenir ve daha ekonomiktirler. Üçüncü avantajı, film optik dalga boyu ile kıyaslanabilir bir kalınlığa sahiptir. Bu nedenle ışık enerjisinin çoğu film içinde hapsolür ve film içindeki ışık şiddeti bir lazer gücü seviyesinden çok daha büyük olabilir. Bu güç yoğunluğu lineer olmayan etkileşimler için önemlidir. Son olarak bir ince film dalga kılavuzu içindeki ışık dalgasının faz hızı filmin kalınlığına ve yayılma moduna bağlıdır. Bu ise deneylerin ve aygıtların tasarımında yeni açılımlar yapılmasına zemin hazırlamaktadır.

2.2. İnce Filmlerin Teknolojik Uygulamaları

2.2.1. Optik kaplamalar

Optik kaplama amacıyla yapılan ince filmlerin aşağıdaki uygulamalarda kullanım alanları bulunmaktadır:

1. Yüksek yansıtıcı filmler
2. Yansıtmayan filmler
3. Koruyucu filmler
4. Saydam iletken filmler
5. Lazer aynaları
6. Girişim filtreleri
7. Kutuplayıcılar
8. Demet bölücüler
9. Optik disk bellekler

2.2.2. Elektronikteki kaplamalar

İnce film kaplamaların elektronik uygulama amaçlı kullanım yerleri bulunmaktadır. Bunların bazıları şöyle listelenebilir: RC şebekeleri ve mikrodalga devreleri için kaplamalar, yarı iletken uygulamaları için tek ve çok katmanlı metalizasyon, entegre devre metalizasyonu, melez devre üretimi.

2.2.3. Koruyucu dekoratif kaplamalar

Optik ve elektronik uygulama amaçlı kaplama dışında ince filmlerin dekoratif, kuyumculuk ve sert yüzey elde etme gibi kullanım alanları da bulunmaktadır.

2.3. İnce Film Kaplama Teknikleri

Birçok teknolojik alanda kullanılan ince filimler için birçok elde edilmiş yöntemleri bulunmaktadır. Genel olarak ince film elde edilmiş metotlarını dört ana grupta toplayabiliriz:

- a) Isısal buharlaşma
- b) Katodik püskürtme
- c) Kimyasal yöntemler
- d) Mekanik yöntemler (döndürme ve daldırma yöntemi)

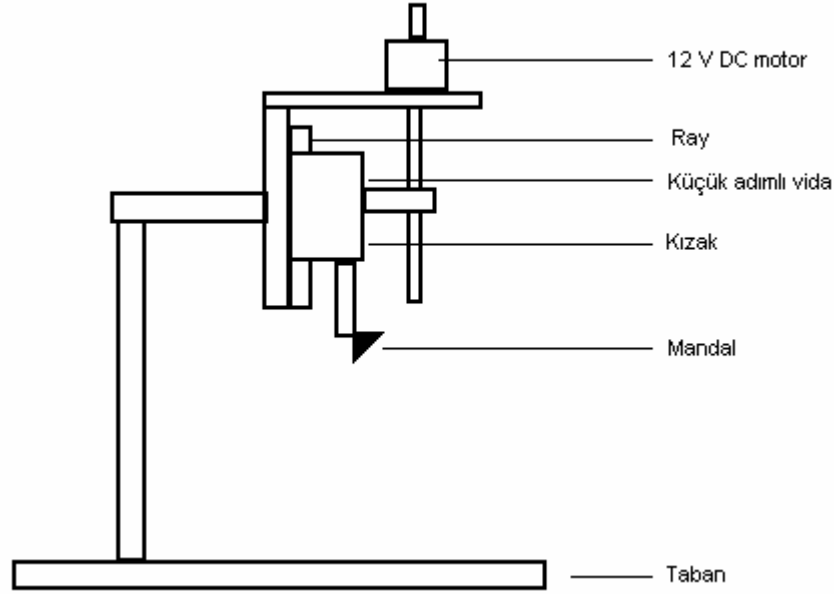
2.3.1. Mekanik Yöntemler

Mekanik yöntemlerden birincisi olan daldırma işlemi beş ayrı aşamadan meydana gelmektedir. Aşamalar aşağıda verilen sırayı takip eder:

- 1) Daldırma
- 2) Yukarı çekme
- 3) Kaplama ve Süzülme
- 4) Süzülme
- 5) Buharlaşma

Alkol gibi çözücülerle yapılan kaplamalarda süzülme safhasına gerek yoktur. Hareket halindeki taşıyıcı çözeltiliye daldırıldığı an akışkanlar mekaniği kanunları gereği kaplama alanı üzerinde çözelti ihtiva eden bir sınır tabaka oluşur. Kaplama ve süzülme aşamasında sözü edilen sınır tabakası, iç tabaka ve dış tabaka olmak üzere ikiye ayrılır.

İç tabaka taşıyıcı ile birlikte hareket ederken dış tabaka ters yöne doğru hareket ederek çözeltiye geri döner. Şekil 2.1’de daldırma yoluyla kaplama düzeneği görülmektedir.



Şekil 2.1. Daldırma yoluyla kaplama düzeneği

Film kalınlığı aşağı ve yukarı hareket eden tabakaları ayıran ana akıntının şiddetine bağlıdır. Film oluşumunu yönlendiren başlıca kuvvetler şöyle sıralanabilir:

- Yukarı hareket eden taşıyıcının sıvı ile oluşturduğu sürtünme kuvveti
- Yer çekimi kuvveti
- Taşıyıcıya tutunmaya çalışan çözeltinin yüzey gerilimi
- Kaplama alanına ulaşan çözeltinin eylemsizlik momenti
- Ayırıcı ya da birleştirici basınç

Eğer sıvının viskozitesi (η) ve taşıyıcı hızı (U) yeteri kadar büyükse kaplanan filmin kalınlığı (h), viskoz sürüklenme ($\alpha\eta U/h$) ile yer çekimi kuvvetini (ρgh) dengeleyen kalınlık olarak adlandırılır. Kalınlık ifadesi aşağıda verilmiştir:

$$h = c_1(\eta U / \rho g)^{1/2} \quad (2.1)$$

burada c_1 orantı sabitidir ve Newton sıvıları için 0.8 değerini alır. Taşıyıcı hızı ve sıvı viskozitesi yeteri kadar büyük değil ise, denge viskoz sürüklenmenin sıvı-buhar yüzeyindeki gerilim (γ_{LV}) oranı ile belirlenir:

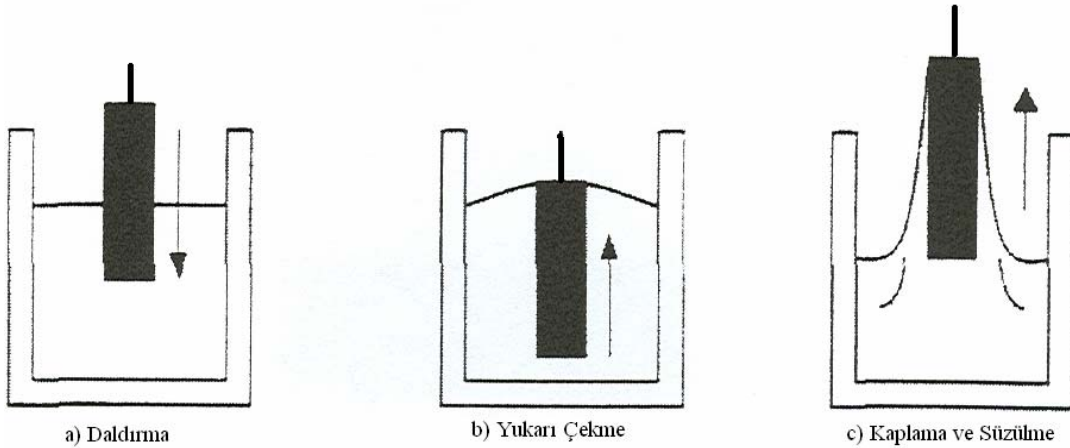
$$h = 0,94(\eta U / \gamma_{LV})^{1/6} (\eta U / \rho g)^{1/2} \quad (2.2)$$

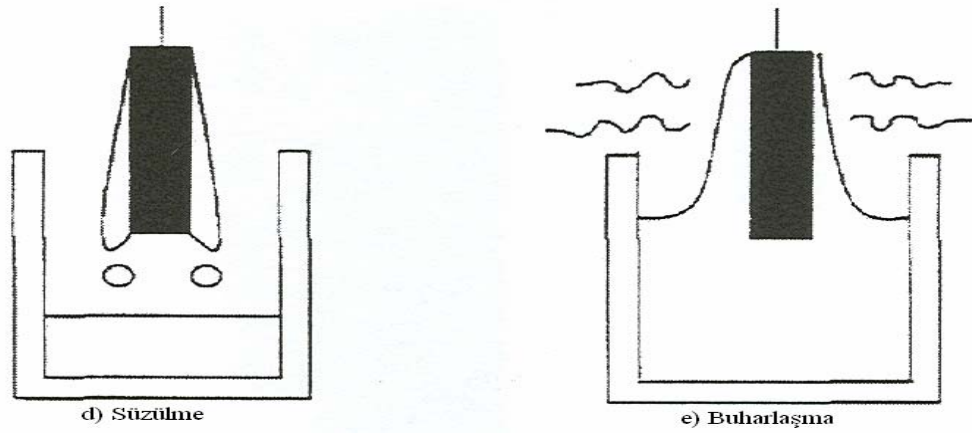
Bu ifadenin basitleştirilmiş hali ise,

$$h = 0,94(\eta U)^{2/3} / (\gamma_{LV})^{1/6} (\rho g)^{1/2} \quad (2.3)$$

şeklindedir. Şekil 2.2’de daldırma yöntemi ile film kaplamanın şematik gösterimi görülmektedir.

Mekanik yöntemlerden ikincisi olan döndürme yönteminde, taşıyıcı malzemenin döndürülmesiyle meydana gelen merkezkaç kuvvetinden faydalanılarak hemen hemen mükemmel yakın homojen ince filmler oluşturulabilir. Elde edilen film kalınlığı 100 nm ile 200 nm arasındadır. Yöntemde, kullanılan taşıyıcı malzeme çok hızlı bir şekilde döndürülen bir diskin üzerine yerleştirilir. Bir sonraki aşamada çözelti dönen diskin üzerindeki taşıyıcıya damlatılır. Çözelti dönmenin etkisiyle





Şekil 2.2. Daldırma yöntemi ile film kaplamanın şematik gösterimi

taşıyıcının üzerinde yayılarak homojen bir film halini alır. Döndürme yöntemi ile film kaplama dört safhada gerçekleşir. Bu aşamalar sırası ise şunlardır:

- 1) Kaplama
- 2) Döndürme
- 3) Döndürme sonu
- 4) Buharlaşma

İlk aşamada, taşıyıcı malzemenin üzerine kaplanacak olan sıvı madde yerleştirilir. Çözelti, bir şırınga yardımıyla yüzey üzerine damlatılır, ya da yüzey üzerine püskürtülebilir. Taşıyıcı üzerine yerleştirilen çözelti son kalınlık için gerekli olan miktarla karşılaştırıldığında çok fazladır. İşlemden önce çözeltinin, mikron değerinin altında bir filtre kullanılarak yüzeyde pürüz meydana getirebilecek parçacıklardan arındırılması yararlı olacaktır. Başka bir önemli nokta da kullanılan çözeltinin, işlem boyunca yüzeyin nemli kalmasını sağlamasıdır. Aksi durumda yapılan işlem eksik kaplamayla sonuçlanabilir.

İkinci aşamada, taşıyıcı istenilen düzeyde dönme hızına ulaşır. Dönme hareketinin etkisiyle sıvının bir kısmı yüzeyden atılır. Dönmenin hızlandırılması viskoz sürüklenmeyi engelleyerek filmin yeterince ince olmasını sağlar.

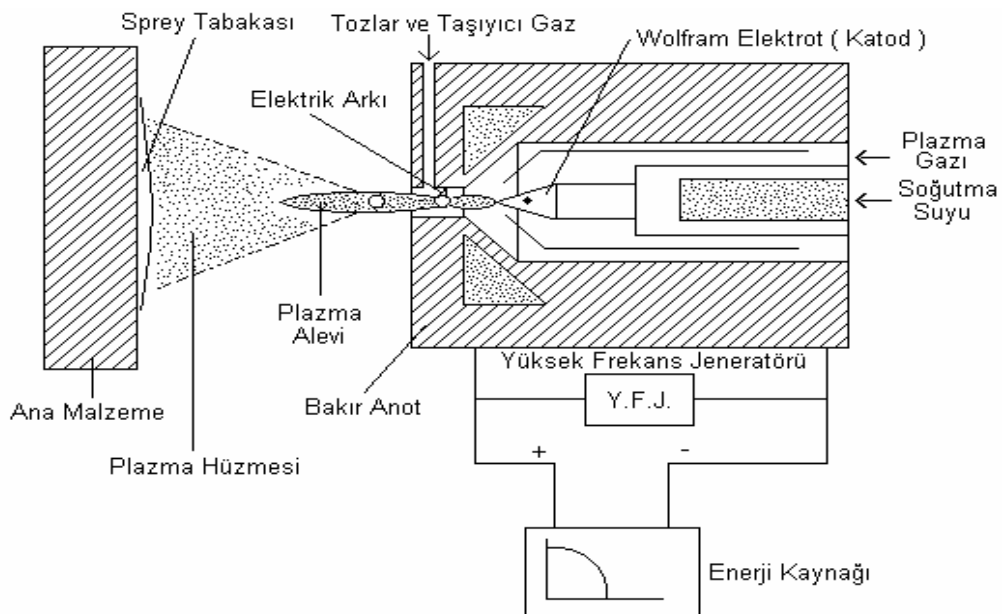
Üçüncü safha süresince sisteme viskoz kuvvetleri hakimdir ve film genel olarak düzgün dağılımlıdır.

Bu aşamada da fazla sıvının atılmasına devam edilir. Taşıyıcının uç kısımlarında, sıvının birikmesi nedeniyle filmin bu bölümü düzgün dağılımlı değildir.

Son aşamada taşıyıcı sabit bir hızla dönmeye devam eder ve safha boyunca kaplama kalınlığını buharlaşma belirler. Çözelti, viskozite etkisiyle çok az miktarda sıvı akışının meydana geldiği bir kalınlığa ulaşır. Bu noktada sistem de kararsız çözeltinin buharlaşması hakim olacaktır. Dördüncü aşamanın da tamamlanmasıyla ince ve düzgün dağılımlı bir film elde edilir.

2.3.2. Termal Püskürtme ile Kaplama Yöntemi

Plazma kaplama yöntemi bir tabakanın kuvvetlendirilmiş yüzey özellikleri ile bir ana metalin veya diğer bir alt tabaka malzemenin istenilen kapasite özelliklerinin birleştirilmesine imkân sağlar. Endüstride kullanılan plazma püskürtme yardımıyla, aşınma, ısınma veya paslanmayla bozulmuş özel alanların kaplama yapılmasıyla tamiratı da mümkündür. Plazma kaplama aynı zamanda işlem esnasında ana metal sıcaklığını düşük tutarak hassas parçaların ısıl bozulmalara uğrama endişesini ortadan kaldırır. Plazma püskürtme teknolojisindeki ana amaç, pahalı olmayan ana malzeme üzerine ince ve koruyucu değeri yüksek bir tabaka meydana getirmektir. Süreç iyonlaşmış bir gaz içinde ergimiş olan malzemenin kaplanacak yüzeye çok hızlı bir şekilde püskürtülmesiyle yürütülmektedir.



Şekil 2.3. Plazma püskürtme yönteminin (APS) şematik gösterimi

Toz besleme ünitesi : Toz besleme ünitesinde yüzeye kaplanacak mikron seviyesindeki kaplama tozları düzenli olarak plazma alevi içerisine beslenir. Kaplama sürecinde toz formunda üretilebilen tüm malzemeler kaplama için kullanılabilir.

Soğutma sistemi : Plazma tabancasında oluşan 12000-25000 °C'deki yüksek sıcaklığın tabanca katodu ve anodunun soğumasını sağlayan ünedir.

Püskürtme tabancası : Kaplama sisteminin en önemli parçası püskürtme tabancasıdır. Tabanca plazmanın oluşturulduğu ve kaplama tozlarının beslendiği noktadır. Kullanılan tabanca özelliğine göre muhtelif tür ve özellikte kaplamalar üretilebilir.

Kontrol ünitesi : Kaplama sisteminde süreç esnasında tüm parametreler kontrol ünitesinde ayarlanarak kaplama sırasında tüm parametreler bilgisayar tarafından kontrol edilmektedir.

2.3.3. İyon Aşılama (Dikme) Yöntemi ile Kaplama

İyon aşılması çok yüksek enerjili iyonların taban (substrate) yüzeyine gönderildiği bir yüzey geliştirme uygulamasıdır. Neredeyse her tür atomun iyonları bu yöntemle aşılabilir. Nanoteknolojinin son yıllardaki gelişimi nedeniyle optoelektronik alanındaki çalışmalarda birinci teknik halini alan iyon dikme yöntemiyle amorf ve kristal fazındaki malzemelerin yüzeylerine belli derinliklere ulaşacak şekilde farklı enerjilerde iyonlardan dikilerek, yüzey değişimleri ve nano boyutlu oluşum eldesi sağlanmakta ve bu yapıların mekanik, elektriksel, optik ve elektronik özellikleri geniş bir şekilde araştırılmaktadır.

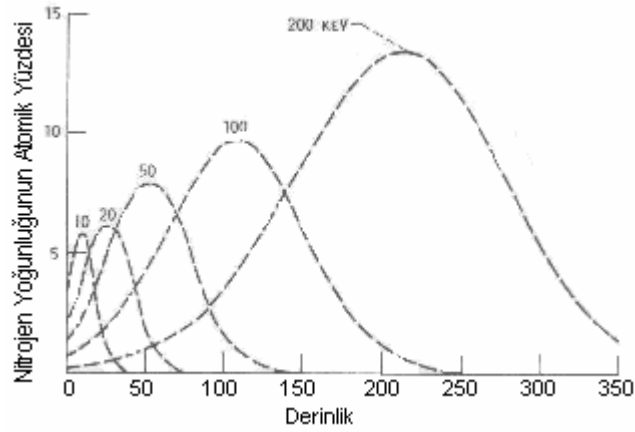
İyon aşılama cihazları, özel olarak tasarlanmış kaynaklarca çok yüksek enerjilerde (10-6000 keV) üretilen iyonları hızlandırır. İyon aşılması, çökeltilerin difüzyon-kontrollü teşekkülü ve yüzey altı mikro yapısının kabalaşmasını en aza indirecek şekilde oda sıcaklığı civarındaki tabanlara da uygulanır.

Düşük uygulama sıcaklığı ve işlemin çok iyi vakumlu (10^{-5} torr veya daha iyi) hızlandırıcılarda yapılması temiz yüzey eldesi sağlar ve oksidasyon gibi arzu

edilmeyen kimyasal reaksiyonlarını azaltır. İyon aşılması, sadece ışının çevresindeki bölgeleri etkileyen bir uygulamadır, yani sadece iyon ışınına direkt olarak maruz kalan nispeten küçük alanlar aşılabilir. Işıdan daha geniş alanların kaplanması için, ya numune döndürülmelidir veya iyon ışını numune yüzeyi üzerinde hareket ettirilmelidir.

