



**GAZ SENSÖRLERİNDE KULLANILAN MgO
İNCE FİMLERİN SENTEZİ: YAPISAL VE
ELEKTRO-OPTİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ISIL
İŞLEMİN ETKİSİ**

UĞUR VELİ

**2020
YÜKSEK LİSANS TEZİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Fatma MEYDANERİ TEZEL**

**GAZ SENSÖRLERİNDE KULLANILAN MgO İNCE FİMLERİN
SENTEZİ: YAPISAL VE ELEKTRO-OPTİK ÖZELLİKLERİ
ÜZERİNE ISIL İŞLEMİN ETKİSİ**

Uğur VELİ

**T.C.
Karabük Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında
Yüksek Lisans Tezi
Olarak Hazırlanmıştır**

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Fatma MEYDANERİ TEZEL**

**KARABÜK
Kasım 2020**

Uğur VELİ tarafından hazırlanan “GAZ SENSÖRLERİNDE KULLANILAN MgO İNCE FİLMLEİN SENTEZİ: YAPISAL VE ELEKTRO-OPTİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ISIL İŞLEMİN ETKİSİ” başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Fatma MEYDANERİ TEZEL
Tez Danışmanı, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği ile Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir. 27/11/2020

<u>Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)</u>	<u>İmzası</u>
Başkan : Doç. Dr. İ. Afşin KARİPER (EÜ)
Üye : Prof. Dr. Fatma MEYDANERİ TEZEL (KBÜ)
Üye : Dr. Öğr. Üyesi Fazıl HÜSEM (KBÜ)

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Hasan SOLMAZ
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”

Uğur VELİ

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

GAZ SENSÖRLERİNDE KULLANILAN MgO İNCE FİMLERİN SENTEZİ: YAPISAL VE ELEKTRO-OPTİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ISIL İŞLEMİN ETKİSİ

Uğur VELİ

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı:

Prof. Dr. Fatma MEYDANERİ TEZEL

Kasım 2020, 59 sayfa

Bu tez çalışmasında, MgO ince filmleri Kimyasal Banyo Depolama (CBD) metodu ile üretilmiş ve 300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C’lerde tavlansmıştır. Üretilen filmlerin yapısal özellikleri X-ışını kırınım (XRD) yöntemi ile elde edilmiştir. Kimyasal bileşimleri EDX (Energy Dispersive X-ray) analizi ile belirlenmiştir. Yüzey morfolojileri ve yüzey kalınlıkları ise FESEM ve AFM ile analiz edilmiştir. Yüzey kalınlığının artması iletimde direnç etkisi yapacağından yük depolama kapasitesini azaltmıştır. Akım-voltaj (I-V) ölçümleri Keithley 2400 sourcemeter yardımı ile alınmıştır ve öz direnç değerleri elde edilmiştir. UV-vis spektrofotometre ile de geçirgenlik (T), yansımaya (R), kırılma indisi (n) ve sönümleme katsayısı (k) gibi optik özellikleri belirlenmiştir.

Anahtar Sözcükler : MgO, Gaz Sensörü, Tavlama
Bilim Kodu : 91505, 91510, 91515

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

SYNTHESIS OF MgO THIN FILMS USED IN GAS SENSORS: EFFECT OF HEAT TREATMENT ON STRUCTURAL AND ELECTRO-OPTICAL PROPERTIES

Uğur VELİ

Karabük University

Institute of Graduate Programs

Department of Metallurgy and Materials Engineering

Thesis Advisor:

Prof. Dr. Fatma MEYDANERİ TEZEL

November 2020, 59 pages

In this thesis, MgO thin films were produced by the Chemical Bath Deposition (CBD) method and annealed at 300 °C, 350 °C, 400 °C and 450 °C. The structural properties of the films produced were obtained by X-ray diffraction (XRD) method. Their chemical composition was determined by EDX (Energy Dispersive X-ray) analysis. Surface morphologies and surface roughness were analyzed by FESEM and AFM. Since the increase in surface roughness will have a resistance effect on transmission, it has decreased the load storage capacity. Current-voltage (I-V) measurements were taken with the help of Keithley 2400 sourcemeter and resistivity values were obtained. Optical properties were determined with the Uv-vis spectrophotometer.