Şekil 2.4 iyon ışını enerjisinin bir fonksiyonu olarak demire iyon aşılmalı azot dağılımını göstermektedir. İyon aşılmasının ince tabaka derinliği, azot aşılmalı yüzey tabakasının çok yüksek mukavemet veya sertlikleri ile dengelenmektedir. İyon aşılmalı karışık, denge dışı bir uygulama olup boşluklar ve ara yer nokta hataları şeklinde çok miktarda örgü hatası meydana getirir. Yüze denge çözünürlük sınırından çok daha fazla atom sokulur. Gerçekte, tabanın örgü yapısına kıyasla önemli ölçüde farklı boyutlu çok sayıda atomun varlığından dolayı amorf yapılar veya yarı kararlı fazlar meydana gelebilir. Her bir iyon çok sayıda nokta hatası meydana getirebilir. Aşılmalı iyonlar, örgü hataları ve bunların sonucunda oluşan basma gerilmelerinin hepsi, aşılmalı tabakanın çok yüksek mukavemet ve sertlik kazanmasına yardımcı olurlar.

İyon aşılmalı yüzeylerin ve ince yüzey tabakalarının özellikleri iyon aşılmasını çok özel uygulamalar için elverişli kılar. Parça yüzeyi kendiliğinden değiştiği için, yüksek sertlikli kaplama tabakalarında bazen karşılaşılan yapışma (adhesion) problemi ortaya çıkmaz. Hatta iyon aşılması genellikle çok az bir ısıtma ile yapıldığı için, boyutsal kararlılık mükemmeldir.



Şekil 2.4. Farklı ışın enerjilerinde gerçekleştirilmiş demir aşılama için derinliğe bağlı olarak azot yoğunluğunun değişimi

2.3.4. Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi ile Kaplama (PVD)

Fiziksel buhar biriktirme (PVD), katı bir kaynağın vakum altında atomik boyuta indirgenmesi veya buharlaştırılması ve bu maddenin kaplama oluşturmak için taban üzerine biriktirilmesidir. PVD işlemi yüzyılı aşkın bir süredir bilinmesine rağmen, teknik ile ilgili ilk patent 50 yıl önce alınmıştır. PVD işleminin tribolojik amaçlı kaplamaların üretiminde kullanılması son 10 yılda yaygınlaşmıştır. PVD tekniği, yüksek güç elektrik ve elektroniğinde, vakum teknolojisinin gelişmesinden sonra büyük bir gelişme göstermiştir. PVD'nin gelişmesinde en büyük rolü plazma destekli (iyon kaplama ve reaktif) PVD türlerinin geliştirilmesi oynamıştır. Plazma destekli PVD tekniklerinin gelişmesi ile,

- 1) kaplanacak parçaların ısıtma sırasında sıçratma (sputtering) mekanizması ile temizlenmesi,
- 2) kaplanacak malzemenin kaplanacak yüzeye difüzyonu,
- 3) daha yoğun kaplama yapısı,
- 4) düşük sıcaklıklarda bile iyi bir kaplama yapısı ve buna bağlı olarak gelişen özellikler,
- 5) parçaların ısıtılmasında ekstra bir ısıtıcı kaynağa ihtiyaç göstermemesi ve
- 6) yüksek birikme hızları

sağlanabilmiş olması dolayısıyla aşınma ve sürtünme uygulamaları için çok uygun özellikli (yüzeğe çok iyi yapışan, yüksek sertlikte, yoğun) seramik kaplamalar üretilmeye başlanmıştır.

2.3.5. Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi ile Kaplama (CVD)

Kapalı bir kap içerisinde ısıtılmış malzeme (taban madde) yüzeyinin, taşıyıcı bir gazın kimyasal reaksiyonu sonucu oluşan katı bir tabaka ile kaplanması 'kimyasal buhar biriktirme (CVD)' yöntemi olarak tanımlanır. Yöntem, temelde 'buhar fazından' ve basıncı istenilen değerlere ayarlanmış bir ortamda 'kimyasal (reaksiyonlarla) olaylarla' katı kaplama malzemesi üretilmesine dayanmaktadır.

Bileşenler kaplama hücresi (kapalı reaksiyon hücresi), numune (yüzeyi temizlenmiş, nihai formda), kaplanacak metalin buhar fazı bileşenleri (XCl_2 , XCl_3 , XF , v.b.) şeklinde sıralanabilir. Uygulama sıcaklığı, 850-1000°C arasındadır. Plazma destekli CVD 500-550 °C arası sıcaklık değerlerini alır. Biriktirilebilen kaplamalar aşağıda verilmiştir:

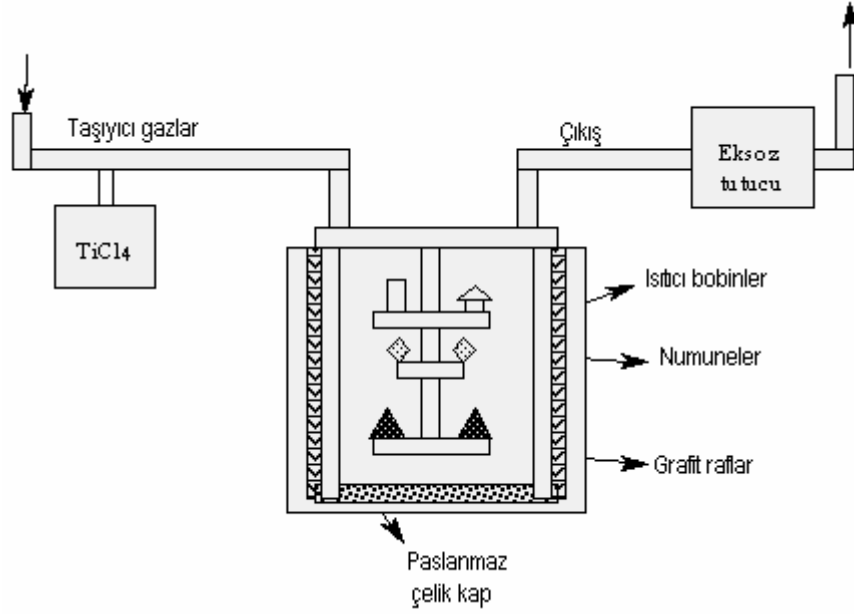
Oksitler : Özellikle alüminyumoksit

Nitrürler : TiN ve silisyumnitrür

Karbürler : TiC, kromkarbür, kırıcı metallerinin karbürleri

Borürler : TiB₂, nikelborür, demirborür

Karbonitrürler : DLC (elmas benzeri kaplamalar), çok katmanlı kaplamalar. Şekil 2.5'de CVD yöntemine ait mekanizma verilmiştir.



Şekil 2.5. CVD'nin çalışma mekanizması.

2.4. İnce Filmlerde Kalınlık Ölçüm Teknikleri

2.4.1. Film Kalınlığı

Bir kaplamanın kalınlığı üç şekilde elde edilebilir:

- Geometrik kalınlık
- Kütle kalınlığı
- Yapı kalınlığı

Geometrik kalınlık iki yüzeyin ayrılmasıyla elde edilir. Bu yöntemle mikroinç, nanometre, angstrom, mikron mertebelerindeki kalınlıklar ölçülebilir. Kütle kalınlığının aldığı ölçüm mikrogram/cm³ mertebesindedir. Yapı kalınlığı, X-ışını soğurulması ya da elektriksel geçirgenlik gibi bazı yapısal özellikleri ölçer ve filmin yoğunluğuna, mikro yapısına, karışımına, kristalografik yönelimine bağlıdır.

2.4.2. Kalınlık Ölçümündeki Teknikler

Bir ince filmdeki lineer optiksel sabitler olan kırılma indisi, soğurma katsayısını ve ince filmin kalınlığını ölçmede kullanılan teknikler üç grupta toplanabilir. Bu ölçme tekniklerine optik ölçme teknikleri diyebiliriz.

- 1) Fotometri
- 2) Polarimetri
- 3) Elipsometri

Fotometride kutuplanmanın s ve p durumları için T geçirgenliği, polarimetri ve elipsometri tekniklerinde ışık geçişlerindeki faz değişimleri elde edilir. İnce filmlerde, film-hava yüzeyi arasında bir tabaka oluşması ve filmlerin homojen olmaması nedeniyle Bousquet ve Rouard'ın bulduğu ölçüm teknikleri tercih edilir (spektrofotometri, interferometri, polarimetri). Film-hava yüzeyi arasındaki bu geçiş tabakası özellikle Brewster açısı civarında alınan ölçümler için sorun yaratır. Bu nedenle Brewster açısının gerekli olduğu durumlarda elde edilen sonuçlar yeteri kadar hassas olmaz. Ayrıca filmlerin anizotropik olmaları da ölçümler için problem oluşturur. Fakat elipsometri tekniği özellikle taban madde olarak (taşıyıcı) camın kullanıldığı ince filmler için çok duyarlı bir yöntemdir.

2.4.2.1. Fotometri

Bir ince filmin kalınlığı, soğurma katsayısı ve kırılma indisi birbirinden bağımsız üç optiksel fonksiyonun ölçülmesiyle bulunabilir. Bunlar R hava-film yüzeyindeki yansıtma, R' film-taşıyıcı yüzeydeki yansıtma ve T geçirgenliğidir. Bahsi geçen üç fonksiyonda filmin yüzeyine düşen ışığın S veya P kutuplanması için aynı gelme açısında elde edilir.

2.4.2.2. Polarimetri

Bu teknikte filmin kalınlığı, kırılma indisi ve soğurma katsayısı sabitleri, yansımalarındaki faz değişimlerinin ölçülmesiyle elde edilir.

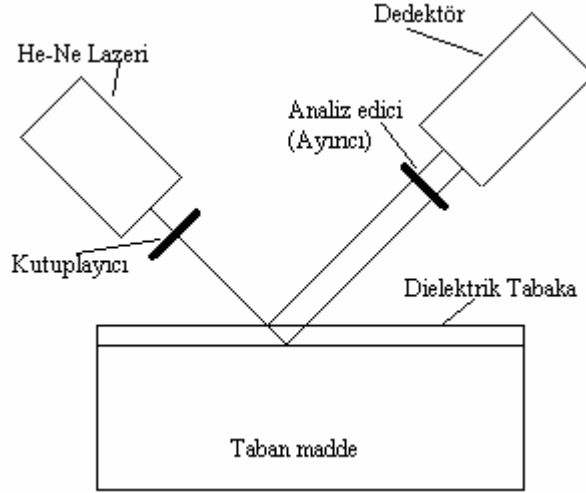
Uygulamalarda optiksel taşıyıcıların üzerine kaplanan yarı geçirgen filmler kullanılır. Bir interferometre tarafından taşıyıcının kaplı olan ve olmayan yüzeyleri arasındaki saçak değişimleri ölçülür. Bu faz değişimleri filmin optiksel sabitlerine karşı çok duyarlıdır. Bu nedenle filmlerin oksit formları ya da eskimiş olmaları tercih edilmelidir.

2.4.2.3. Elipsometri

Optiksel sabitlerin ve çok ince kalınlıkların elde edilmesinde kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemde film içinden geçen ışığın polarizasyonundaki değişim ölçülerek, filmin kalınlığı bulunur. Filmin kalınlığı ancak dielektriğin kırılma indisinin bilinmesiyle elde edilebilir. Bu yöntemle ölçülebilen film kalınlığı 1nm ile sınırlıdır. Ayrıca spektroskopik elipsometri yöntemiyle çok katmanlı ince filmlerin kalınlıkları ölçülebilir. Bu teknik çok yaygın ve konumuzla ilgili olduğu için nasıl uygulandığını inceleyelim. Yöntem geçirgen bir tabaka içinden ışığın geçmesi numunenin kırma indisine bağlı gelen dalganın fazının değiştireyorken, ışığın kutuplanmasına bağlı bir dielektrik ara yüzeydeki yansıma prensibine dayanır. Bir elipsometre 1 nm'den birkaç mikron kadar ince filmlerin kalınlığını ölçmek için kullanılabilir. Tam olarak ince filmlerin kalınlıklarının ölçülebildiği gibi numunenin yapısını bozmadan kimliğinin belirlenmesine ve yüzey hakkında bilgi edinilmesine yapılan uygulamalar yardımcı olmuştur.

Çalışma prensibi:

Bir elipsometrenin çalışma prensibi, aşağıdaki şekilde şematik olarak gösterilmiştir;



Şekil 2.6. Bir elipsometrenin şematik gösterimi

Düzenek; bir lazer (genelde 632,8 nm dalga boyundaki He-Ne lazeri) bir kutuplayıcı ve lineer kutuplu ışıktan itibaren eliptik kutuplu ışık ile dairesel kutuplu ışığa kadar (kutuplayıcının açısının değişmesi ile) değişebilen ve kutuplanmanın yerini belirleyebilen bir çeyrek dalga plakasından oluşmuştur. Işın ilgili filmde yansıtılır ve sonra çözümleyici tarafından analiz edilir. Kullanıcı kutuplayıcının açısını ve çözümleyiciyi en düşük sinyali bulana kadar değiştirir. Çözümleyici sabitlendiği zaman, lineer olarak kutuplanmış numuneden ışık yansırsa minimum sinyal bulunur. Böylece kutuplanmaya giren (başlayan) dikey olan bir kutuplanmayla sadece ışığın geçmesine izin verilir. Geçersiz şart tamamlanırsa, çözümleyicinin açısı yansıyan ışığın kutuplanma yönüyle ilgili olur. Yansımadan sonra lineer olarak kutuplanmış ışığı elde etmek amacıyla, kutuplayıcı her dielektrik arayüzde yansımaları bağlı kutuplanmalar tarafından sebep olan optik gecikme için tamamen dengeyi sağlayan iki gelen kutuplanma arasında bir optik gecikme süresi sağlamalıdır. Her iki polarizasyonun genliği eşit ayarlandığında, yansımadan sonraki genliklerin oranı normale çözümleyicinin açısının tanjantına eşit olur.

2.4.2.4. Taramalı akustik mikroskobu ile ince filmlerin kalınlığının ölçülmesi

Taramalı akustik mikroskobunun (SAM) şeffaf olmayan maddelerin optik yolla içlerine girerek ve maddenin yapısını (özelliğini) bozmaksızın değerlendirme yapabilen bir aygıt olduğu kanıtlanmıştır. SAM maddelerin makroskopik özellikleri kadar iyi mikroskopik özelliklerini keşfetmemizi sağlar. Yani taramalı modelde akustik görüntüleme ölçümleri ve taramasız modelde nicel (niceliğe bağlı) ölçümler yapma şansını verir. Görüntüleme ölçümü maddenin içyapısı, iç yapıyla ilgili kusurlar ve uygulanabilecek işlemler hakkında önemli bilgiler verir. SAM'ın niceliğe bağlı modeli yüzey akustik dalgasının (SAW) zayıflaması ya da daralmasını ve hızını ölçebilir. Böylece bir mikroskopik ölçümde mesafeye gerek duymadan bir taban madde üstüne koyulmuş film kalınlığını ölçmek ve numunenin elastik özelliklerini analiz etmek için kullanılır. Ölçüm hassasiyeti yaklaşık %1 ile %1,5 aralığında olmaktadır. Ayrıca bu teknikle taban madde içeriğine bağlı ince filmlerdeki kalınlık ölçümü ± 5 nm ile ± 40 nm arasında değişir. Hassasiyet yaklaşık 1/10 Rayleigh dalgaboyu ile sınırlı olabilir.

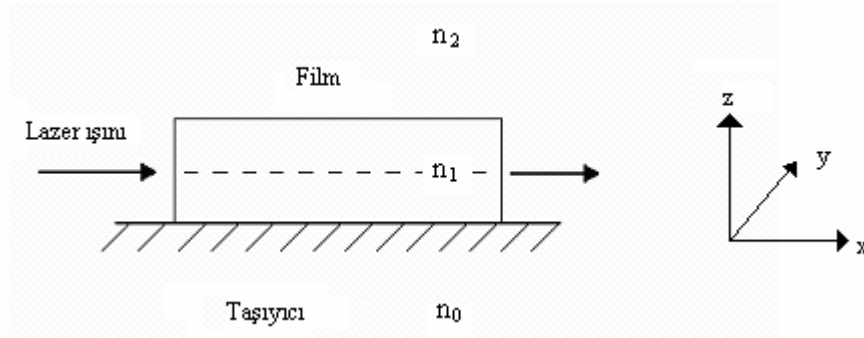
2.4.2.5. Yaygın olarak kullanılan diğer kalınlık ölçüm teknikleri

İnce film kalınlık ölçümlerinde kullanılan diğer bir optik yöntemde dalga klavuzlama tekniğidir. Bu yöntemin en büyük avantajı kalınlık ölçümü için filmin kırılma indisine gerek duyulmamasıdır. Ölçüm sonuçları filmin kalınlığı ve kırılma indisini birlikte verir. Emisyon / FT-IR spektroskopi tekniği, Fourier transform infrared spektrometresini kullanarak katmansal filmlerin kalınlıklarını ölçer. Bu iki yöntem dışında Michelson interferometri ve kütle kalınlığı ölçen X-ray floresan tekniklerinden bahsedilecektir.

Dalga klavuzlama modeli:

Bir ince filmin kalınlık ve kırılma indisinin hesaplanmasında kullanılan bu teknik Tien tarafından bulunmuştur. Bu metodun amacı ışığı ince filmin içinde klavuzlamaktır. Bunun için ince filmin kırılma indisinin ortamın kırılma indisinden büyük olması şarttır ve bu sayede tam yansıma koşulu gerçekleşmektedir.

Bir ortam içinde bir ışık dalgasını kılavuzlamak için üç ayrı ortam mevcuttur. Bir ince film, ince filmin üstünü saran hava ve alt kısımda kalan taban madde yani taşıyıcıdan oluşan bu ortamlar şekilde gösterilmiştir.



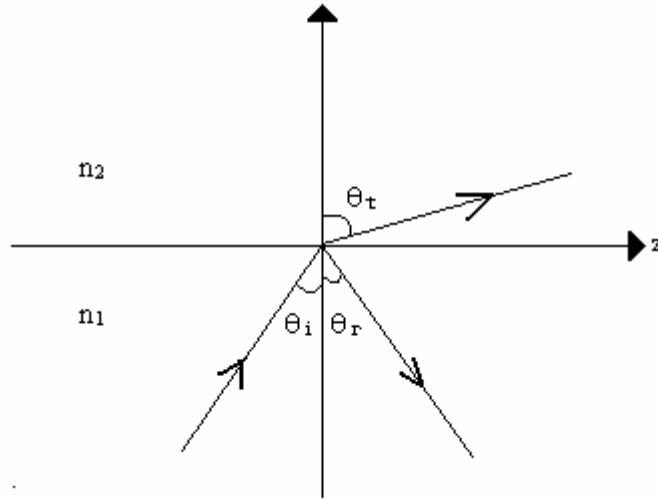
Şekil 2.7. İnce film, hava ve taşıyıcıdan meydana gelen bir dalga kılavuzu

Matematiksel olarak bu problem film-taşıyıcı (taban madde) ve film-hava yüzeylerindeki sınır şartlarına uygun Maxwell denklemlerinin çözümlerini gerektirir. Çözümler ışığın yayılması için üç olası mod gösterir. İlki, ışık dalgası ince film tarafından sınırlandırılır ve kılavuzlanırsa dalga kılavuzu modları olarak adlandırılır. Işık dalgası filmden hava ve taşıyıcının içine yayıldığı zaman hava modları, yalnızca taşıyıcının içerisine yayıldığı zaman taşıyıcının modları olarak adlandırılır. Bu modların tanımlanması basit ve sade bir şekilde Snell'in kırınım kanunu ve toplam iç yansımaya olgusu kullanılarak yapılabilir.