Key Word : MgO, Gas Sensors, Annealing

Science Code : 91505, 91510, 91515

TEŐEKKÜR

Bu alıőmanın gerekleőtirilmesinde, deęerli bilgilerini benimle paylaőan, kendisine ne zaman danıősam bana kıymetli zamanını ayırıp sabırla ve byk bir ilgiyle bana faydalı olabilmek iin elinden gelenden fazlasını sunan her sorun yaőadıęımda yanına ekinmeden gidebildięim, gler yzn ve samimiyetini benden esirgemeyen ve gelecekteki mesleki hayatımda da bana verdięi deęerli bilgilerden faydalanacaęımı dőndęm kıymetli ve danıőman hoca statsn hakkıyla yerine getiren Prof. Dr. Fatma MEYDANERİ TEZEL'e teőekkr bir bor biliyor ve őkranlarımı sunuyorum.

Teőekkrlerin az kalacaęı dięer niversite hocalarımdan da bana niversite hayatım boyunca kazandırdıkları her őey iin ve beni gelecekte sz sahibi yapacak bilgilerle donattıkları iin hepsine teker teker teőekkrlerimi sunuyorum ve son olarak alıőmamda desteęini ve bana olan gvenini benden esirgemeyen beni bu gnlere sevgi ve saygı kelimelerinin anlamlarını bilecek őekilde yetiőtirerek getiren ve benden hibir zaman desteęini esirgemeyen bu hayattaki en byk őansım olan aileme sonsuz teőekkrler.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL	ii
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xi
KISALTMALAR	xii
BÖLÜM 1	1
GİRİŞ	1
BÖLÜM 2	3
İNCE FİLMLEİN ÜRETİM METODLARI	3
2.1. FİZİKSEL BİRİKTİRME TEKNİKLERİ	5
2.1.1 Buharlaşma Teknikleri	6
2.1.1.1.Vakum Termal Buharlaşma Tekniği	7
2.1.1.2.Elektron ışını buharlaşması	7
2.1.1.3.Lazer Işını Buharlaşması	8
2.1.1.4.Ark Buharlaşması	8
2.1.1.5.İyon Kaplamalı Buharlaştırma	9
2.2.PÜSKÜRTME TEKNİKLERİ	10
2.3.KİMYASAL BİRİKTİRME TEKNİKLERİ	10
2.3.1.Sol-Jel Tekniği	11
2.3.2.Kimyasal Banyo Biriktirme	13
2.3.3.Sprey Piroliz Tekniği	14
2.4.KAPLAMA	15

	<u>Sayfa</u>
2.5.KİMYASAL BUHAR BİRİKTİRME	17
2.6.MgO İNCE FİMLERLE İLGİLİ LİTERATÜR TARAMASI	19
BÖLÜM 3.	23
MALZEME VE METOT	23
3.1.KİMYASAL BANYO DEPOLAMA METODU (CBD)	23
3.2.DENEYDE KULLANILAN ARAÇ/ GEREÇ/ CİHAZLAR.....	23
3.2.1.Isıtıcı Tabla/ Manyetik Karıştırıcı.....	23
3.2.2.Sterilizatör Pastör Fırını.....	24
3.3.MgO İNCE FİMLERİN ÜRETİM PROSESLERİ	25
3.4.KARAKTERİZASYON METODLARI	26
3.4.1.Alan Etkili Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) ve EDX Analizi ..	26
3.4.2.X- Işını Kırınım Cihazı (XRD).....	28
3.4.3.UV-Vis Spektrofotometre	29
3.4.4.Elektriksel Özellikler	30
BÖLÜM 4.	31
DENEYSEL SONUÇLAR.....	31
4.1.MgO İNCE FİMLERİN YAPISAL ÖZELLİKLERİ	31
4.2.TAVLANMIŞ MgO İNCE FİMLERİN İKİ BOYUTLU (FESEM) VE ÜÇ BOYUTLU (AFM) YÜZEY MORFOLOJİLERİ VE BİLEŞİM (EDX) ANALİZLERİ	33
4.3.MgO İNCE FİMLERİN OPTİK ÖZELLİKLERİ	40
4.4.MgO İNCE FİMLERİN ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİ.....	46
BÖLÜM 5	49
SONUÇ VE ÖNERİLER	49
KAYNAKLAR.....	50
ÖZGEÇMİŞ	59

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. PVD buharlaşma odası gösterilişi	6
Şekil 2.2. Elektron ışını buharlaşması gösterimi	8
Şekil 2.3.Sol- jel üretim aşamaları	11
Şekil 2.4. Kimyasal banyo biriktirme yöntemiyle ince film kaplaması.....	14
Şekil 2.5. Sprey piroliz tekniği çalışma prensibi.....	15
Şekil 2.6. Akımsız deneylerde kullanılan aparatın genel gösterimi.....	17
Şekil 2.7. Cihazın çeşitli bileşenlerini gösteren kimyasal buhar biriktirme tekniğinin şematik hali (A), mikrodalga PECVD ünitesi (B)	18
Şekil 3.1. Elektro-Mag M 221 ısıtıcı tabla / manyetik karıştırıcı.....	24
Şekil 3.2. Elektromag M6040 P fırın.	24
Şekil 3.3. MgO ince film sentezi.....	26
Şekil 3.4. Carl Zeiss Ultra Plus Gemini FESEM.	28
Şekil 3.5. Rigaku Ultima IV XRD cihazı.....	29
Şekil 3.6. UV-Vis Spektrofotometre.....	30
Şekil 4.1. MgO ince filmlerin XRD desenleri.	33
Şekil 4.2. MgO ince filmlerin İki Boyutlu FESEM görüntüleri ve EDX Analizleri. 34	
Şekil 4.3. MgO ince filmlerin Üç Boyutlu AFM görüntüleri.	37
Şekil 4.4. MgO ince filmlerin Yüzey Pürüzlülük Görüntüleri.....	39
Şekil 4.5. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre %T değerlerinin değişim grafiği.....	41
Şekil 4.6. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre %R değerlerinin değişim grafiği.....	41
Şekil 4.7. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre Absorbans değerlerinin değişim grafiği.....	42

Sayfa

Şekil 4.8. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre kırılma indisi (n)değerlerinin değişim grafiği.....	43
Şekil 4.9. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre sönümleme katsayısı (k) değerlerinin değişim grafiği.	43
Şekil 4.10. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre reel dielektrik sabitlerinin (ϵ_1) değişim grafiği.....	44
Şekil 4.11. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre sanal dielektrik sabitlerinin (ϵ_2) değişim grafiği.....	45
Şekil 4.12. Tavlanmış MgO ince filmlerin Egap değerlerinin foton enerjisine göre değişim grafiği.	46
Şekil 4.13. Farklı sıcaklık değerlerinde tavlanmış MgO ince filmlerin I-V grafiği...	47
Şekil 4.14. MgO ince filmlerin elektriksel özdirençlerinin tavlama sıcaklıklarına göre değişim grafikleri.	48

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

ε : Dielektrik sabiti

$^{\circ}\text{C}$: Santigrat derece

Km : Kilometre

s : Saniye

Al : Alüminyum

Au : Altın

Cu : Bakır

Cr : Krom

Ni : Nikel

Ti : Titanyum

Pt : Platin

M : Mikron

KISALTMALAR

GSI : Giga Scala Integration (Giga Ölçekli Entegrasyon)

TMO : Geçiş metali oksit

PLD : Darbeli lazer biriktirme

SEM : Taramalı electron mikroskopisi

PVD : Fiziksel buhar biriktirme

CVD : Kimyasal buhar biriktirme

KBB : Kimyasal buhar biriktirme

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Gelecek nesiller için ekonomik, sosyal ve ekolojik yaşamın sürdürülebilir şekilde iyileştirilmesi bugünden itibaren doğru kararların alınmasını gerektirmektedir [1]. Bilgi toplumunun genişlemesi ve enerji krizinin ortaya çıkmasıyla birlikte, enerji depolama ve dönüşüm giderek daha önemli hale gelmektedir. Bu yüzden yüksek teknoloji endüstrisine her geçen gün daha çok yoğunluk verilmektedir [2].