Toplam iç yansımaya :

Bir elektromanyetik dalga, kırılma indisleri n_1 ve n_2 olan farklı iki ortamın sınırına geldiğinde, genelde bu dalganın bir kısmı yansır ve kalanı geçer. Normale θ_i açısı yaparak gelen dalganın Şekil 2.8'de gösterildiği gibi, sırasıyla θ_r ve θ_t açılarında yansıdığını ve geçtiğini varsayıyoruz. Bu açılar arasındaki bağıntı yansımaya ve kırılma kanunlarıyla verilmiştir.

$$\theta_i = \theta_r \quad \text{ve} \quad n_1 \sin \theta_i = n_2 \sin \theta_t \quad (2.4)$$



Şekil 2.8. $n_1 > n_2$ olacak şekilde iki ortamı ayıran ara yüzeye gelen elektromanyetik dalganın davranışının gösterilmesi.

Bir elektromanyetik dalga $n_1 > n_2$ olacak şekilde farklı iki ortamın sınırına geldiğinde, dalga normalden uzaklaşarak diğer ortama geçer. Yani $\theta_i < \theta_r$ olur ve θ_i büyüdükçe θ_t de büyür. $\theta_i = \theta_c$ olduğunda (θ_c : sınır açısı) dalga iki ortamı ayıran sınır çizgisini takip eder. Bu durumda $\theta_t = 90^\circ$ dir. Ayrıca

$$\theta_c = \sin^{-1}\left(\frac{n_2}{n_1}\right) \quad (2.5)$$

olur. $\theta_i > \theta_c$ olduğunda gelen ve yansıyan demetlerin şiddetlerinin aynı olduğu ve kırılan demet olmadığı görülmüştür. Bu toplam iç yansımadır. Tekrar burada

$$\cos\theta_c = (1 - \sin\theta_i)^2 \quad (2.6)$$

olur. Buradaki $\sin^2\theta_t$ (2.4) eşitliğinden yerine yazılırsa aşağıdaki denklem elde edilir.

$$\cos\theta_t = \left[1 - \left(\frac{n_1}{n_2}\right)^2 \sin\theta_i\right]^{1/2} \quad (2.7)$$

$\theta_i > \theta_c$ olduğundan,

$$\sin\theta_i > \frac{n_2}{n_1} \quad (2.8)$$

denklemini elde edilir ve $\cos\theta_t$ 'nin sanal olacağı anlaşılacaktır. Buradan;

$$\cos\theta_t = \pm iB \quad (\theta_i > \theta_c) \quad (2.9)$$

$$B = \left[\left(\frac{n_1}{n_2} \right)^2 \sin^2\theta_i - 1 \right]^{1/2} \quad (2.10)$$

yazabiliriz.

Fresnel eşitlikleri geçen ve yansıyan elektrik alanların (E_t , E_r) gelen E_i alanına göre büyüklüyle ilgilendirler. Elektrik alan vektörünün gelme düzlemine dik ve paralel olduğu durumları sırasıyla E^\perp ve E^\parallel ile göstereceğiz. Şimdi gelen ve yansıyan demetler arasında oluşan farkını hesaplayalım. Öncelikle elektrik alan vektörünün gelme düzlemine dik olduğu durumu inceleyelim. Fresnel eşitliklerinden gelme düzlemine dik durum için yansıyan ve gelen elektrik alan vektörlerinin oranı aşağıdaki denklem ile gösterilir:

$$\frac{E_r^\perp}{E_i^\perp} = \frac{A + iB}{A - iB} \quad (2.11)$$

Burada,

$$A = \frac{n_1}{n_2} \cos\theta_i \quad (2.12)$$

dir. Böylece

$$\frac{E_r^\perp}{E_i^\perp} = \frac{\cos\psi + i\sin\psi}{\cos\psi - i\sin\psi} = \frac{\exp(i\psi)}{\exp(-i\psi)} = \exp(2i\psi) \quad (2.13)$$

ve

$$\tan\psi = \frac{\sin\psi}{\cos\psi} = \frac{B}{A} = \frac{n_2 \left[\left(\frac{n_1}{n_2} \right)^2 \sin^2\theta_i - 1 \right]^{1/2}}{n_1 \cos\theta_i} \quad (2.14)$$

veya

$$\tan\psi = \frac{\sin^2\theta_i - \left(\frac{n_2}{n_1} \right)^{1/2}}{\cos\theta_i} \quad (2.15)$$

yazılabilir. Benzer şekilde elektrik alan vektörlerinin gelme düzlemine paralel durumu için yansıyan ve gelen elektrik alan vektörlerinin oranı aşağıdaki denklemler ile verilir:

$$\frac{E_r''}{E_i''} = \exp(2i\delta) \quad (2.16)$$

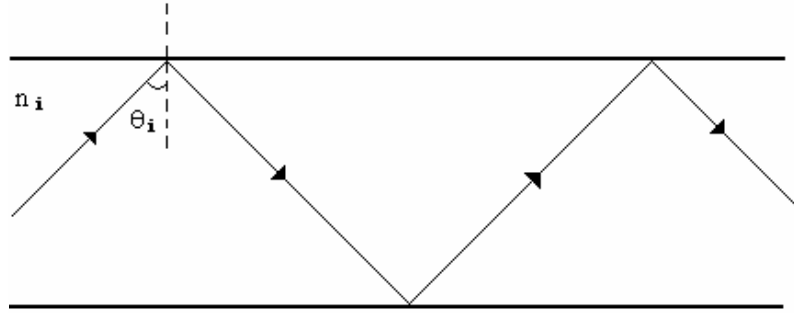
$$\tan\delta = \left(\frac{n_1}{n_2} \right)^2 \tan\psi \quad (2.17)$$

dır. E^\perp ve E^\parallel için yansımadaki faz değişimleri sırasıyla 2ψ ve 2δ ile verilirler. Her iki durumda da E_r faz olarak E_i 'nin önündedir.

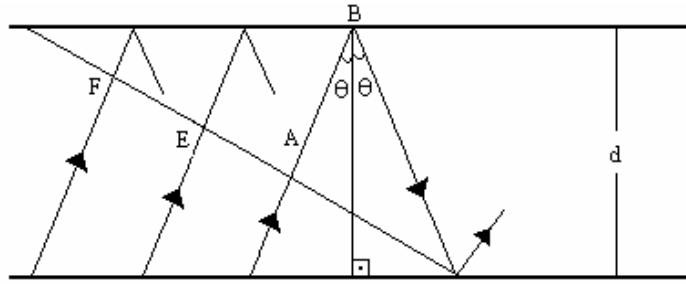
Düzlemsel dielektriksel dalga kılavuzu :

Şimdi $n_2 < n_1$ olacak şekilde, n_2 kırılma indisli iki ortam asına sıkıştırılmış, n_1 kırılma indisli ve d kalınlıklı bir katman optiksel dalga kılavuzunu inceleyeceğiz. Bir ışık demeti Şekil 2.9'da gösterildiği gibi böyle bir dalga kılavuzu içerisinde zig-zag çizerek ilerleyecektir. Bunun olabilmesi için toplam iç yansımanın gerçekleşmesi gerekir (yani $\theta_i > \theta_c$). Şekil 2.9'da sadece bir demet çizmemize rağmen gerçekte birbirinden farklı yerleştirilmiş sonsuz sayıda böyle dalga, kılavuz boyunca ilerleyecektir.

Gerçekte demetler Şekil 2.10'da gösterildiği gibi düzlem dalga cephelerinde normal olarak çizilen doğru çizgileri temsil eder ve aynı dalga cephesi boyunca özdeş fazlara sahip olurlar.



Şekil 2.9. $n_2 < n_1$ ve $\theta_i > \theta_c$ olacak şekilde ışık demetlerinin dalga kılavuzundaki zig-zag yolu



Şekil 2.10. Bir düzlemsel dalga kılavuzu içerisinde aynı θ_i açısına sahip demet yolları. Bir dalga cephesi aynı faza sahip olmak zorunda olan F,E,A,C noktaların bir araya getirecek şekilde gösterimi.

Şekil 2.10'daki dalga cephesini ele alırsak, A ve C noktalarında aynı demetin yukarı yönde hareket eden parçalarının ikisiyle kesiştiğini görürüz. C noktasındaki faz A noktasındaki fazdan 2π 'nin katları şeklinde değişme zorundadır. Aksi takdirde ışığın kılavuz boyunca düzgün bir şekilde ilerlemesini imkânsız kılan yıkıcı girişim elde edilir. Burada A ve C noktaları arasındaki demet yolu boyunca hareket

$$(AB + BC)2\pi n_1 / \lambda_0 - 2\phi \quad (2.18)$$

ifadesindeki kadar bir toplam faz değişimi içerir (λ_0 : boşluktaki dalga boyu). Buradaki ilk terim $AB + BC$ yolundan, ikinci terim B ve C noktalarındaki iki faz

değişiminden doğar. Elektrik alanın gelme düzlemine paralel veya dik olmasına bağlı olarak ϕ , 2ψ ve 2δ ile verilecektir. ABC üçgeninden

$$AB = BC\cos 2\theta \quad (2.19)$$

ve

$$AB + BC = BC(\cos 2\theta + 1) \quad (2.20)$$

dir. Buradan

$$\cos 2\theta = 2\cos^2\theta - 1 \quad (2.21)$$

$$AB + BC = 2BC\cos^2\theta \quad (2.22)$$

olur. Ayrıca BDC üçgeninden;

$$BC\cos\theta = d \quad (2.23)$$

$$AB + BC = 2BC\cos\theta \quad (2.24)$$

sonucuna ulaşırız. Böylece toplam faz değişimi ifademiz aşağıdaki hali alır:

$$\frac{4\pi n_1 d \cos\theta}{\lambda_0} - 2\phi \quad (2.25)$$

C noktasındaki fazın A noktasından 3π 'nin katları şeklinde değişmesi gerektiğinden mod için ilerleme şartı,

$$\frac{4\pi n_1 d \cos\theta}{\lambda_0} - 2\phi = 2\pi m \quad (2.26)$$

veya

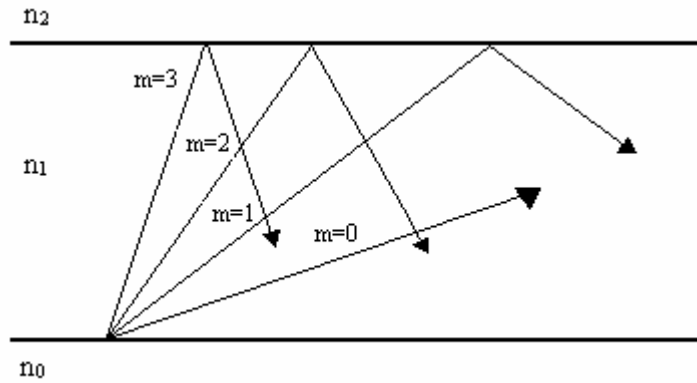
$$k = \frac{2\pi}{\lambda_0} \quad (2.27)$$

$$2kn_1d \cos\theta_i - 2\phi = 2\pi m \quad (2.28)$$

şeklindedir. Burada m bir tam sayıdır. Her bir m değerine karşılık gelen bir θ_m değeri vardır (bkz. Şekil 2.11). 2.28 eşitliğinden,

$$\cos\theta_m = \frac{(m\pi + \phi)}{kn_1d} \quad (2.29)$$

bulunur.



Şekil 2.11. Bir düzlemsel dalga kılavuzu boyunca ilk dört TE moduna gelen kılavuz açıları

θ sadece θ_c ile $\pi/2$ arasında değerler alabilir. Bu durumda θ_m 'in alabileceği en küçük değer θ_c olur. θ_m 'in en küçük değerine karşılık gelen m değeri en büyük olur. Bu değeri (2.28) eşitliğini düzenleyerek hesaplayabiliriz.

$$m = \frac{kn_1d \cos\theta}{\pi} - \frac{\phi}{\pi} \quad (2.30)$$

Toplam iç yansıma için

$$\sin\theta_m > n_2/n_1 \quad (2.31)$$

Olması gerektiği ve buna bağlı olarak

$$\cos\theta_m < \left[1 - (n_2/n_1)^2\right]^{1/2} \quad (2.32)$$

Olmalıdır. Sonuç olarak

$$m \leq \frac{kn_1d}{\pi} \left[1 - \left(\frac{n_2}{n_1}\right)^2\right]^{1/2} - \frac{\phi}{\pi} \quad (2.33)$$

veya

$$m \leq \frac{2V}{\pi} - \frac{\phi}{\pi} \quad (2.34)$$

olmalıdır. Burada.

$$V = \frac{kn_1d}{2} \left[1 - \left(\frac{n_2}{n_1}\right)^2\right]^{1/2} = \frac{\pi d}{\lambda_0} (n_1^2 - n_2^2)^{1/2} \quad (2.35)$$

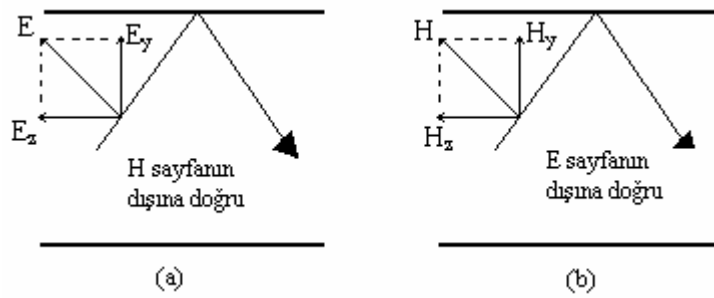
dir. V bazen normalleştirilmiş film kalınlığı veya normalleştirilmiş frekans olarak bilinir. Her biri m değeri, dalga kılavuzu içindeki bir ayrık dalga deseni veya mod ile beraberdir. Eğer

$$m > 2\left(\frac{V}{\pi}\right) - \frac{\phi}{\pi} \quad (2.36)$$

ise toplam iç yansımaya şartı sağlanmayacaktır. Bir ara yüzey üzerine gelen elektromanyetik dalga iki farklı durumdan söz etmiştik.

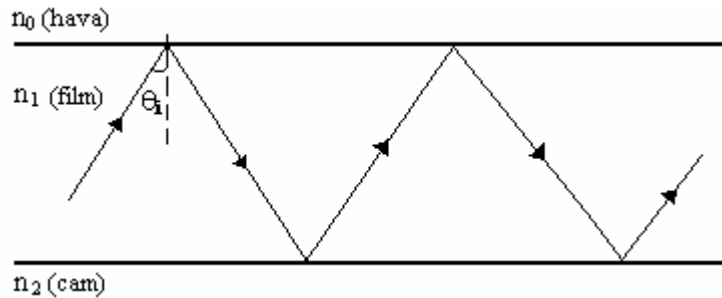
Bunlardan birisi E gelme düzlemi içinde (E^{\parallel}), diğeri E gelme düzlemine dik (E^{\perp}) olduğu durumdur. Toplam iç yansıma gerçekleştiğinde bu iki hal farklı faz kaymaları içerir.

Böylece iki bağımsız mod setinin ortaya çıkması sağlanır. Bu mod setleri enine manyetik (TM) ve enine elektrik (TE) olarak adlandırılır. TM modu H_x , E_y ve E_z alan bileşenlerini içerirken, TE modu E_x , H_y ve H_z bileşenlerinden oluşur (Şekil 2.12).



Şekil 2.12. a) Gelme düzlemindeki E'li bir ışın, bir TM moduna karşılık gelen H_x , E_y ve E_z üç alan bileşeni açığa çıkar. b) Gelme düzlemindeki H ile verilen demette ise, bir TE moduna karşılık gelen E_x , H_y ve H_z bileşenleri açığa çıkar

Şimdi de cam üzerine kaplanmış ince filmin optiksel dalga kılavuzunu inceleyelim. Burada n_1 kırılma indisli ince film, n_0 kırılma indisli hava ve n_2 kırılma indisli cam arasına sıkıştırılmış bir ortam gibi düşünülür. Toplam iç yansıma durumunda (yani $\theta_i > \theta_c$) ışığın ince filmde ilerlemesi Şekil 2.13'deki gibi olacaktır.



Şekil 2.13. $n_1 > n_2 > n_0$ ve $\theta_i > \theta_c$ olacak şekilde ışığın ince film içinde kılavuzlanması

Şekil 2.13'de sadece bir demetin kılavuz boyunca ilerlemesi gösterildi. Gerçekte böyle birçok demet kılavuz boyunca ilerleyebilir. Daha önce elde ettiğimiz sonuçları buraya uygularsak (2.28) eşitliğinden

$$2kn_1d \cos \theta_1 - 2\phi_{10} - 2\phi_{12} = 2\pi m \quad (2.37)$$

eşitliği elde edilir. Burada ϕ_{10} ve ϕ_{12} sırasıyla hava ve camdaki yansımalarından kaynaklanan faz değişimleridir, ϕ_{10} ve ϕ_{12} faz değişimlerini

TE modu için:

$$\tan \phi_{10} = \frac{(n_1^2 \sin^2 \theta_1 - n_0^2)^{1/2}}{n_1 \cos \theta_1} \quad (2.38)$$

$$\tan \phi_{12} = \frac{(n_1^2 \sin^2 \theta_1 - n_2^2)^{1/2}}{n_1 \cos \theta_1} \quad (2.39)$$

TM modu için:

$$\tan \phi_{10} = \frac{n_1^2 (n_1^2 \sin^2 \theta_1 - n_0^2)^{1/2}}{n_0^2 n_1 \cos \theta_1} \quad (2.40)$$

$$\tan \phi_{12} = \frac{n_1^2 (n_1^2 \sin^2 \theta_1 - n_2^2)^{1/2}}{n_2^2 n_1 \cos \theta_1} \quad (2.41)$$

eşitliklerinden elde edebiliriz. Buradan da hareketle film kalınlığı

$$\beta = kn_1 \sin \theta_1 \quad (2.42)$$

olmak üzere TE modunda

$$V(1-b)^{1/2} = m\pi + \tan^{-1}\left(\frac{b}{1-b}\right)^{1/2} + \tan^{-1}\left(\frac{b+a}{1-b}\right)^{1/2} \quad (2.43)$$

eşitliğiyle hesaplanır. Burada,

$$V = kd(n_1^2 - n_2^2)^{1/2} \quad (2.44)$$

$$b = \frac{(\beta^2/k^2 - n_2^2)}{n_1^2 - n_2^2} \quad (\text{normalleştirilmiş kılavuz indisi}) \quad (2.45)$$

$$\beta/k = n_1 \sin \theta_1 \quad (\text{efektif kılavuz indisi}) \quad (2.46)$$

$$a = \frac{n_2^2 - n_0^2}{n_1^2 - n_2^2} \quad (2.47)$$

ve TM modunda film kalınlığı

$$V\left(\frac{q_s^{1/2} n_1}{n_2}\right)(1-b)^{1/2} = m\pi + \tan^{-1}\left(\frac{b}{1-b}\right)^{1/2} + \tan^{-1}\left(\frac{b+a(1-bf)}{1-b}\right)^{1/2} \quad (2.48)$$

ifadesiyle bulunur. Burada;

$$b = \frac{(\beta^2/k^2 - n_2^2)}{(n_1^2 - n_2^2)(n_1^2/n_2^2 q_s)} \quad (2.49)$$

$$q_s = \left[\frac{(\beta^2/k^2)}{-n_1^2} + \frac{(\beta^2/k^2)}{n_2^2} - 1 \right] \quad (2.50)$$

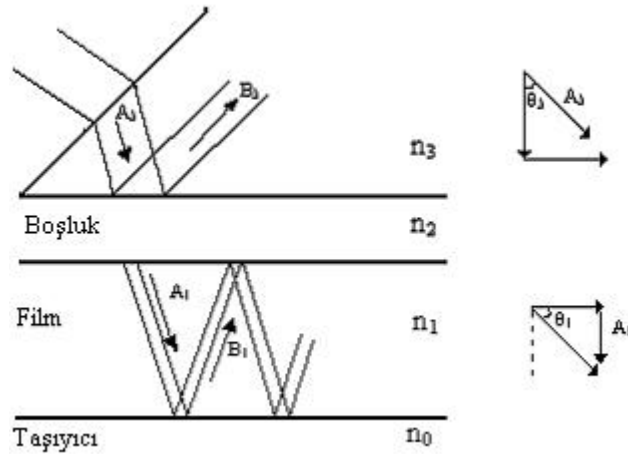
$$a = (n_2^4 - n_0^4)/(n_2^2 - n_0^2)/(n_1^2 - n_2^2) \quad (2.51)$$

$$f = \left(1 - \frac{n_2^2}{n_1^2}\right) \left(1 - \frac{n_0^2}{n_1^2}\right) \quad (2.52)$$

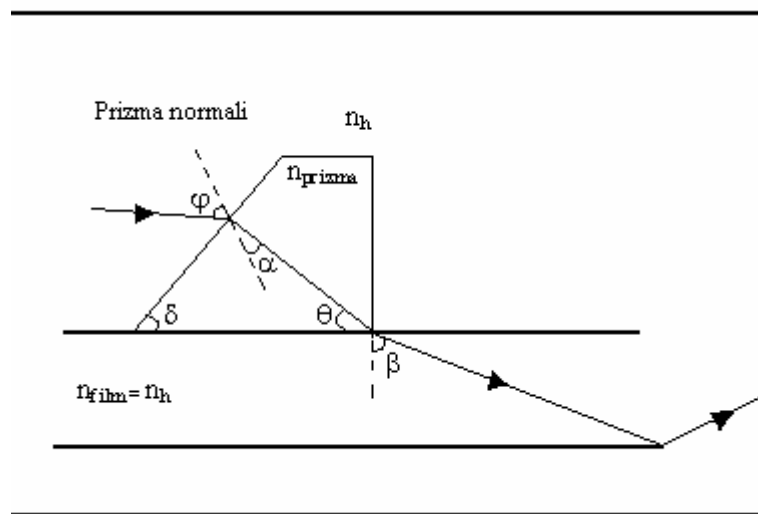
şeklindedir.