İnce filmler yüksek teknoloji endüstrilerinde önemli bir rol oynar. İnce film teknolojisi öncelikle entegre devre endüstrisinin ihtiyacı için geliştirilmiştir. Özellikle yeni nesil entegre devrelerde daha yüksek hızda daha küçük cihazların geliştirilmesi talebi, gelecekteki giga ölçekli entegrasyon (GSI) teknolojisine uygun gelişmiş malzemeler ve yeni işleme teknikleri gerektirir. İki boyutlu bir sistemde ince filmler, birçok sorunun çözümü için büyük önem taşımaktadır. İnce filmlerle malzeme maliyetleri, karşılık gelen dökme malzemeye kıyasla çok küçüktür ve yüzey işlemleri söz konusu olduğunda aynı işlevi yerine getirir. İnce film teknolojisi imalat, karakterizasyon ve uygulamalar olmak üzere üç temel üzerine kuruludur. İnce filmlerin önemli uygulamalarından bazıları mikroelektronik, iletişim, optik elektronik, kataliz, her türlü kaplama ve enerji üretimi ve koruma stratejileridir [3]. Oksit ince filmler üzerine son yıllarda yapılan birçok araştırmada ince filmler sınıflandırılırken doğrudan ince filmler hazırlamak için esnek substratlar (çoğunlukla organik, metal, metal alaşımları ve mika dahil) ve diğer esnek ince filmler elde etmek için sert yüzeylerden filmlerin ayrılması olarak iki kategoriye ayrılmıştır. Esnek substratlar genellikle polikristalin veya amorf özellik gösterirler. Yüksek kaliteli, özellikle epitaksial ince filmlere sahip esnek oksit ince film malzemeleri, küçük boyutlu, yüksek entegrasyon, esneklik ve kaplanabilir özelliğe sahip elektronik cihazların geliştirilmesine yardımcı özelliklere sahiptir [4]. Süper kapasitörlerin enerji yoğunluğu düşük olduğu için genellikle süper kapasitörlerin performansını artırmak için en çok tercih edilen elektrot malzemeler karbon bazlı malzemeler, iletken

polimerler ve metal oksitlerdir [5].Son yıllarda, geiş metali oksit (TMO) nanoyapılı ince filmler, elektronik, fotovoltaiik hücresler, kataliz, biyo-algılama, manyetik depolama cihazları ve benzeri alanlardaki benzersiz özellikleri ve potansiyel uygulamaları nedeniyle arařtırmalarda ok dikkat ekmiřtir [6].Metal oksit nanomalzemeler, elektronik yapı ve fiziksel, kimyasal ve elektromanyetik özelliklere göre sınıflandırılır. Bu malzemeler geniş spesifik yüzey alanına sahip olduėu için yüksek adsorbsiyon özelliėi gösterir [7-8].Metal oksitler incelendiėinde MgO en ok tercih edilen yapı olarak göze arpmaktadır. Bunun temel nedeni ise MgO'nun yüksek ergime sıcaklıėı ve kararlı yapısı olarak açıklanabilir [9-11].(MgO) bir dielektrik malzemedir. Bu nedenle, saf Mg ile bařlayan reaktif ökeltme, Mg hedefinin ciddi yüzey oksidasyonu ile ilgilidir. MgO mükemmel dielektrik özelliklerinden dolayı ve bir kondansatörün depolama kapasitesini artırabildiėi için kondansatör uygulamaları için kullanılması önerilmektedir [12-13].

MgO, kübik yapıda geniş bant aralıėı, düşük optik kayıp ve ısı yalıtımı avantajına sahiptir. MgO ince film hazırlamak için metal organik kimyasal buhar biriktirme (MOCVD), darbeleri Lazer Biriktirme (PLD) ve spreyl piroliz yöntemi gibi eřitli yöntemler vardır [14-17]. Metal oksitlerin ana avantajı, hem ısı transfer sıvısı hem de reaktan olarak hava ile açık döngüde alıřabilmesidir [18].

Bu alıřmanın amacı, ekonomik ve uygulanması kolay olan Kimyasal Banyo Depolama Yöntemi ile MgO ince filmlerin elde edilerek yapısal, optiksel ve elektriksel özelliklerine uygulanan ısılı iřlemin etkisini arařtırmaktır. Elde edilen ince film nanoyapıların yapısal karakterizasyonu XRD ile, yüzeysel morfolojisi 2 boyutta SEM (scanning electron microscopy) 3 boyutta AFM ile görüntülenmiřtir. Elektriksel öz direncini belirlemek için Keithley 2400 source meter yardımı ile 0-3 Volt aralıklarında potansiyel uygulanarak akım-voltaj (I-V) ve (ρ -V) grafikleri elde edilmiřtir. UV-Vis spektrofotometre yardımı ile absorbanans deėerleri ölçölüp, bu deėerlerden yararlanarak geirgenlik (T), yansımaya (R), kırılma indisi (n), sönümlenme katsayısı (k), reel ve sanal dielektrik sabiti (ϵ_1 ve ϵ_2) ve optik bant aralıėı (E_{gap}) gibi optiksel özellikleri hesaplanmıřtır.