Prizma-çiftlenimi :

Prizma-çiftlenimi yöntemiyle lazer ışını ince film içinde ya da dışında verimli bir şekilde kılavuzlanabilir. Ayrıca bu düzenekler, ince filmin yapısı içinde yayılan herhangi bir ışık dalgasının tek bir modunu harekete geçirebilir.



Şekil 2.14. Prizma-film çiftlenimi



Şekil 2.15. Uygun faz şartı gösterimi

Şekil 2.14 bir prizma-film çiftini göstermektedir. İnce filmin içindeki tüm olası dalga kılavuzu modlarının hareketine geçirebilmek için prizmanın kırılma indisi n , filmin kırılma indisi n_1 den daha büyük olmalıdır. Gelen dalga prizmanın içine girdikten sonra prizmanın tabanında toplam yansıma gerçekleşir.

Prizmanın tabanındaki elektromanyetik alanın sınır şartları, prizma içindeki ışığın dalga vektörünün yatay bileşeninin kılavuz içindeki dalganın yatay bileşenine eşit olmasını gerektirir. Bu şart uygun faz şartı olarak adlandırılır. Bu koşul gerçekleşirse özel bir θ açısı için bir dalga kılavuzu modu içerisinde çiftlenim olayı meydana gelir.

Snell yasasından

$$\frac{\sin \varphi}{\sin \alpha} = \frac{n_p}{n_h} \quad (2.53)$$

$$\alpha = \sin^{-1}(\sin \varphi / n_p) \quad (2.54)$$

yazılabilir. Eğer yukarıdaki eşitlikleri kullanırsak,

$$(90 + \alpha) + \theta + \delta = 180 \quad (2.55)$$

$$\theta = 90 - (\alpha + \delta) \quad (2.56)$$

ifadesini dalga kılavuzu modu için elde etmiş oluruz. Eşitliklerde kullanılan n_h havanın kırılma indisi, n_p prizmanın kırılma indisi, φ mod açısı, δ prizma açısını temsil eder. Bir ara yüzey üzerine gelen dalga için iki durum söz konusudur. Bunlardan ilki ışığın elektrik alanının gelme düzlemi içinde, diğeri ise gelme düzlemine dik olduğu durumdur. Dalga kılavuzlandığında bu iki hal farklı faz kaymalarını içerir. Böylece iki mod setinin ortaya çıkması sağlanır. Bu mod setleri enine manyetik (TM) ve enine elektrik (TE) olarak adlandırılır. TM modu H_x , E_y ve E_z alan bileşenlerini içerirken, TE modu E_x , H_y ve H_z bileşenlerinden oluşur. TE ve TM modunda film kalınlıkları (2.42) ve (2.48) eşitliklerinden hesaplanabilir.

Prizma-çiftlenimi dalga kılavuzlama tekniğine dayanan metotlardan biridir. Işık dalgasının TE ve TM modları için ayrı ayrı ϕ mod açıları ölçülür ve bu açı değerleri kullanılarak film için etkin mod indisleri hesaplanır. Son olarak filmin kalınlığı ve bulk kırılma indisi bir bilgisayar programı ile hesaplanır.

2.4.2.6. Michelson interferometresi ve X-ışını soğurulması

Michelson interferometresi, ışığın bölünmesinden faydalanarak yol farkını ölçer. Farklı optik yol uzunlukları yapıcı ve yıkıcı girişim deseni verir. Yol farkı ışığın dalga boyunun ve saçak sayısının bilinmesiyle hesaplanabilir. Bu yöntemle ölçülebilen kalınlık 300-200000 Å arasındadır. X-ışını soğurulma yöntemi malzemenin birim alan başına düşen kütlesini ölçer. Varsayılan bir yoğunluk yardımıyla alınan ölçümler kalınlık olarak ifade edilebilir. Ölçülebilen kalınlık malzemeye bağımlı olarak 100 nm ile 40 mikron arasında değişir.

2.4.2.7. Geçirmeli elektron mikroskobu (TEM)

Laboratuar bünyesinde bulunan bu elektron mikroskobu şu an da Türkiye'nin ve dünyanın en gelişmiş (TEM) geçirmeli elektron mikroskoplarından bir tanesidir. 300 KV'luk bu elektron mikroskobu ile alaşımların, metallerin, ince filmlerin, vb.'nin iç yapısı hakkında 1 cm'nin 1/100.000.000 mertebesinde inceleme yapılabilir.

Yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlar bir numune üzerine gönderilirse, elektronlar ile numune atomları arasında çeşitli etkileşimler olur ve numuneden değişik enerjide elektronlar ve x-ışınları çıkar. Bu etkileşimlerden yararlanılarak numunenin incelenmesi elektron mikroskobunun prensibini oluşturur. Eğer hızlandırılmış elektronlar ince numune üzerine gönderilmiş ise, elektronların bir kısmı etkileşmeden diğer kısmında Bragg şartları sonucu kırınımına uğrayarak numunenin alt yüzünden dışarı çıkar. Bu tür elektronları kullanarak numunenin iç yapısının incelenmesi geçirmeli elektron mikroskobunda yapılır (Transmission Electron Microscope, TEM) Elektron mikroskopları temel olarak ve fonksiyonel olarak, optik mikroskopların aynısıdır.

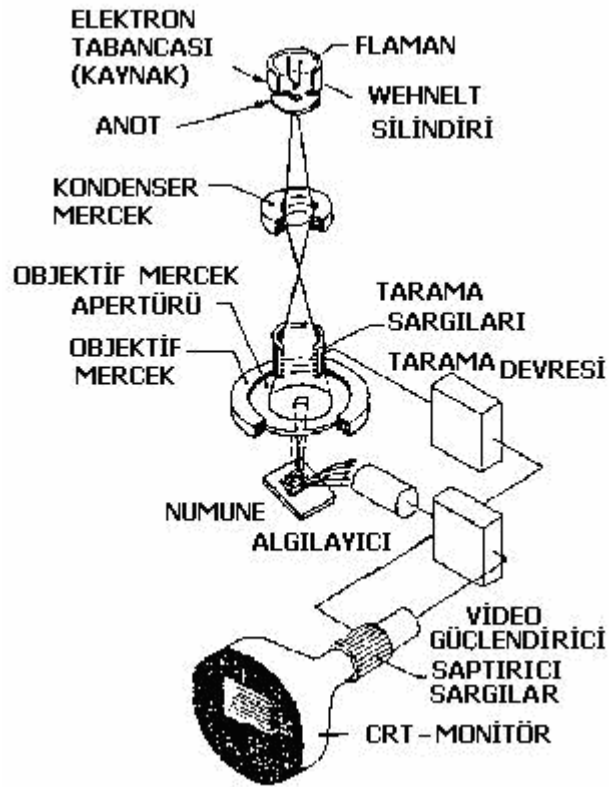
Yani her iki mikroskopta çıplak gözle görülemeyen cisimleri büyütmek için kullanılır. İkisi arasındaki fark ise, optik mikroskopta ışık ışını, elektron mikroskobunda elektron kullanılmasıdır.

2.4.2.8. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir.

Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir.

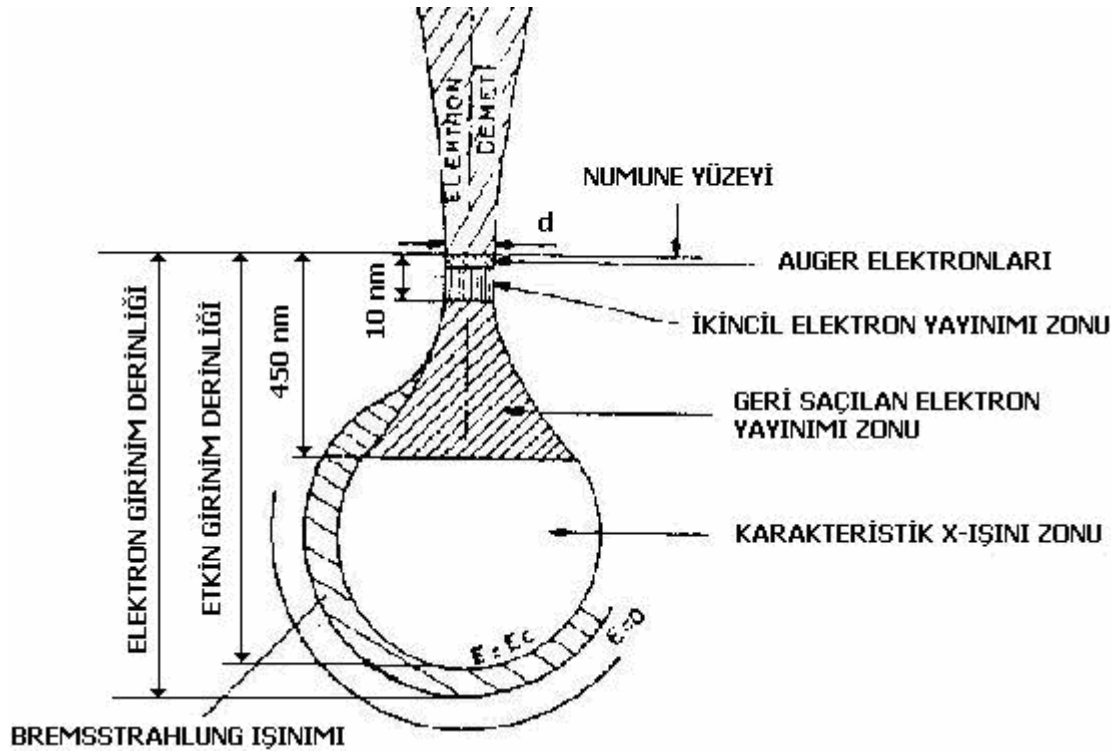
Taramalı Elektron Mikroskobu Optik Kolon, Numune Hücresi ve Görüntüleme Sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır (Şekil 2.16). Optik kolon kısmında; elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için kondenser mercekleri, demeti numune üzerinde odaklamak için objektif merceği, bu merceğe bağlı çeşitli çapta delikler ve elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10^{-4} Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır.



Şekil 2.16. Taramalı elektron mikroskobunun şematik yapısı

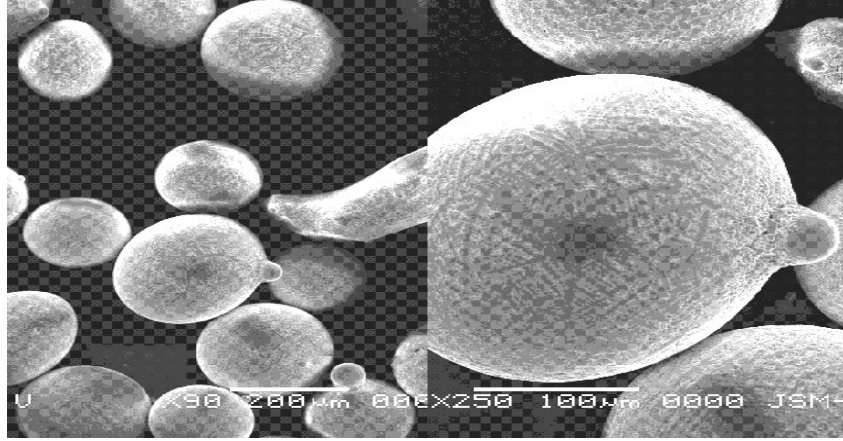
Demet Numune Etkileşimi ve Sonuçları :

Yüksek voltaj altında ivmelendirilen elektron demeti ile numune arasındaki etkileşim sonuçları Şekil 2.17’de şematik olarak gösterilmektedir. Bu girişim hacmi su damlası görünümü olarak tanımlanır. Yüksek enerjili demet elektronları numune atomlarının dış yörünge elektronları ile elastik olmayan girişimi sonucunda düşük enerjili Auger elektronları oluşur. Bu elektronlar numune yüzeyi hakkında bilgi taşır ve Auger Spektroskopisinin çalışma prensibini oluşturur. Yine yörünge elektronları ile olan girişimler sonucunda yörüngelerinden atılan veya enerjisi azalan demet elektronları numune yüzeyine doğru hareket ederek yüzeyde toplanırlar. Bu elektronlar ikincil elektron (secondar electrons) olarak tanımlanır. İkincil elektronlar numune odasında bulunan sintilatörde toplanarak ikincil elektron görüntüsü sinyaline çevrilir. İkincil elektronlar numune yüzeyinin 10 nm veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır.



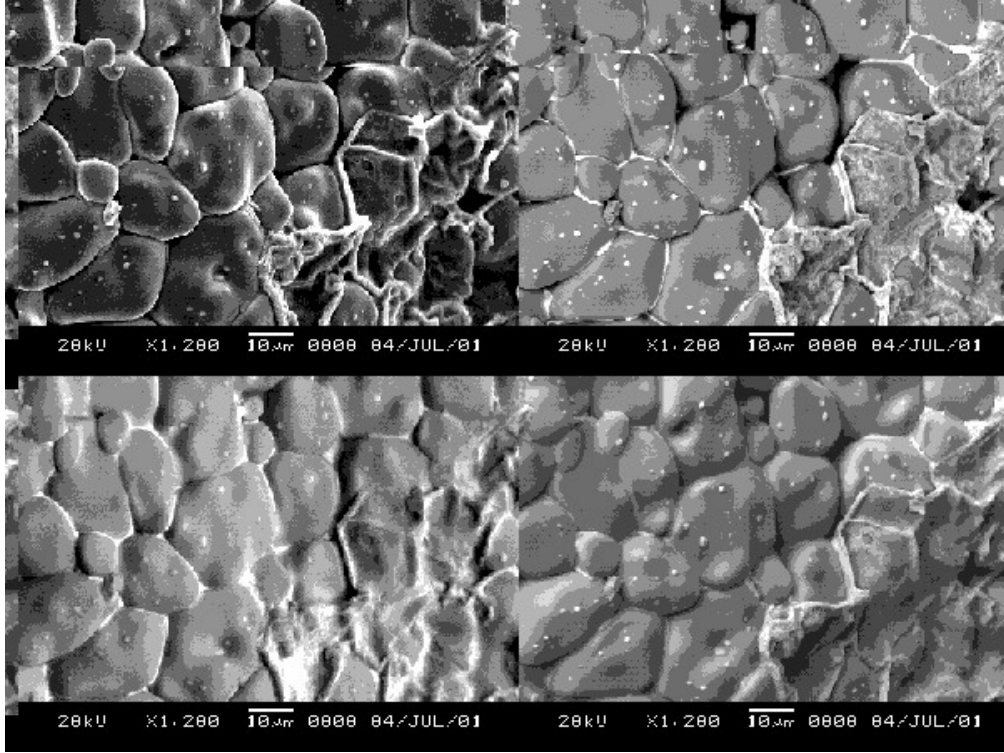
Şekil 2.17. Elektron demeti ile numune etkileşimi

Şekil 2.18’de bronz toz numunesinin topografik görüntüsü görülmektedir. Ayrıca numune atomları ile elektron demeti arasında elastik olmayan girişimler sonucu numunede karakteristik X-ışınları ve sürekli ışımlar da meydana gelmektedir. Karakteristik ışımlar, dalga boyu veya enerji dağılımlı X-ışını analitik sistemlerde değerlendirildiğinde, numunenin kimyasal bileşimi hakkında bilgi vermektedir. Bu yöntem Elektron Mikroprob Analizi olarak bilinir. Ancak söz konusu analitik sistemler Fakültemizdeki JSM-5600 Taramalı Elektron Mikroskopunda henüz bulunmamaktadır.



Şekil 2.18. Toz metalurjisinde kullanılan bronz tozlarının küçük ve yüksek büyütmelede ikincil elektron görüntüsü.

Numune üzerine odaklanan elektron demeti, numune atomları ile ayrıca elastik girişimlerde de bulunabilir. Bu girişimlerde demet elektronları, numune atomlarının çekirdeğinin çekim kuvveti ile saptırılarak numune yüzeyinden geri saçılmaktadır. Bu elektronlar geri saçılmış (back scattered) elektronlar olarak tanımlanır ve objektif merceğin altında yer alan özel üç adet silikon dedektörde (A, B, C) toplanarak görüntü oluşumunda kullanılır. Böyle bir görüntü geri saçılmış elektron görüntüsü olarak tanımlanır. Geri saçılmış elektron miktarı, numunenin atom numarasıyla orantılıdır. Bu nedenle geri saçılmış elektron görüntüsü özellikle çok fazlı sistemlerde atom numarası farkına dayanan kontrast içerir. Geri saçılmış elektron dedektöründe sinyaller toplandığında (A+B) atom numarası kontrastına bağlı kompozisyon görüntüsü elde edilir. Eğer sinyal farkı alınarak görüntü elde edilirse (A-B), topografik bileşim görüntüsü oluşur. Ayrıca üçüncü algılayıcı (C), bir açı altında tutulup sinyaller toplandığında (A+B+C) gölge görüntüsü de elde edilir. Söz konusu görüntü türlerine örnek Şekil 2.19’da verilmiştir. Geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlara göre numune yüzeyinin daha derin bölgesinden geldiği için görüntünün ayırım gücü düşüktür. Bu nedenle geri saçılmış elektron görüntüleri en fazla x2000 büyütme kadar olan incelemelerde kullanılmaktadır.



Şekil 2.19. PbO sıvı fazında sinterlenmiş ZnO kristalleri. a) İkincil elektron görüntüsü(sol üstte) b) Topografik görüntü (sol altta) c) Kompozisyon görüntüsü(sağ üstte) d) Gölge görüntüsü (sağ altta).

Numune Hazırlama :

Mikroskopta bir seferde 10 mm yüksekliğinde 9 mm çapında 4 adet numune incelenebilmektedir. Mikroskopta yapılacak incelemelerde numuneler genellikle inorganik ve organik olarak iki grupta toplanabilir. Ayrıca inorganik numuneler de metal ve metal-olmayanlar şeklinde iki gruba ayrılabilir. Metal numuneler iletken oldukları için yüzeyleri kaplama yapılmadan incelenebilir. Ancak metal olmayan yalıtkan numunelerin yüzeyleri en fazla 20 nm mertebesinde iletkenliği sağlayan altın veya karbon ile kaplanması gerekmektedir. Karbon kaplama genellikle X-ışınları ile yapılacak analizlerde uygulanır. Mevcut sistemimizde her iki kaplama ünitesi de bulunmaktadır. Yüksek çözünürlüğe ve kontrasta sahip numune görüntüsü elde etmek için, incelenecek numuneler metal olsa bile yüzeylerine altın kaplama işlemi uygulanmaktadır.

Organik numunelerin incelenebilmesi için numunelerin yüksek vakuma dayanıklı olması gerekmektedir. Özellikle böcek türleri, polenler, selüloz türü organik

numuneler kurutulduktan ve altın kaplandıktan sonra düşük voltaj altında incelenebilir. Ancak hücre incelemesi yapılamamaktadır. Organik numune incelemeleri yapmak isteyenlerin önceden mikroskop sorumlularından bu konuda bilgi almaları tavsiye edilir.

BÖLÜM 3. ZnO İLE İLGİLİ YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR

3.1. Giriş

Bu bölümde amorf yapı üzerine ince film tabakası olarak kaplanması düşünülen ZnO yarıiletken filmleri ile ilgili 1990-2006 yılları arasında yapılmış ve SCI dergilerinde basılmış çalışmalarla ilgili özet bilgiler verilmesi ve bu çerçevede yapılacak çalışmanın bilimsel yeri hakkında netlik kazandırılmasını sağlamaktır. 4. bölümde hem saf ZnO ince film, hem de katkılı (Cu) ZnO ince filmleri üretiminin deneysel sonuçları, optik ve spektroskopik ölçüm sonuçlarıyla birlikte verilecektir.

Bu çerçevede geçmişte yapılmış çalışmalar bu bölümde 4 ana guruba ayrılmıştır.

- 1) ZnO ince filmlerin oluşturulması ile ilgili makaleler,
- 2) ZnO' in taban madde olarak kullanıldığı çalışmalar,
- 3) ZnO'ya katkı yapılarak elde edilen filmlerle ilgili çalışmalar,
- 4) ZnO ile ilgili farklı çalışmalar.

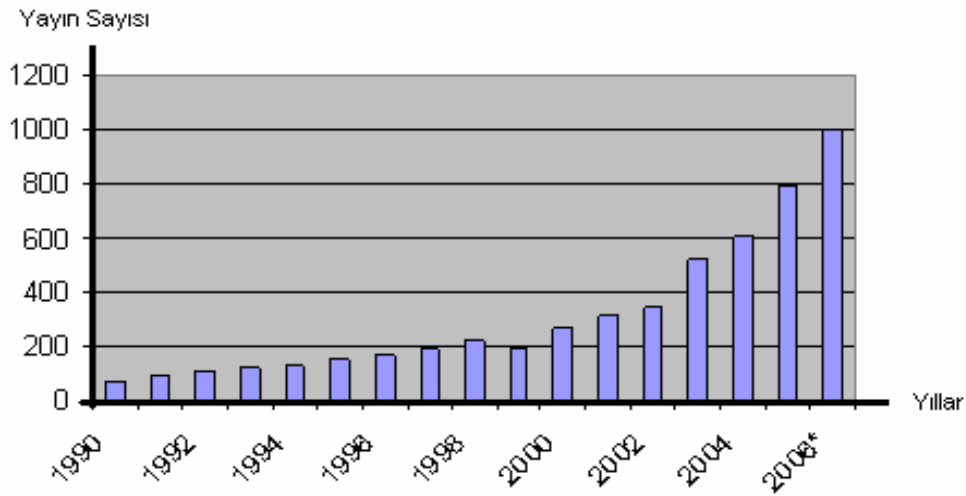
Bu dört ana madde 3. bölümün bundan sonraki alt başlıklarını oluşturacaktır. Bu incelemenin daha sonra bu konuda çalışacak bilim insanlarına büyük ışık tutacağı da aşikardır.

Yapılan araştırmada ZnO ile ilgili yayın çalışmalarının 1990-2006 yılları arasındaki sayısının yaklaşık olarak 5300 olduğu görülmüştür. Yapılan yayınların yıllara göre dağılımına bakıldığında açık bir şekilde son yıllarda ZnO üzerinde yoğun bir ilginin olduğu ve bu ilginin giderek arttığı fark edilmektedir. Bu durum Tablo 3.1' de açık bir şekilde izlenmektedir.

Tablo 3.1. ZnO ile ilgili yapılan çalışmaların yıllara göre dağılımı

<u>Yıl</u>	<u>Çalışma sayısı</u>
1990	68
1991	90
1992	106
1993	121
1994	127
1995	151
1996	166
1997	191
1998	220
1999	194
2000	265
2001	317
2002	347
2003	516
2004	606
2005	794
2006	1004
2007	459

(2007 yılının ilk iki aylık dönemi içindeki yapılan makale sayısıdır.)



Şekil 3.1 ZnO ile ilgili yapılan çalışmalar.

Birinci grupta yapılan çalışmalar 5300 adet yayın içinde 440 adetle %8,3'lük, 2. grup çalışmalarında yer alan 27 adet yayın %0,5'lik, 3. gruptaki çalışmaların (116 adet) ise %2,8'lik dilimi kapladığı, kalan çalışmaların ise dördüncü maddeyle ilgili çalışmaların büyük bir kısmını (%89) teşkil ettiği görülmüştür. 4. gruptaki çalışmalara büyük bir yüzdeyle rastlanmasının sebebi, bu grupta sadece fizik ile ilgili değil aynı zamanda mühendislikten sanayiye kadar geniş bir aralıktaki çalışmaların içerilmiş olmasıdır.

3.2. ZnO ince film oluşturmaya ilgili çalışmalar

ZnO yarıiletken ince filmin değişik taban maddeler üzerinde ince film olarak üretildiği çalışmalara bakıldığında bu konuda yapılan çalışma sayısı ile ilgili aşağıdaki durum açığa çıkmıştır (Tablo 3.2).

Tablo 3.2. ZnO ince film yapımıyla ilgili çalışmalar

<u>Yıl</u>	<u>Yayın sayısı</u>
1990-1995	46
1996-1998	51
1999-2000	71
2000-2006	373
2007*	120

* İlk altı ayın verileri kullanılmıştır.

Saf ZnO ince film yapımıyla ilgili yapılan çalışmalar, kullanılan taban madde, ince film üretim yöntemi, film oluşumundaki teknik özellikler (sıcaklık, basınç, film kalınlığı) ile ince film üretim amacı açısından incelendiğinde Tablo 3.3'teki sonuçla karşılaşılmıştır.

Tablo 3.3 ZnO ince filmlerinin teknik özellikleri

Kullanılan Taban Madde	Yöntem	Film Üretim Sıcaklık/ Basınç/kalınlık değerleri	Film Üretim Amacı	
1 -Si/Si (001) / Si (100) Si (111) - n-tipi Si - SiO ₂ - Corning 7059/Si - Y ₂ O ₃ / Si - Ru-Si - 6H-Si - (La-Si) TiO ₃ - Si : Au 2 - Cam - SiO ₂ / Kuartz - Sn kaplı cam - Soda-kireçli cam - ITO kaplı cam - Pet cam - Isı cam (Pyrex) - Bor silikat cam	1 - Sıvı çözelti (Sol-gel) - O ₂ destekli kimyasal banyo çöktürme	- Yönteme bağlı olarak oda sıcaklığı-1500 °C	- ZnO ince film Üretimi - Nano çubuk eldesi - Nanotop eldesi - Nano kristal eldesi - Güneş pili yapımı - Sensör yapımı - Optoelektronik aygıt - Gözenekli ZnO eldesi - Varistor eldesi - Akustik rezonatör eldesi - Mekanik kaplama	
	2 - PLD - SPLD	- 1,5 mTorr/atm basınç		
	3 - CVD - Plazma destekli CVD - Sıcak Flamen CVD - Metalorganik CVD - Rezonans CVD - Elektron-siklatron CVD	- 2,5 nm-700nm - 1 µm-200 µm kalınlık		
	4 - Elektro çöktürme			
	5 - MBE - Laser MBE			

Tablo 3.3' ün devamı

3	- Al ₂ O ₃ - α- Al ₂ O ₃ (0001)	6	- Magnetron Püskürtme - Rf - Dc - Rf termal Buharlaştırma		
4	- Elmas				
5	- GaN / GaAs	7	- VPE		
6	- ZnO / MgO - ZnO İnce Film	8	- Diğerleri - Döndürme - Daldırma - Çökeltme (galvonik, vakum, homojen) - Püskürtme (kimyasal) - Reaktif plazma çöktürme - Isıl ayrıştırma - İyonik katman yapıştırma - Ultrasonik sprej eritme - Reaktif atma lazeri tavlama - Langmuir-Blodgett film çöktürme - Atma lazeri ile çöktürme		
7	- Plastikler Polimerler				
8	- Diğerleri - Zn/Ag/Al - Cu-Zn - InP/TiO ₂ /NaCl/CaF ₂ - TCO/ LiNbO ₃ - CuInS ₂ /ScAlMgO ₄				

Yapılan çalışmalar incelendiğinde en çok kullanılan taban maddesinin Silisyumla değişik camlar olduğu, bunların yanı sıra safir (Al₂O₃), elmas, galyum, çinko oksit, magnezyum oksit, plastik polimerler ile üçlü ve dörtlü bileşiklerinde nadiren de olsa taban madde olarak kullanıldığı görülmektedir.

ZnO ince film üretiminde en sıklıkla kullanılan yöntemlerin CVD ve sol-jel yöntemleri olduğu diğer yöntemlerin de araştırmalarda belli oranda kullanıldığı görülmektedir. Bu yöntemlerden bazıları zaman ve mali açılarından bakıldığında diğerlerine göre bazı avantajlar sağlayabilmektedir. Elde edilecek sonucun bilimsel açıdan hassasiyeti göz önüne alındığında lazer MBE gibi belli bir mali yatırımı gerektiren süreçlerde kullanılmaktadır. Bu çalışmada ise sol-jel yöntemiyle film üretimi planlanmaktadır.

Üretilen ZnO ince filmlerin teknik özelliklerine bakıldığında elde edilecek filmin kullanım amacına bağlı olarak filmin kalınlığının değişebildiği, örneğin katmanlı bir yapı amaçlanıyorsa filmin 200 μm 'ye kadar kalınlıkta üretilebildiği, nanotüp veya çubuk eldesi arzulanıyorsa bu kalınlığın birkaç nm olacak şekilde ayarlandığı görülmektedir. Kullanılan yöntemin içeriği sebebiyle ZnO ince film üretim şartları da (sıcaklık, basınç vs) değişim gösterebilmektedir.

Özellikle son yıllarda yapılan çalışmalar incelendiğinde ZnO ince film yapım amacının nanoteknoloji boyutlu olduğu gözden kaçmamaktadır. Bu çerçevede optoelektronik aygıt yapımı da amaçlar arasında görülmektedir. Güneş pili-sensör-varistör yapımı gibi amaçlarla mekanik kaplama işleminin de araştırmalara konu edildiği de bir gerçek olarak karşımıza çıkmaktadır.

ZnO kullanılarak yapılan çalışmalardan birinde, bir hedef kullanılarak radyo frekans magnetron püskürtme yöntemi ile Si(001) tabanı üzerinde Zn nanokabloları büyütüldü. Si taban standart temizleme yöntemiyle temizlendi. Si(001)'in merkez bölgesi Zn hedefinden 50 mm uzakta olacak şekilde yerleştirildi. Püskürtme odası $7,5 \cdot 10^{-4}$ Pa'lık basınç ile başlatılmış, 0,67 Pa basınçtaki argon gazı ile gerçekleştirilmiştir. RF ile on dakika boyunca hedefi bombardıman edilmiştir. Ancak Zn'yi büyütmeden önce Zn nano yapılarının morfolojisi üzerinde büyütme durumunun etkisini incelemek için hedefi 50 Volt ve 150 Voltluk RF ile oda sıcaklığında ve 100 $^{\circ}\text{C}$ 'da bombardıman etmişlerdir. Yapılan bu işlemler neticesinde Zn'nin morfolojik özelliklerini gözlemlemek için SEM kullanılmıştır. Zn nano kablo oluşumu XRD ve HRTEM metoduyla SAED tarafından desteklenerek incelenmiştir [1].

Başka bir çalışmada hedef olarak saf Zn disklerinin kullanıldığı DC magnetron püskürtme yöntemiyle cam taban üzerine ZnO ince filmleri hazırlanmıştır. Cam taban aseton banyosunda ultrasonik yolla temizlendikten sonra üzeri azot gazı ile kurulanmıştır. Bu çalışmada taban sıcaklığı 200 $^{\circ}\text{C}$ alınmış, taban basıncı $8 \cdot 10^{-3}$ Pa, çalışma basıncı da $9 \cdot 10^{-1}$ olarak seçilmiştir. Yapılan bu filmler 15 dakika içerisinde 150 Volt'luk gerilim altında çöktürülmüştür [2].

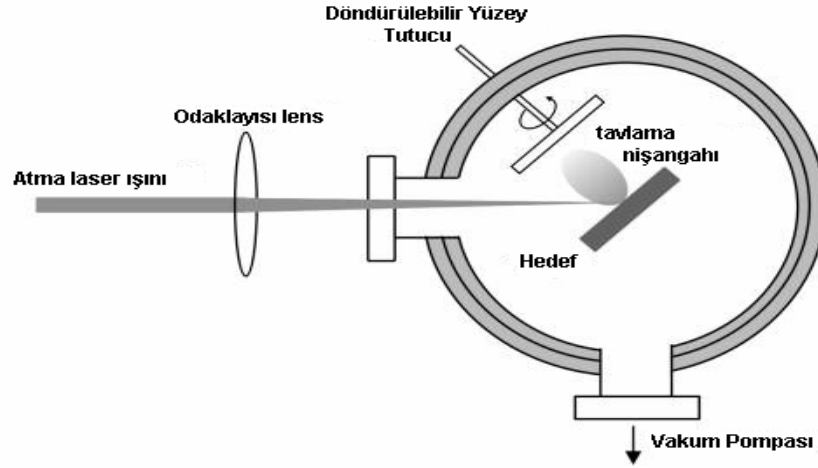
Diğer bir çalışmada, ZnO kuantum topları Si (111) üzerinde MOCVD tekniği ile büyütülmüştür.

ZnO çukurlarının yoğunluk ve büyüklükleri, taban maddenin sıcaklığı değiştirilerek kontrol edilmiştir. Bu çalışma taban maddenin sıcaklığı 350 °C'den 500 °C'ye kadar 50 °C arttırılarak gerçekleştirilmiştir [3].

ZnO nano yapının CVD yöntemiyle büyütülmesi ile ilgili bir çalışmada, SiO₂/Si taban üzerine 20 nm çaplı Au nano parçacıkları yerleştirilerek gerçekleştirilmiştir. Bu büyütme iki çeşit taban maddenin hazırlanmasıyla yapıldı. Birincisi; SiO₂/Si taban madde üzerine nano boyutlu Au parçaları spin kaplama ve hava kurutma yöntemlerinin kullanılmasıyla üç defa uygulanarak hazırlanmış ikincisinde ise, birincide yapılan aynı işlemler bu kez altı defa tekrarlanmıştır. Hem birinci hem de ikinci metotta ZnO'nun MO-CVD yöntemiyle büyütülmesi 200 torr basınç altında ve 30 dakika boyunca gerçekleştirilmiştir. Böylece ZnO büyütme işlemi gerçekleştirilmiştir. [4]

Yüksek sıcaklıktaki sulu ortamda atma lazer tavlama yöntemini kullanan ZnO nano çubuklarının hazırlandığı diğer bir çalışmada ise oda sıcaklığında U.V. laseri kullanılmıştır. ZnO'nun bu çalışmada seçilme sebebi, bu yarıiletkenin kısa dalga boylu optik araçlar ve düşük voltaj için cazip edici özelliklere sahip olması, oda sıcaklığında geniş eksiton bağlanma enerjisine (60 MeV) ve geniş bant aralığına (3,37 eV) sahip olması yanında, optik olarak şeffaf olmasıdır. Bu çalışmada sıvı ortamda lazer tavlama yöntemi kullanılmıştır. Bu yöntem, uygulamanın ucuz ve basit oluşu ile ihtiyaç duyulan kimyasal maddeleri sağlamanın kolaylığı bakımından tercih edilen bir metottur. İyonlaşmış suda Zn Metali PLA ile hazırlanır Zn metali Nd:YAG lazerinin üçüncü harmoniği ile tavllanır. Zn metali 10 cm³ su ile dolu cam kap içersine yerleştirilir. Lazer ışını 250 mm odak boyutlu bir mercekle hedef yüzeyine odaklanır (Şekil 3.2). Cam kap tavlama için sırasıyla 40, 60 ve 80 °C'de 40'ar dakika olacak şekilde kuru sıcak banyoyla hazırlanan bir Al blok üzerine yerleştirilir. Süspansiyon doğal oda sıcaklığına düşürülür. Süspansiyon Si yüzey üzerine damlatılır ve X-ışını kırınımı ölçülür. Ayrıca elektron mikroskopunda da taranır. Düşük maliyetli oluşu nedeniyle ZnO bu çalışmada kullanılmıştır.

Katı haldeki gaz sensörleri çok katmanlı fototermal çevirici sistemler ve güneş pilleri gibi farklı enerji etkilerine uygulandığından dolayı ZnO kullanımı yaygındır. Ayrıca farklı tekniklerle hazırlanabildiğinden dolayı ZnO kullanılmaktadır [5].



Şekil 3.2. Atma lazeriyle ZnO ince film yapımının şematik gösterimi

ZnO/MgO çok katmanlı filimler $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de PLD yöntemi ile $1 \times 1\text{ cm}^2$ boyutundaki Si(111) yüzeyinde büyütülmüştür. Bir iyon pompası ile taban basıncı 1.10^{-8} Pa 'a düşürülmüş ve KrF atma lazeri ile işlem yapılmıştır. Hedef olarak seramik ZnO ve MgO kullanılmış, hedeflerden 50 mm öteye bir yüzey tutucu yerleştirilmiştir. Ve hedefler döndürülmüşlerdir. Büyütmeden önce ZnO katmanı $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 10 dakikalığına vakumlanarak çöktürülmüş ve daha sonra yüzey sıcaklığı $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'ye yükseltilerek 20 Pa 'lık oksijen basıncı uygulanmıştır [6].