BÖLÜM 2

İNCE FİMLERİN ÜRETİM METODLARI

Günümüzde teknolojilerin çoğu, optik, elektrik, optoelektronik, dielektrik uygulamalarda ve benzeri malzemelerin yeni ve benzersiz davranışlarının ortaya çıkmasına yol açan nano kalınlığının yanı sıra nano ebatta malzemeleri en aza indirmek için kullanılmaktadır. Bu şekilde belirtilen yeni bir bilim/malzeme bilimi dalına ince filmler veya kaplamalar denir. İnce film, kalınlığın birkaç nanometreden birkaç mikrometreye kadar değiştiği ince bir malzeme tabakası olarak tanımlanabilir. Tüm malzemeler gibi, ince filmlerin yapısı da hazırlık koşullarına ve malzeme yapısına bağlı olarak amorf ve polikristalin olarak sınıflandırılır. İnce filmler ana tabaka ve filmlerin üzerine biriken alt tabaka olmak üzere iki bölümden oluşur. Ayrıca, ince filmler ince film güneş pilleri, elektrokromik hücreler ve benzeri gibi farklı katmanlardan oluşabilir [19].

İnce film teknolojisinin geliştirilmesi, bilgisayarlar, cep telefonları, güneş pilleri, sensörler ve ekranlar gibi yüksek teknoloji ürünü cihazların ve ürünlerin üretiminde belirleyici bir rol oynamaktadır [20].

Atomik olarak ince filmler, kalınlıkları bir veya birkaç atomik tabakada karşılaştırılabilir katmanları oluşturur. Bir yüzeydeki adsorbe edilmiş tek tabakalı gaz veya safsızlık atomları, atomik olarak ince bir tabakanın örneğidir. Bu durumda, ince tabakanın mekanik tepkisinin, makroskopik mekanik özelliklere veya deformasyonun mikromekanizmalarına göre, atomlar arası potansiyeller ve yüzey enerjisinden daha fazla etkilenmesi muhtemeldir [21].

İyi kalitede ince filmler elde etmek için, fiziksel ve kimyasal birikimler olmak üzere iki yaygın biriktirme tekniği vardır [22].

Fiziksel veya kimyasal buhar biriktirme yöntemleriyle oluşturulan ince filmler genellikle nanometre ile mikrometre aralığında boyutlarda yüzey ve yüzey altı özelliklerine (sütunlu yapılar, taneler, tane sınırları vb.) sahiptir. İnce bir filmin yüzey morfolojisi ve mikroyapısı öncelikle oluşturulan spesifik biriktirme koşulları, yöntemi ve malzemeleri ile belirlenir [23].

İnce film biriktirme teknikleri fiziksel ve kimyasal biriktirme olmak üzere iki türden meydana gelir. Aşağıda verilen akış şeması, ince film biriktirme tekniklerinin sınıflandırılmasını temsil eder:

Fiziksel Biriktirme Teknikleri

1. Buharlaşma Teknikleri
 - a. Vakum Termal Buharlaştırma Tekniği
 - b. Elektron ışını buharlaşması
 - c. Lazer ışını buharlaşması
 - d. Ark buharlaşması
 - e. Moleküler ışın epitaksisi
 - f. İyon kaplama ile buharlaşma
2. Püskürtme teknikleri
 - a. Doğru akım püskürtme (DC püskürtme)
 - b. Radyo frekansı ile püskürtme

Kimyasal Biriktirme Teknikleri

1. Sol- jel Tekniği
2. Kimyasal Banyo Metodu
3. Sprey piroliz tekniği
4. Kaplama
 - a. Elektrokaplama tekniği
 - b. Elektroliz biriktirme
5. Kimyasal Buhar Biriktirme Tekniği

- a. Düşük basınç altında
- b. Plazma gelişmiş
- c. Atomik tabaka birikimi [24].