ZnO ince film yapımıyla ilgili diğer bir çalışmada sprej püskürtme yöntemi kullanılmıştır. Sprej için ZnCl_2 sulu çözeltisi hazırlanmış, sprej çöktürmesine AlCl_3 eklenerek katkılanmış ve bu karışım daha sonra mikroskop camı üzerine püskürtülmüştür. $300\text{-}540\text{ }^{\circ}\text{C}$ aralığındaki yüzey sıcaklığında aynı kalınlıktaki cam yüzeylerde çalışılmış ve ayrıca %0,3 Al katkısı yapılarak $430\text{ }^{\circ}\text{C}$ civarında da optik özellikler gözlenmiştir [7].

Döndürme yöntemiyle kaplama ZnO ince film yapımıyla ilgili yapılan bir çalışmada bu nano yapıli filmlerin optik özelliklerinin tanımlanması amaçlanmış ve bu çerçevede hazırlanan film için taban madde olarak cam kullanılmıştır. Cam yüzey sırayla etanol ve aseton ile temizlenerek her seferinde arıtılmış su ile yıkanmıştır.

Daha sonra oda sıcaklığında 1,5 gr çinko asetat sulu çözelti içinde pvp (1gr) karıştırılmıştır. Üç kez döndürerek kaplama yapılması şeklinde bir yöntem izlenmiştir. Deney oksijen ortamı içinde yapılmıştır [8].

ZnO ince filmlerin morfolojik, kristallik ve yönlenimi üzerinde çekirdek katmanın etkisini araştırma amacıyla PLD ve sol jel yönteminin bir arada kullanıldığı çalışmalar da bulunmaktadır. Böyle bir çalışmada taban madde olarak Si(100), yöntem olarak ise sol jel kullanılmıştır. Fakat çekirdek katman PLD yöntemiyle ilk olarak çöktürülmüş ve çekirdek katman üzerindeki ZnO filmlerin tek bir (002) düzleminde yönlenme gözlenmiştir. Ancak çıplak silikon taban üzerindeki ZnO filmlerin daha iyi yönlenebileceği sonucuna varılmıştır [9].

Kimyasal banyo çöktürme metoduyla gözenekli ince filmlerin ve ZnO gibi nanoyapılı parçacıkların kontrollü üretimi de yapılan araştırmalar arasında bulunmaktadır. Bu yöntem özellikle ucuz ve kolay yapılabilir olma açısından tercih edilir bir yöntem olarak karşımıza çıkmaktadır [10].

3.3. ZnO'nun Taban Madde Olarak Kullanıldığı Çalışmalar

ZnO ile yapılan çalışmalar incelendiğinde bu maddenin taban olarak kullanıldığı çalışmaların oldukça az sayıda olduğu (%0.5) gözlenmiştir. Bunun temel sebebi kristal formdaki ZnO'nun mali açıdan yüksek fiyata sahip olmasıdır. Ayrıca deney sırasında meydana gelebilecek kayıplar telafisi her zaman mümkün olmayacak sonuçlarla (amorf yapıya geçme, örgü bozukluklarının oluşumu vs.) karşımıza çıkabilmektedir.

Yapılan bir çalışmada PLD yöntemiyle ZnO ince film üzerine altın parçacıkları büyütülmüştür. Altın/ZnO nano yapıları paslanmaz çelik bir vakum odası içerisinde büyütülür. Bunlar 6.10^{-4} Pa'lık basınç altında boşaltılmıştır.

Çinko ve altın hedefler YG851, Nd:YAG lazerinin üçüncü harmoniği ile bombardıman edilip, çinko filimler çöktürülmüştür. Çöktürme işlemi 20 Pa'lık oksijen basıncında gerçekleştirilmiştir.

Zn ve Au hedefler bilgisayar kontrollü XY masasında vakum içersine yerleştirilmiş, çok katmanlı lazer aydınlatma etkisi altında yüzey yapılarındaki değişiklik incelenmiştir. Si (001) hedeflerden 40 mm uzaklıkta onlara paralel olacak şekilde yerleştirilmiştir. Yüzeyler ZnO ince filmle birlikte büyütülürken ısıtılırlar ve buna mukabil altın 200 °C sıcaklığa ulaşmıştır. Netice itibariyle Au-ZnO yüzey yapısı üzerinde SEM çalışması yapılmıştır [11].

Başka bir çalışmada ise ZnO çok katmanlı yapıları üzerine ZnO ince film büyütmesi incelenmiştir. Çok kristalli saflığı yüksek oranda olan ZnO hedef materyal olarak kullanılmıştır. Yine saflığı yüksek oranda olan oksijen iyon kaynağı olarak kullanılmıştır. Püskürtülen gaz olarak argon gazı kullanılmıştır. Al₂O₃ (1000) yüzeyler sırayla eksiltilek deneyler gerçekleştirilmiştir. Kimyasal işlemler tamamlandıktan sonra yüzeyler bir büyütme odasının içersine monte edilmiştir. ZnO büyütülmeden önce Al₂O₃ (1000) on dakika içersinde 850 °C sıcaklığa yükseltilmiştir. ZnO çok katmanlı yapısı RF Magnetron püskürtme ile basınç altında çöktürülmüştür. Daha sonra ZnO çok katmanlı yapısı oksijen ortamında 30 dakika içinde 850 °C'ye çıkartılmıştır. ZnO aktif katmanı çöktürülmesi 850 °C'de gerçekleştirilmiştir [12].

Yapılan başka bir çalışmada hidrotermal metot uygulanarak yapılan diğer bir çalışmada nispeten daha büyük boyutlu kristaller ve kristallik özelliği yüksek olan örnekler büyütme için kullanılmıştır. Çalışmada aşağıdaki sıra izlenmiştir. Kristal ZnO taban maddesi kemomekanik (CMP) yolla parlatılmıştır. Daha sonra ZnO kristalinin oksijenle biten yüzeyi farklı derinliklerdeki trifloraasetik asit (CF₃COOH) ile kazınmıştır. Numunelere asit uyguladıktan sonra ve önce XRD, PL ölçümlerini kullanarak karşılaştırılmıştır. PL(fotoışıldama) ölçümünde 325 nm dalga boyunda salma yapan He-Cd lazerini kullanılmıştır. N₂ veya O₂ atmosferi içindeki Zn kutuplu ZnO taban maddeleri üzerinde (farklı yaklaşım olarak ısısız tavlama ile) farklı tavlama şartlarının etkisi araştırılmıştır.

ZnO taban maddeleri 900-950-1000 ° C de 1 ile 5 saat arasında tavlannmıştır. Tavlannmış taban maddelerin yapısı yüksek çözünürlüklü AFM ve XRD kullanılarak incelenmiştir. Daha sonra kristal özelliklerinin geri dönüşüm ve yüzey değişimleri araştırılmıştır. Sonuçta tavlannan (0001) ZnO taban maddeleri üzerinde ZnO filmleri büyütülmüştür.

Ek olarak 800° C' de RF oksijen plazması yoluyla ZnO katmanlarını büyötmek için plazma destekli MBE (P-MBE) kullanılmıştır [13].

3.4. Cu Katkılı ZnO İnce Film Yapımı Çalışmaları

Yapılan bir çalışmada, Cu dikilmiş ince filmlerin ışık salması için yeni iyon dikme tekniğı kullanılmıştır. Cu dikme olayı oda sıcaklığında, 125 keV enerjisi ile ve Cu miktarı 1×10^{12} ile 2×10^{14} iyon/cm² arasında tutulmuştur. Bant aralığındaki ışık salma yoğunluğu, dikme olayının hasara sebep olmasından dolayı Cu miktarının artırılmasıyla sürekli olarak azalmıştır. Filmler 800 °C de 3 saat tavladıktan sonra görünür bölgede ışıldama yaptığı saptanmıştır. Bu olay Cu fosfor ve iyon dikiminin verdiği hasarın düzelmesiyle (toparlanmasıyla) mümkün olmuştur. Yaklaşık 555 nm deki salma, Cu miktarı 1×10^{12} ile 2×10^{14} iyon/cm² arasında görölmüştür [14].

Diğer bir çalışmada sıcak gazdan kükürdün atılması için yenilenebilir sorbentler olarak kullanılmalarının yanında performanslarını arttırmak içinde TiO₂, CuO katkı çinko ferrit ve çinko oksit tabanlı numunelerinin üç serisi hazırlanmıştır. Her seri içinde oksit konsantrasyonu, farklı kimyasal türlerin oluşumunu sağlamak için büyükbir kısmı değiştirilmiştir. Bu sorbentlerin performansı ve indirgeyici ajanlara karşın kararlılık(denge) başka biryerde çalışılmıştır. Sülfitlenen ve tekrar üretilen (Rejenere) edilen numuneler XRD, FT-Raman ve XPS teknikleriyle incelenmiştir. Zn₂TiO₄ oluşumu boyunca Ti/Zn oranı 0.5 in yukarsında ve Ti ilavesi H₂ gibi indirgen ajanlara karşın ZnO' in kararlı yapısını arttırmıştır. Çinko ferrite Ti ilavesi kararlılığı etkilemediğı fakat yeniden üretim aşaması ve hesaplamalar sırasında sorbent yüzeyinin hareket etmesini ve ferrit oluşumunu güçlendiren sorbent performansını geliştirmiştir. Ferrite çinko ferrite Ti eklenmesi onun iki bileşeni olan iki okside ayrılmasını önlemiştir.

Fe, Zn, Cu oksitlerini yeniden üretim işlemi sırasında sorbent tekrar üretimini kolaylaştıran düşük oksidasyon durumundaki sülfütlere dönüştürülmüştür [15].

Sol jelle hazırlanmış ZnO ince filmlerin optik özellikleri ve mikro yapılar üzerinde Cu ve Mn katkılamanın etkilerinin araştırıldığı bir çalışmada sol jelle adi cam üzerine katkılı (Mn ve Cu her ikisi birden) ve katkısız ZnO ince filmler çöktürülmüştür. Metal kaynak olarak çinko, bakır, mangan asetatlar kullanılmıştır. Katkılama çözeltisini karıştırma yoluyla takip edilen etanolamin ve 2-propanol çözeltisindeki ZnO asetat (ZnAc) çözünmesi yardımıyla homojen ve uygun bir çözelti hazırlanmıştır. Katkılanan çözeltilerin orantılı miktarları her çözelti içinde Zn:(Mn veya Cu) son oranı 99:1 olacak şekilde ZnAc çözeltisine eklenmiştir. Katkısız, Cu katkılı ZnO ve Mn katkılı ZnO şeklindeki üç çeşit numune hazırlanmıştır. Her kaplama sonrası 1 dakika boyunca döndürerek kaplanmış filmlerin 250 °C’de ön ısıtmasından sonra katkılı ZnO filmler elde edilmiştir. Son katmanın (10. katman) çöktürülmesinden sonra 1 saat boyunca bütün filmler için 550 °C’de son bir tavlama yapılmıştır. Katkısız filmler en güçlü yönelimi gösterdiği zaman, C-eksenindeki tanecik yönelimi bütün filmlerde belli olmuştur. Sonuçta Mn ve Cu beraber katkılama sonuçlarında, filmlerin bant aralığının önemsiz küçüldüğü görülmüştür. Filmlerin kalınlığı yaklaşık 0.75 µm ve alanları 1.5 cm x 1.5 cm olup kristal yapısı ve tanecik oryantasyonu CuKα ışınlarıyla X-ışını (XRD, Rigaku Dmax 2200) kırınımıyla saptanmıştır. Yüzey yapısı SEM (philips 30XL SFEG) ve AFM (Dijital ölçüm Nanoskop-IV) ile incelenmiştir. Filmlerin optik geçişleri ve soğurma spektrumları UV-görünür spektrometresi ile (Shimadzu-2101PC) ile incelenmiştir. Katkısız ilk çözeltinin kimyası termal yolla DSC ve TGA ile analiz edilmiştir (Metler Toledo Star System) [16].

Diğer bir çalışmada ZnO ve Cu hedefleri kullanarak her ikisini de püskürtme yöntemiyle cam taban madde üstünde bir Cu katkılı ZnO (CZO) filmi hazırlanmıştır. CZO film, yaklaşık 5nm lik tanecik boyutlu küçük kristallerden oluşan bir kolon yapısına sahiptir. CZO filmin CO algılama özellikleri 400 C, 350 C, 300 C, 150 °C’de test edilmiştir. CZO merkezli algılayıcı CO’ye karşı en yüksek hassasiyeti 350 °C’de göstermiştir.

Algılayıcı 150 °C'de 6 ppm'e maruz kaldığında, CZO filmin mukavemetindeki değişim açık bir şekilde izlenmiştir. Ayrıca bu çalışmada nano yapılı CZO algılayıcılarının algılama mekanizmaları tartışılmıştır [17].

3.5. ZnO ile İlgili Diğer Çalışmalar

ZnO ile ilgili fiziksel alanda yapılan çalışmalardan başka, tıp alanından tutunda, sera meyve ve sebze yetiştiriciliğine kadar çok geniş bir perspektifte çalışmalar yapılmıştır.

Yapılan bir çalışmada iletken elektronik araçlarda kullanılmaz üzere çoklu kristal yapıdaki ZnO üzerinde durulmuştur. Bu çalışma bir gaz sensörü olarak kullanılmak üzere üretilmiş, katkısız ZnO filmlerin çöktürme şartlarının optimizasyonu ile ilgili sonuçları içerir. Yapılan deneyde süper iletken materyallerden seramik oksit hedef ZnO kullanarak soda camı üzerine ZnO filmler çöktürülmüştür. Magnetron püskürtme yöntemi ile oda sıcaklığında bu olay gerçekleştirilmiştir [18].

Yakıt pili ile çalışan araçlarda kullanmak için kalıcı ve olağan dışı dinamik etkisi göz önüne alınarak metanol islahat çalışmasının yapılması sırasında yine ZnO'dan faydalanılmıştır. Metanol geliştirme düşüncesi bir katalitik ateşleyiciyi bir benzin temizleme ünitesini, yakıt pili gücüyle çalışan arabalarda kullanmak üzere geliştirilmiş bir elektrik motorunu içerir [19].

Başka bir çalışmada ZnO nano parçacıkları hazırlamak için alışılmışın dışında bir kimyasal yoldan bahsedilmektedir. Bu çalışma ZnO'nun mümkün mekanizması, reaksiyon sıcaklığının etkileri ve ZnO tozlarının en yeni kimyasal sentezlerine odaklanmaktadır. ZnO parçacıklarının eldesi ile ilgili dikkate değer bazı avantajlar üzerinde durmuştur. Geniş ölçekli üretimler için bu metot yoluyla işlenmemiş haldeki ZnO'lar işlenir hale getirilmektedir. Nano boyuttaki parçacıkları erişebilir kılmaktadır. Reaksiyon durumunun değişimi ile TEM sayesinde parçacıklar farklı yapılarda görülebilmektedir. Düşük sıcaklıktaki ZnO nano çubuklarının üretimine yeni bir yol oluşturmaktadır [20].

Süt üretiminde de çinkonun rolü vardır. Yapılan bir besleme çalışmada Zn'nin yağ çözücülüğünde ve sütteki mineral içeriğindeki etkisi araştırılmıştır. Yağsız asitlere etkisinin olmadığı görülmüştür.

Fakat 72 saat boyunca soğuk hava deposunda bekletildiğinde yağsız asit gelişiminin azaldığı gözlenmiştir. Sonuçta hayvan yemlerine Zn eklendiğinde sütün kaymağının arttığı görülmüştür [21].

Başka bir çalışmada üç boyutlu ZnO fotonik kristallerinden güçlü ışık salınımı incelenmiştir. Elektron çöktürme işlemi kullanılarak polisterin opal kalıplarının filtrelenmesi yoluyla optik etkili ZnO ters opal taşları üretilmiştir. Elektroçöktürme ile hazırlanmış ZnO filmlerine kıyasla üç boyutlu ZnO yapı güçlü bir ışık salınım sergilemektedir. Ayrıca PL spektromunda fotonik geniş band etkisi ZnO ters opal yapısından da net olarak görülmüştür [22].

CoO, Cr₂O₃, La₂O₃ katkılı ZnO-Pr₆O₁₁ tabanlı varistörlerin DC hızlandırılmış yıpratıcı zorlanmasına karşı kararlı ve doğrusal olmayan elektriksel özelliklerindeki toplanma sıcaklığının etkisi yapılan bu çalışmada incelenmiştir. CoO, Cr₂O₃, La₂O₃ katkılı ZnO-Pr₆O₁₁ tabanlı seramiklerin oluşumunda DC hızlı yıpranma etkisine karşı kararlılığı farklı toplanma sıcaklıkları için araştırılmış ve toplama sıcaklığındaki artışın daha yoğun seramikli oluşmasına yol açtığı, buna karşılık varistör voltajı ve doğrusal olmayan özelliklerinin azaldığı tespit edilmiştir [23].

Başka bir çalışmada Al katkılanmış düşük gerilimli ZnO varistörlerinin kararlılığı ve elektriksel davranışları incelenmiştir. Al katkılı düşük gerilimli ZnO varistörlerinin AC hızlı yıpranma etkisine karşı kararlılığı ve doğrusal olmayan elektriksel davranışları Al içeriğini bir fonksiyon olarak araştırmıştır. Al içeren varistörler, Al katkılanmamış olanlara göre otuzdan fazla doğrusal olmayan bir katsayı ortaya koyduğu gözlenmiştir. 200 ppm Al⁺³ varistörler çok yüksek ve doğrusal olmayan yapı ortaya koyarlar. Buna karşın Al katkılı varistörler, varistör geriliminin değişim oranında yüksek kararlılık göstermişlerdir [24].

UV güneş yağında metaloksitlerin atomik spektrometrik taraması için çözümsel yöntemlerle ilgili bir çalışma yapılmıştır.

Satılan güneş kremi ürünlerinde demiroksit, çinkooksit, titanyumoksitin belirlenmesi için metodlardan bahsedilmiş ve deneyler yapılmıştır. Güneş kremindeki TiO_2 'nin saptanması için amaçlanan yöntemler, HNO_3 ve HCl varlığında kapalı bir teflon reaktör içinde organik bileşikleri parçalamak için mikrodalga destekli işleme dayalıdır. ZnO ve Fe_2O_3 ölçümü için amaçlanan yöntemler, bir numuneyi emisyonlaştırma yöntemine dayanır. Buradaki numune işleme klasik metotlardan daha tasarrufludur [25].

ZnO ince film tabanlı fotoiletken UV dedektörleri ile ilgili çalışma yapılmıştır. PLD tekniği ile cam taban madde üzerinde cam düzlemine iyi uyandırılmış ZnO ince filmleri büyütülmüştür. UV foto dedektörleri metal-yarıiletken-düzlemsel yapılar üzerinde üretilmiştir. Işık duyarlılığı ve parçacık verimliliği görünür bölgeden UV bölgesine gittikçe yükselir. Dedektörün tepki eğrisi eksponansiyel eğrisiyle iyibir uyum gösterir. Büyük foto akım, kristallara arası engelin yüksekliğinin azalması ve iletkenlik elektronlarının akarak toplanması etkisinden meydana gelir[26].

BÖLÜM 4. DENEYSEL ÇALIŞMA, SONUÇLAR

4.1 Giriş

Mikroskop camı (amorf) üzerine saf ZnO ince filmi kaplaması (5–10 kat) yapıldıktan sonra Cu (%1, 2, 3, 5, 10, 20) katkılı ZnO kristal ince filmi üretilmeye çalışılmış ve bu filmlerin X-ışını kırınım spektrumları ile, UV ve SEM spektrumları oluşturulmuştur. Bu spektrumlar bu bölümde verilip yorumlanmış ve bölümün sonuç kısmında daha sonra yapılabilecek çalışmalara değinilmiştir.

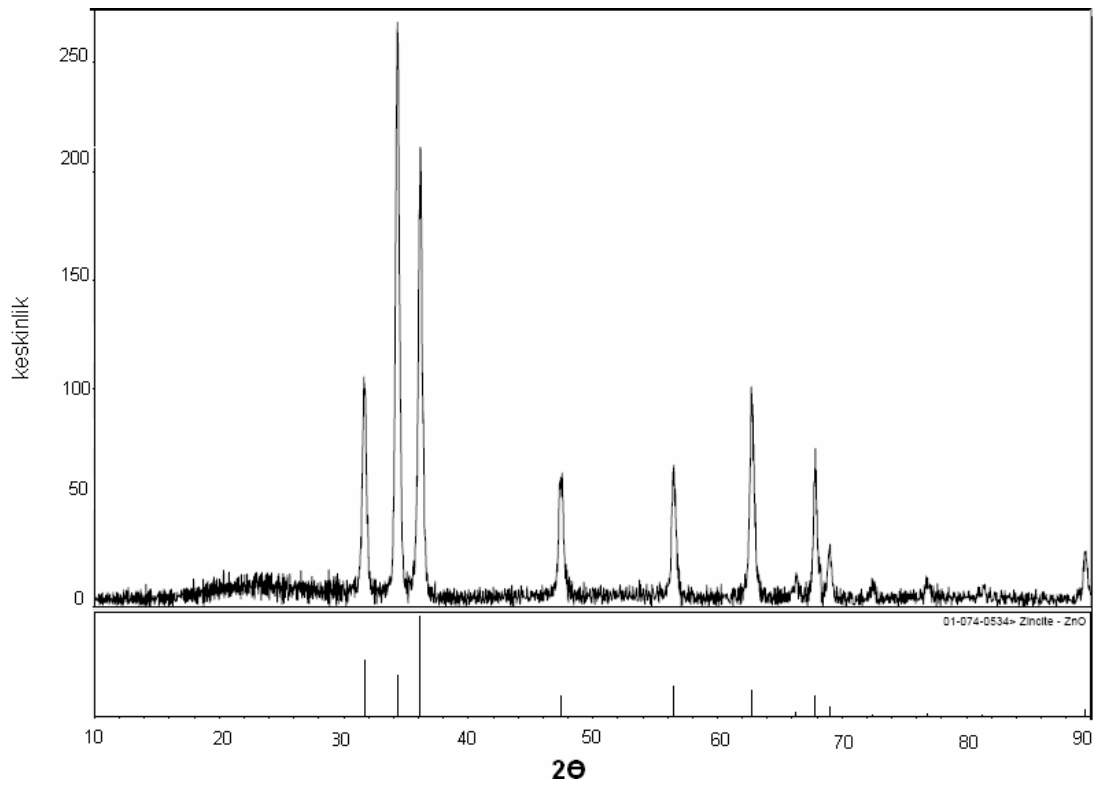
4.2. Deney Düzenegi ve Deneyin Yapılışı

Deney düzenegi 2. bölümde açıklanan daldırma düzenegidir. Bu düzenekte 15 cm / dk hızla numune hazırlanan çözelti içine daldırılıp ve numune 2 dakika bekletildikten sonra düzenekten alınmıştır.

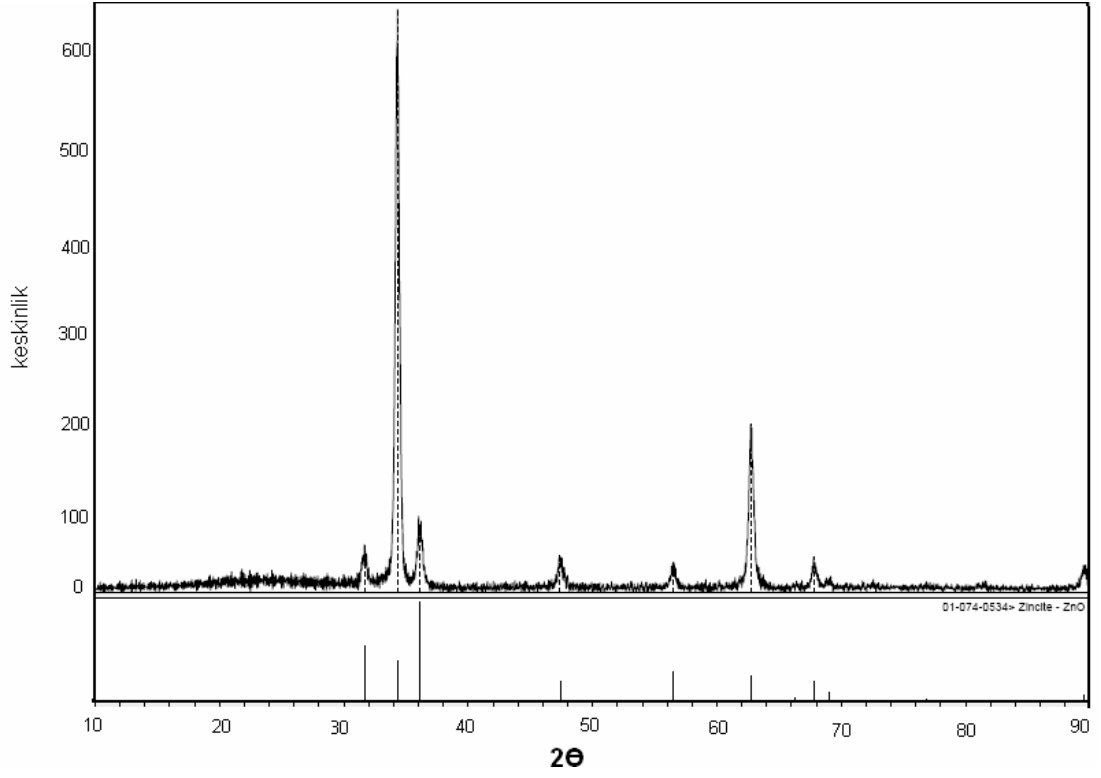
Çözelti hazırlanırken başlangıç malzemeleri olarak çinko asetat ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) kullanılmış ve bu başlangıç malzemesi 2- metoksietanol içinde kısmen ve bu çözeltiye de stabilizatör olarak etanolamin eklenmesiyle tamamen çözülmüştür. Daha sonra çözelti 1 saat boyunca $60^\circ C$ sıcaklıkta bir manyetik karıştırıcı ile karıştırılırken arıtılmış su ilave edilmiştir ve 0,4 M'lık çözelti elde edilmiştir. Saf ZnO ince filmi yapımında bu çözelti kullanılmıştır. Her bir daldırmada (1 kat) numune fırında $200^\circ C$ 'de ısıtılarak istenmeyen elementlerin yapıdan uzaklaşması sağlanmıştır. 5 ve 10 katlık kaplama aynı yolla tamamlandıktan sonra numune, yeniden kristalleşmesinin sağlanabilmesi için tekrar fırında $600^\circ C$ 'de tavlansmıştır. Numuneler bu işlemler bitirildikten sonra X-ışını kırınımı, UV-vis ve SEM ölçümlerine hazır hale getirilmişlerdir.

4.2.1. X-ışını sonuçları

5 ve 10 kat kaplı saf ZnO filmlerinin x-ışını kırınım deseni Şekil 4.1 a ve b' de gösterilmiştir.ü

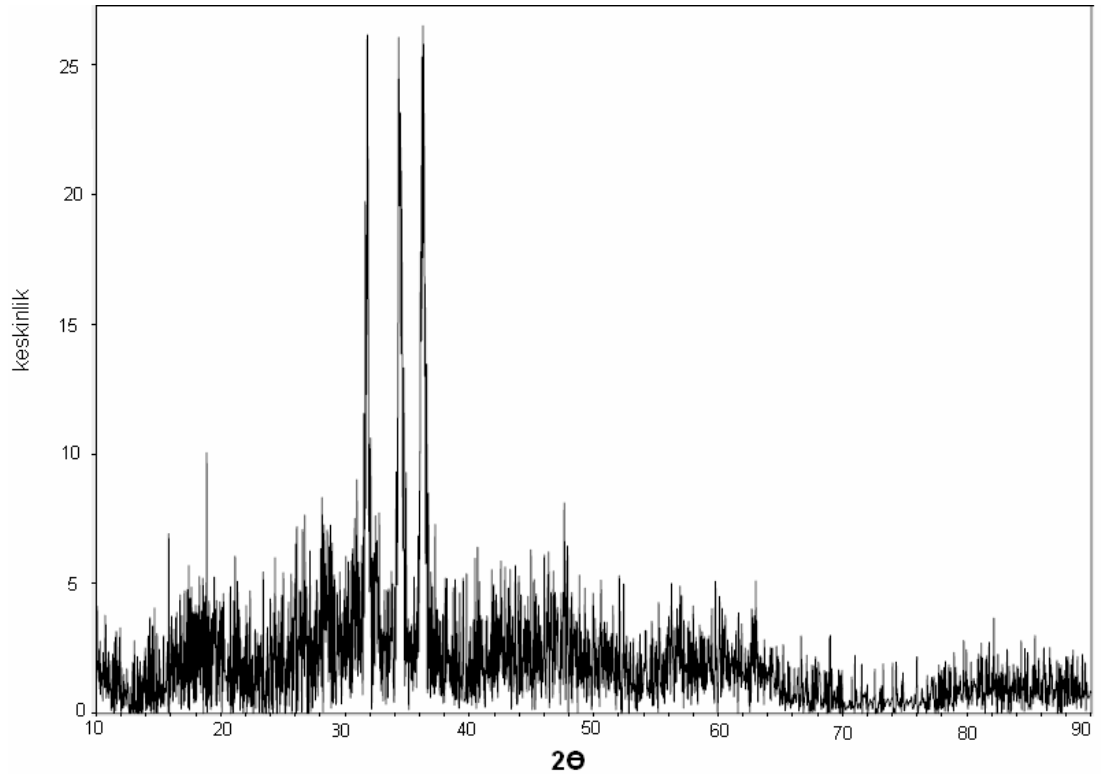


Şekil 4.1. a) 5 kat kaplanmış saf ZnO' in X-ışını kırınım grafiği

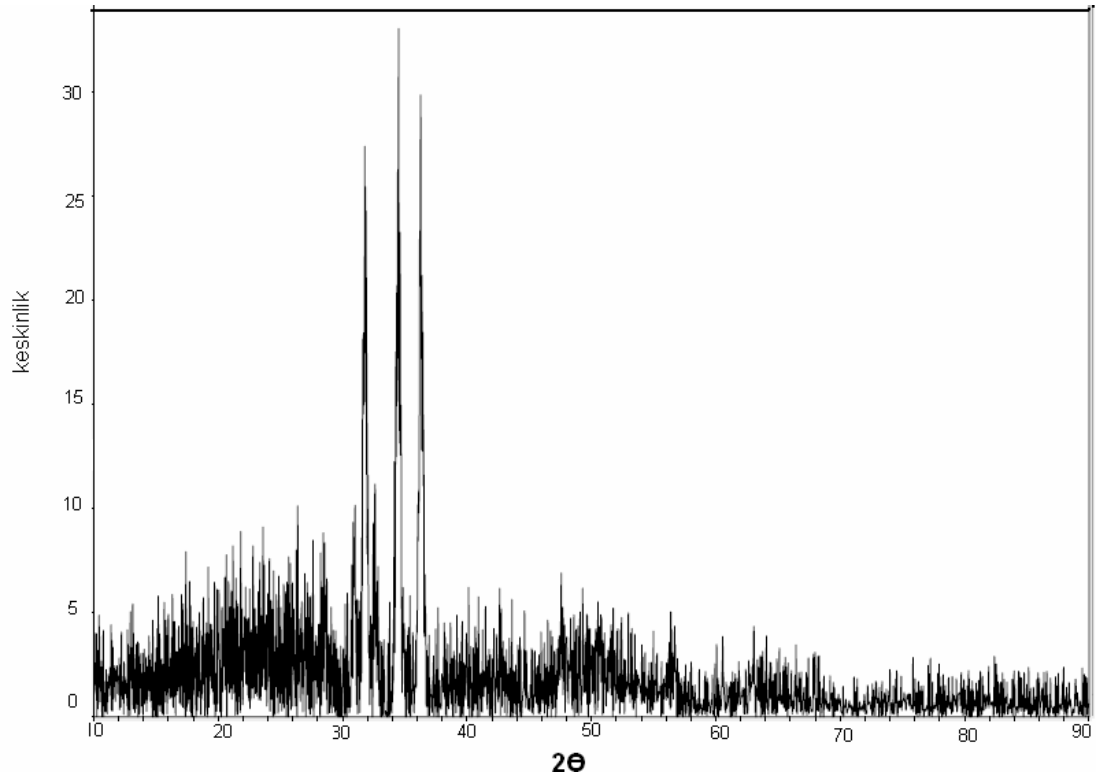


Şekil 4.1. b) 10 kat kaplanmış saf ZnO' in X-ışınımı kırınımı grafiği

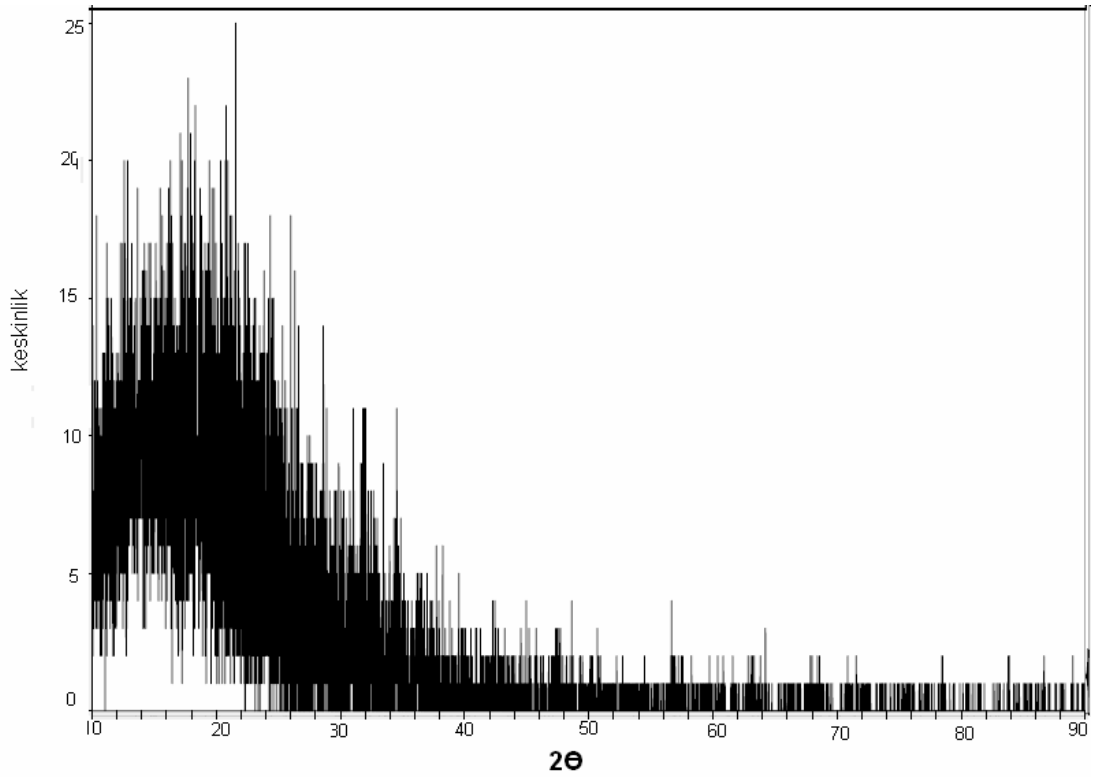
5 kat %1, %2, %5, %10 ve %20 Cu katkıli filmlerin X-ışını kırınımı sonuçları şekil 4.2 a, b, c, d, e 'de verilmiştir



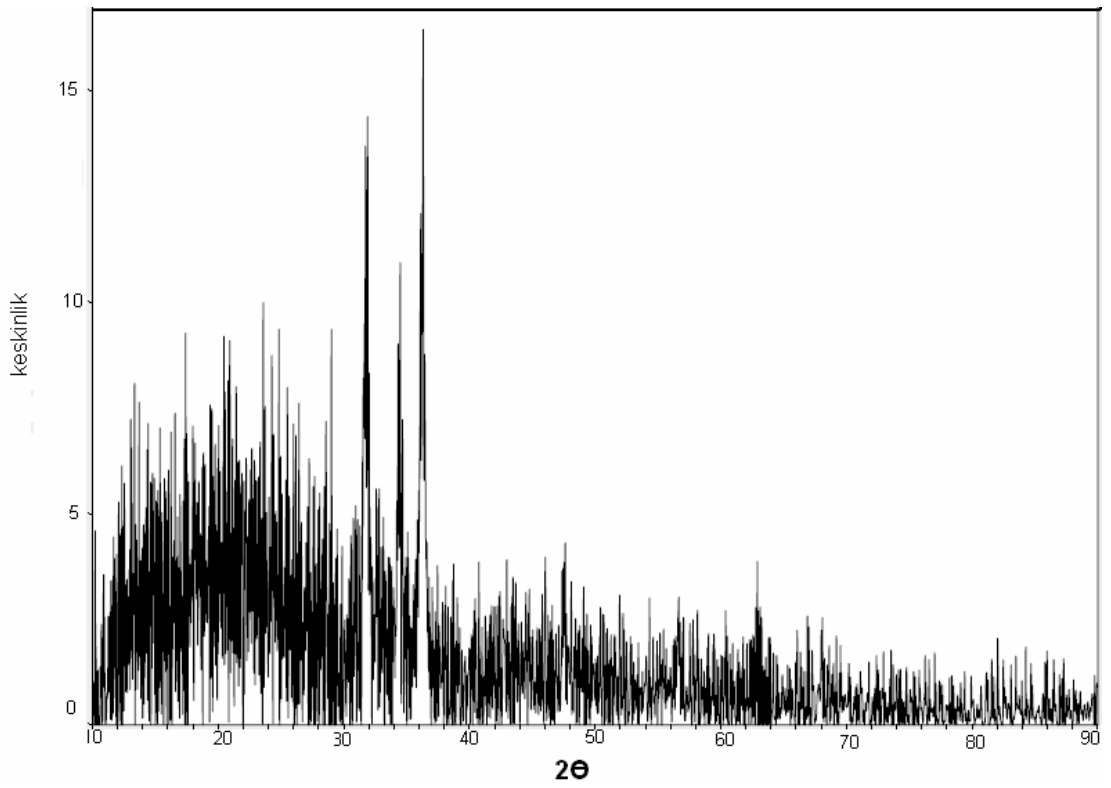
Şekil 4.2. a) %1 Cu katkılı ZnO ince filmi