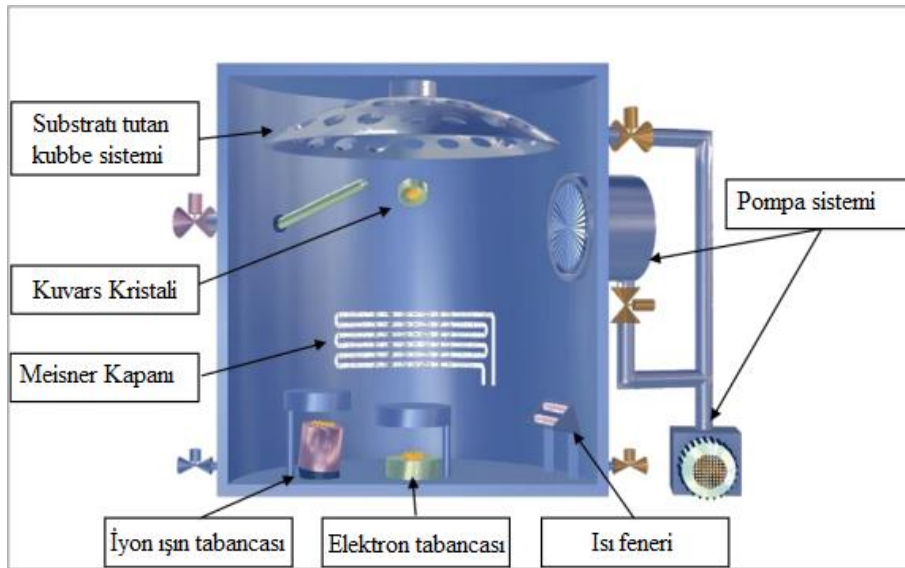
2.1. FİZİKSEL BİRİKTİRME TEKNİKLERİ

Fiziksel buhar biriktirme (PVD) işlemi 100 yılı aşkın bir süredir bilinmektedir ve plazma destekli PVD yaklaşık 80 yıl önce patentlenmiştir. Ancak “fiziksel buhar biriktirme” terimi 1960'lı yıllarda ortaya çıkmıştır. Günümüzde, vakum kaplama işlemlerinin gelişmesine paralel olarak bilinen teknolojiler, püskürtme, vakum, plazma teknolojisi, manyetik alanlar, gaz kimyası, termal buharlaşma, yay ve güç kaynaklarının kontrolü süreçlerinde kullanılmak üzere ihtiyaç olduğu gözlenmektedir [25]. Fiziksel buhar biriktirme metodu yüzeyleri aşınma ve korozyondan korumak için (özellikle 5 mm'den daha kalın malzemeler için) kullanılmasıyla beraber dekoratif amaçlar için de kullanılır. Son teknolojiye kullanılan PVD teknikleri yüksek biriktirme oranına sahiptir. Bu yöntemde en büyük sınırlama alt tabakanın boyutu ve şeklidir [26]. Bu yöntem metalik ve seramik malzemelerde tercih edilerek yapıya iyi yapışma özelliği kazandırarak mühendislik uygulamalarında ve tıbbi alanlarda yoğun olarak tercih edilmektedir [27].

Fiziksel buhar biriktirme (PVD) işlemleri, bir maddenin atomlarının veya moleküllerinin katı veya sıvı bir kaynaktan buharlaştırıldığı, vakum veya düşük basınçlı gaz halindeki bir ortamdan buhar şeklinde taşındığı ve bir substrat üzerinde yoğunlaştığı biriktirme işlemidir. PVD işlemleri, element, alaşım ve bileşik malzemelerin yanı sıra bazı polimerik malzemelerin filmlerini çökeltmek için kullanılabilir. Tipik olarak PVD işlemleri, birkaç angstrom ile binlerce angstrom kalınlık aralığındaki filmleri kaplamak için kullanılır. Tipik PVD birikme oranları 10-100 Å/sn arasında değişir. PVD prosesleri, organik ve inorganik malzemelerin kirlilik içermeyen biriktirme prosesleri kullanılarak çökeltme avantajına sahiptir. Çökeltmelerdeki malzemelerden, kademeli bir bileşime sahip katmanlardan, çok katmanlı kaplamalardan veya çok kalın çökeltiye kadar oluşabilir [28].