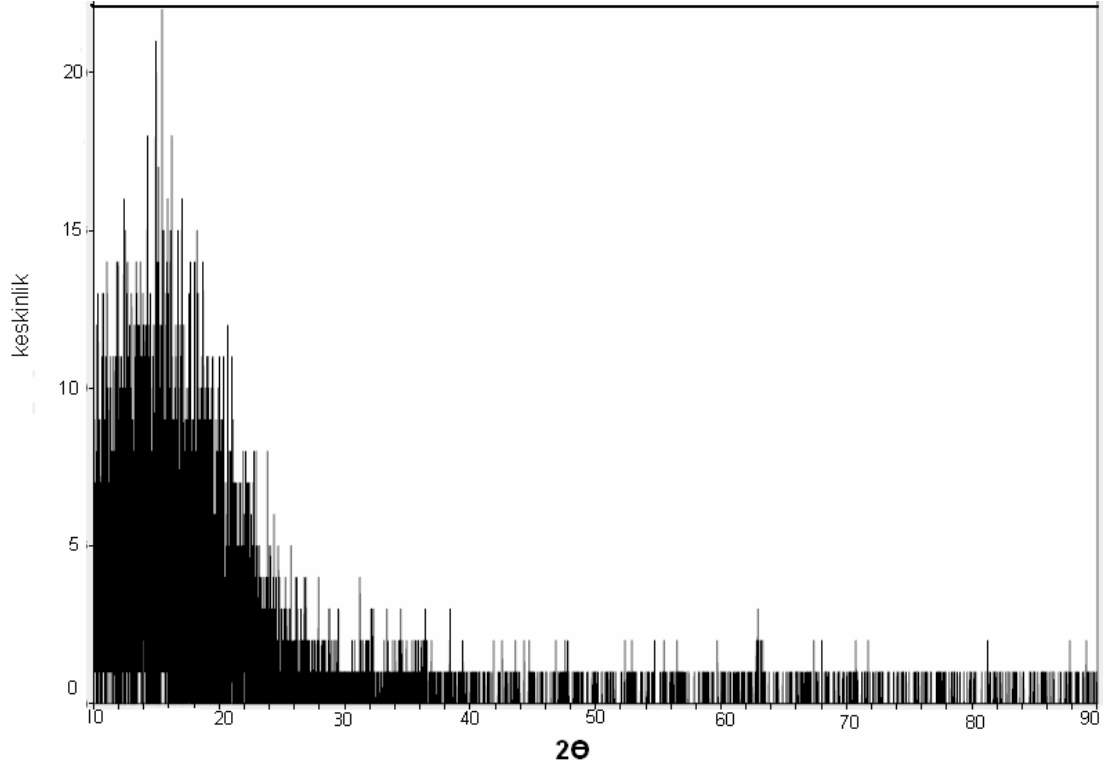
Şekil 4.2. b) %2 Cu katkılı ZnO ince filmi



Şekil 4.2. c) %5 Cu katkılı ZnO ince filmi



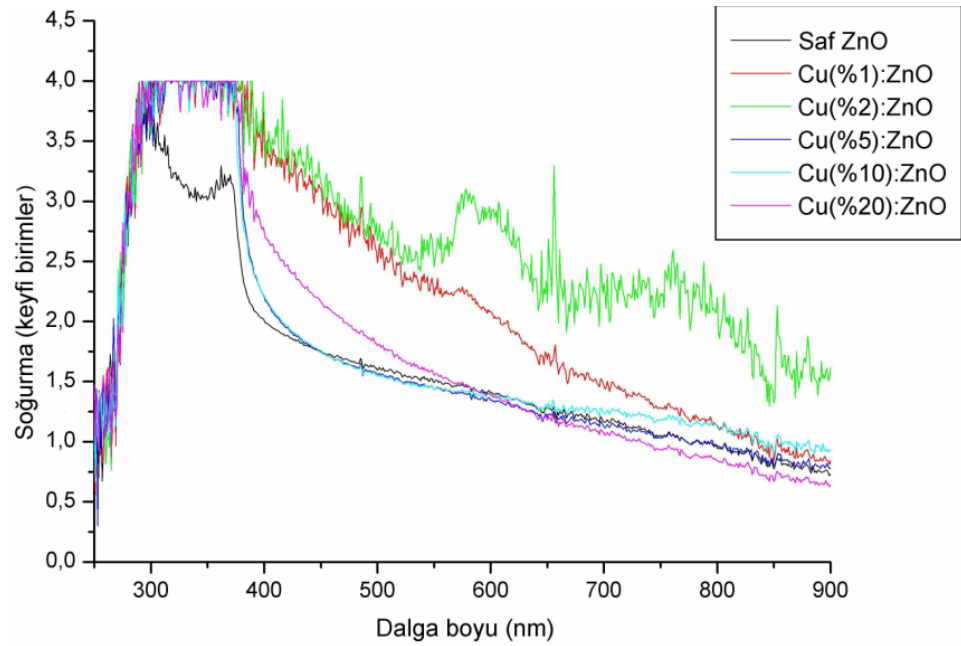
Şekil 4.2. d) %10 Cu katkılı ZnO ince filmi



Şekil 4.2. e) %20 Cu katkılı ZnO ince filmi

4.2.2. UV-vis sonuçları

İnce film üretimim yapılmış numune ile saf ZnO ve %1, 2, 5, 10, 20 Cu katkılı 5 katlı filmlerin UV-vis spektrumları Şekil 4.3' de gösterilmiştir.



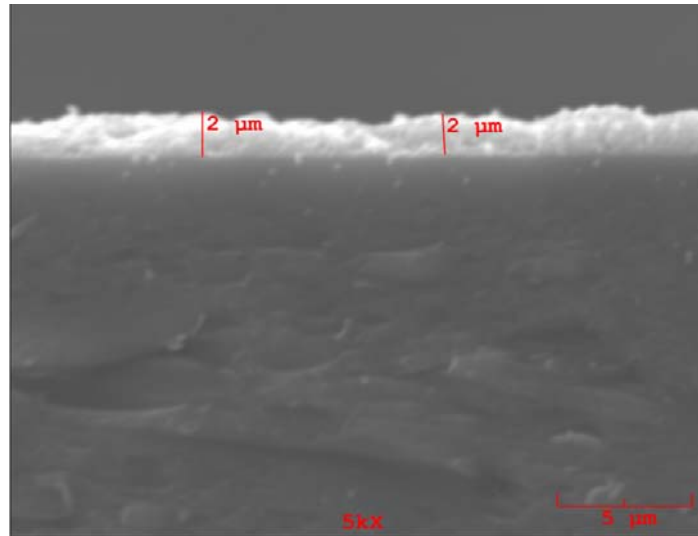
Şekil 4.3. Cu katkılı ve katkısız ZnO ince filmlerin Uv-vis grafikleri

UV-vis spektrumundan saf ZnO ince filminin geirme maksimum dalga boyunun 375 nm civarında konuřlandığı %1 Cu tkılanmış numunelerde bu pikin 10 nm' ye kadar kırmızı renge kaydığı, %10' dan sonra bu pikin tekrar katkısız numune pik deęerine doęru dndüęü gözlenmiştir. Literatürde gözlemediğimiz incelemede %5' e kadar yapılan Cu katkılı deneylere bu çerçevede bakıldığında elde edilen deęerlerin %10' a kadar anlamlı deęerde kalacağı anlaşılmaktadır.

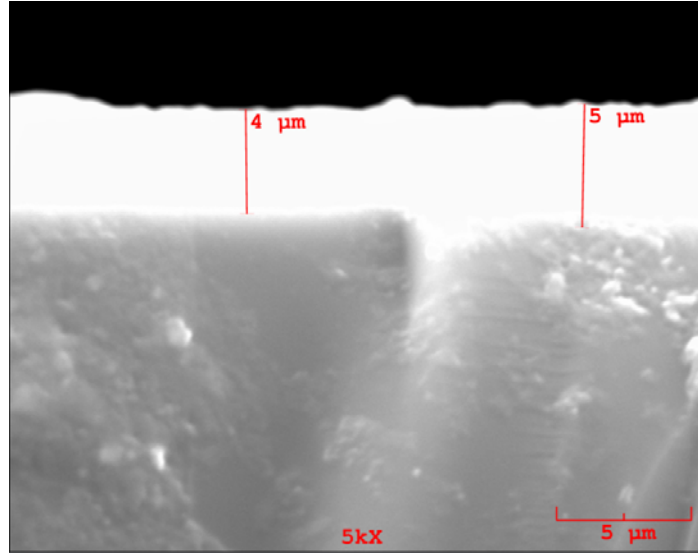
580 nm' de gözlenilen 2. geirme pikininde yapılan katkılarda kararlı bir şekilde varlığını sürdürmesi bu dalga boyunun Cu katkıya ait olacağı imajını vermektedir.

4.2.3. SEM sonuçları

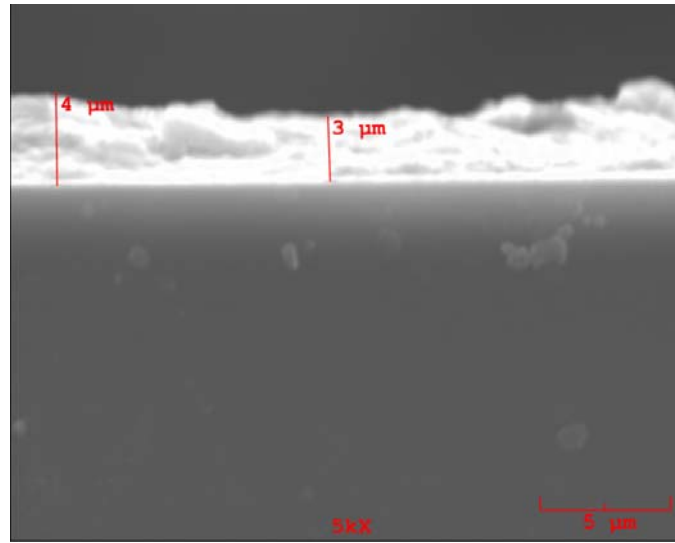
Hazırlanan numunelerin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Şekil 4.4' de sunulmuştur.



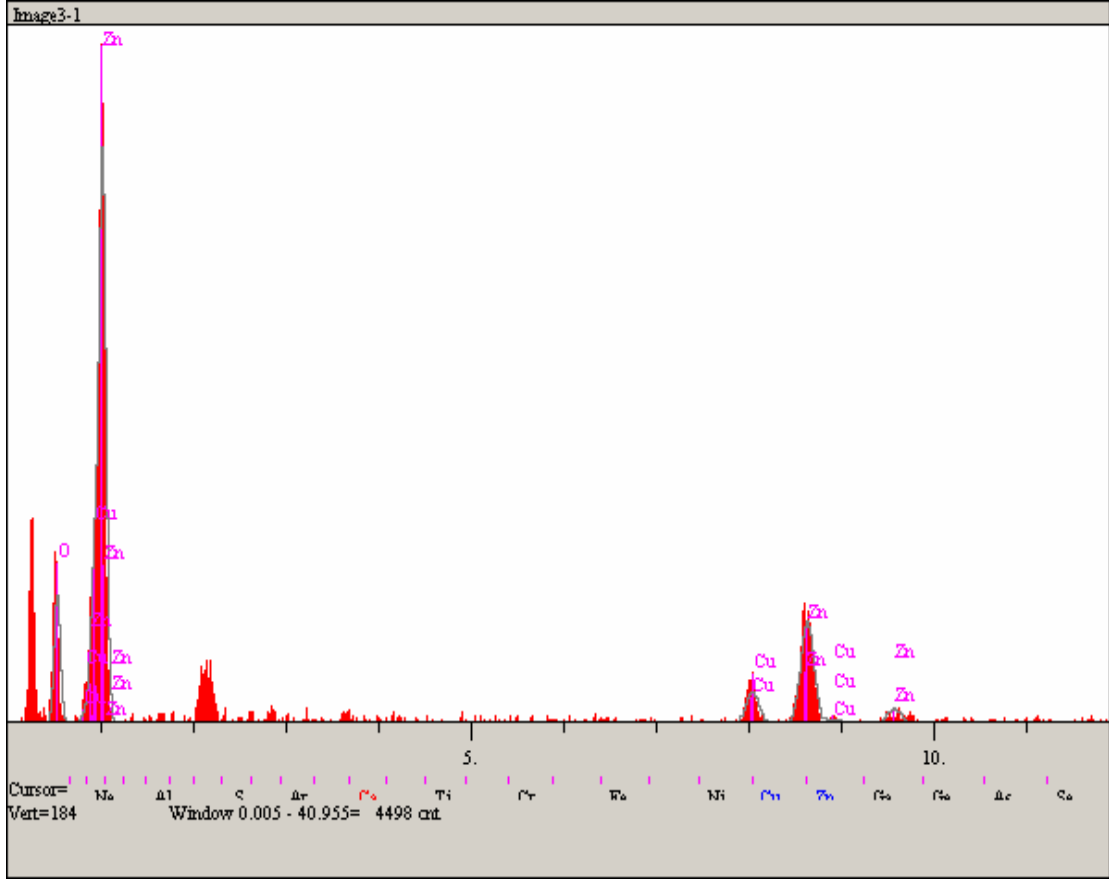
Şekil 4.4. a) 5 kat kaplı ZnO'nun SEM görüntüsü



Şekil 4.4. b) 10 kat kaplı ZnO'nun SEM görüntüsü



Şekil 4.4. c) 5 kat %2 Cu kaplı ZnO'nun SEM görüntüsü



Şekil 4.4. d) 5 kat %2 Cu kaplı ZnO'nun SEM grafiği

SEM ölçümleri 5 kat kaplanmış saf ZnO filmlerinin ortalama 1,8 μm kalınlıkta, 10 kat olanların ise yaklaşık 4 μm kalınlığında olduğu görülmüştür(Şekil 4.4.a,b).

Cu katkılı 5 kat kaplanmış ZnO ince filmlerinin ortalama kalınlığının 3,5 μm civarında olduğu (Şekil 4.4.c) ve filmlerde Cu katkısının yapılmış olduğu açıkça SEM sonuçlarında gözlenmiştir(Şekil 4.4.d).

Film kalınlıklarındaki değişimlerin sol-jel yöntemiyle kaplanan filmlerin çözelti içerisindeki bekletme sürelerindeki farklılıklardan ve yüzeydeki düzgün olmayan film yapısından kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.3. Sonuların Deęerlendirilmesi

SEM sonularından, retilen filmlerin 5 kat olanlarının kalınlıklarının yaklaşık 2 μm , 10 kat olanlarının ise ortalama 4 μm olduęu gzlenmiřtir. X-ıřını kırınımı deseninde grlen saf ZnO ince filminde ZnO kristallerinin (002) ve (101) ynlerinde sinyal verdięi gzlenmiř, yapılan katkıların %2' den sonra bu pikleri bozmaya bařladıęı gzlenmiřtir. Bu optimum katkının %2 seviyesinde saęlandıęı izlenimini vermektedir. UV-vis spektrumlarına bakıldıęında saf ZnO ince filmlerinde soęurma piklerinin 375 nm dalga boyu civarında maksimum deęere ulařtıęı grlmektedir.

4.4. İleri alıřmalar

Yaptıęımız alıřmaların devamı nitelięinde TEM spektrumları incelenebilir. Elde edilen filmlerin lazer aktiflikleri arařtırılabilir. Elde edilen filmlerin elektriksel iletkenlikleri' de arařtırılabilir. Ayrıca farklı katkı malzemeleri (Co, Mn vs gibi metal elementler) kullanılabilir. Taban maddesi deęiřtirilebilir (rneęin kristal altlıklar kullanılabilir). ZnO ince filminden bařka MgO, SnO gibi filmler iin benzer alıřmalar yrtlebilir. ok katmanlı filmler retilip mekanik, elektriksel ve optik zellikleri ayrıntılı bir řekilde alıřılabilir.

KAYNAKLAR

- [1] KIM, S., JEONG, M. C., OH, B. Y., LEE, W., MYEOUNG, J. M., Journal of Crystal Growth 2006; 290: 485-489
- [2] WANG, C., Ji, Z., Xi, J., DU, J., Ye, Z., Materials Letters 2006; 290: 912-914
- [3] YANG, L. M., YE, Z. Z., ZENG, Y. J., Xu, W. Z., ZHU, L. P., ZHAO, B. H., Solid State Communications 2006; 138: 577-579
- [4] KIM, S. W., FUJITA, S., PARK, H. K., YANG, B., KIM, H. K., YOON, D. H., journal of Crystal Growth 2006; 292: 306-310
- [5] ISHIKAWA, Y., SHIMIZU, Y., SASAKI, T., KOSHIZAKI, N., journal of colloid and Interface Science 2006; 300: 612-615
- [6] WANG, Z. Y., HU, L. Z., ZHAO, J., ZHANG, H. Q., WANG, Z. J., Vacuum 2006; 80: 977-980
- [7] MOHAMMAD, M. T., HASHIM, A. A., MAAMORY, M. H. A., Materials Chemistry and Physics 2006; 99: 382-387
- [8] ZHANG, L. Z., TANG, G. Q., Optical Materials 2004; 27: 17-220
- [9] ZHANG, C. Y., LI, X.M., ZHANG, X., YU, W. D., ZHAO, J. L., Journal of Crystal Growth 2006; 290: 67-72
- [10] WANG, H., XIE, C., journal of Crystal Growth 2006; 291: 87-195
- [11] GYÖRGY, E., SANTISO, J., FIGUERAS, A., GIANNOUDAKOS, A., KOMPITSAS, M., MIHAILESCU, I. N., DUCU, C., Applied Surface Science 2006; 252: 4429-4432
- [12] NO, Y. S., KIM, T. W., JUNG, Y. S., CHOI, W. K., Applied Surface Science 2006; 252: 8121-8125
- [13] CHO, M. W., HARADA, C., SUZUKI, H., MINEGISHI, H., YAO, T., Ko, H., Maeda, K., Nikura, I., Superlattices and Microstructures 2006; 38: 349-363

- [14] SAGAGUCHI, I., HISHITA, S., HANEDA, H., Applied Surface Science 2004; 237: 358-362
- [15] PİNEDA, M., FIERRO, L. G., IBARRA, V., Applied Surface Science 1997; 119: 1-10
- [16] BAHŞI, B. Z., ORAL, Y. A., Optical materials, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü 2007; 29: 672-678,
- [17] GONG, H., HU, J. Q., WANG, J. H., Sensors and Actuators 2006; B 115: 247-251
- [18] PETERS, R., DUSTERWALD, H. G., HOHLEIN, B., Journal of Power Sources 2000; 86: 507–514
- [19] WU, C., QIAO, X., CHEN, J., WANG, H., TAN, F., LI, S., Materials Letters 2006; 60: 1828–1832
- [20] HERMANSENA, J. E., LARSEN T., ANDERSEN, J. O., Materials Letters 2005; 65: 1790–1802
- [21] YANG, Y., YAN, H., FU, Z., YANG, B., ZUO, J., FU S., Solid State Communications 2006; 139: 218–221
- [22] NAHM, C. W., Materials Letters 2006; 60: 3311-3314
- [23] WANG, M. H., HU, K. A, ZHAO, B. Y., ZHANG, N. F., Materials Chemistry and Physics 2006; 100: 142-146.
- [24] SALVADOR, A., Pascual-MARTI, M. C., ADEL, J. R., REQUENI, A., MARCH, J. G., Journal of Pharmaceutical and biomedical Analysis 2000; 22: 301-306
- [25] ZHENG, X. G., LI, Q. Sh., ZHAO, J. P., CHEN, D., ZHAO, B., YANG, Y. J., ZHANG, L. Ch., Applied Surface Science 2006; 253: 2264-2267

ÖZGEÇMİŞ

Hamza Barış ERKANTAR, 02.05.1980'de İstanbul'da doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini İstanbul'da tamamladı. 1997 yılında İstanbul Beylerbeyi Lisesi'nden mezun oldu. Sakarya Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nden 2003 yılında mezun oldu. 2003-2007 yılları arasında değişik eğitim kurumlarında Fizik Öğretmeni olarak çalıştı. Halen İlkiz dershanesinde Fizik Öğretmeni olarak çalışmaktadır.