2.1.1. Buharlaşma Teknikleri

Termal buharlaşmada (veya vakum altında süblimasyonda), biriktirme malzemesinin büyük kısmı, termal ısıtma veya elektron bombardımanı yoluyla katıdan buhar durumuna geçişe uğrar. Buharlaşan malzeme daha sonra ince filmin büyümesinin gerçekleştiği alt tabakaya taşınır. Böyle bir kaplama teknolojisinin kritik parametreleri esas olarak buharlaşan parçacıkların ortalama hızı ve açısal dağılımıdır. Baz basıncı, buharlaştırıcı parçacıklar ile odadaki artık gazlar arasındaki darbe olaylarının sayısını en aza indirmek için yüksek vakum aralığında tutulmalıdır. Yüksek vakum, parçacıkların ince filmin substrat seviyesinde büyümesi için yeterince “ortalama serbest yola” sahip olmasını sağlar. Buharlaşma yoluyla kaplama genellikle aşağıdaki Şekil 2.1.'de tasvir edilen bir odada gerçekleştirilir. Paslanmaz çelik hazne, birincil ve ikincil bir pompa (örnekteki gibi bir turbo pompa veya bir difüzyon pompası gibi) yardımıyla boşaltılır. Evaporatörün kaynağı bir e-ışın tabancası kafasıdır; kaplama büyümesi hem kalınlık hem de buharlaşma oranını bildirebilen bir kuvars kristali mikrodengesi ile kontrol edilir. Buharlaşma teknikleri; vakum termal buharlaştırma tekniği, elektron ışını buharlaşması, lazer ışını buharlaşması, ark buharlaşması, moleküler ışın epitaksisi, iyon kaplama ile buharlaşma şeklinde sınıflandırılır [29].



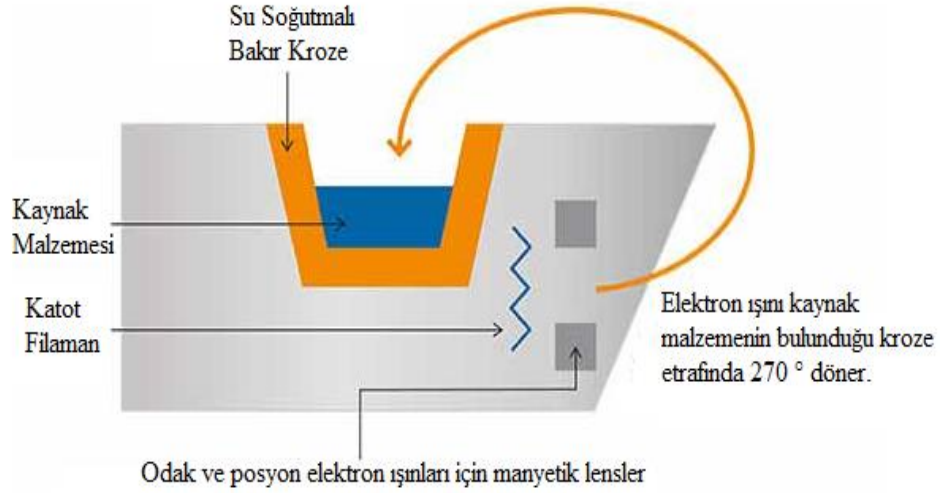
Şekil 2.1. PVD buharlaşma odası gösterilişi [29].

2.1.1.1. Vakum Termal Buharlaşma Tekniđi

Vakum termal buharlaşma biriktirme tekniđi, biriktirilecek malzemenin buharlaşana kadar ısıtılmasından oluşur. İşlem sonunda malzeme buharı sođuk alt tabaka yüzeyinde ve vakum odası duvarlarında ince film şeklinde yoğunlaşır. Buhar ve atmosfer arasındaki reaksiyonu önlemek için genellikle 10^{-6} veya 10^{-5} Torr gibi düşük basınçlar kullanılır. Bu düşük basınçlarda, buhar atomlarının ortalama serbest yolu, vakum odası boyutları ile aynı sıradadır, bu nedenle bu parçacıklar, buharlaşma kaynağından substrata doğru düz çizgiler halinde ilerler. Bu durum, özellikle buharlaşma kaynağından doğrudan erişilemeyen bölgelerde 3D nesnelere 'gölgeleme' olaylarından kaynaklanır. Ayrıca, termal buharlaştırma tekniklerinde, substrat yüzeyine ulaşan buhar atomlarının ortalama enerjisi genellikle düşüktür (kT sırası, yani eV'nin onda biri). Bu durum sonucunda, filmlerin morfolojisi ciddi şekilde etkilenir, genellikle gözenekli ve daha az yapışkan bir yapı elde edilir [30].

2.1.1.2. Elektron ışını buharlaşması

Elektron ışını buharlaşması, bir filamandan yoğun bir elektron ışınının üretildiđi ve kaynak malzemeye (örneğin Au peletleri) çarpması ve vakum ortamında buharlaştırılması için elektrik ve manyetik alanlar yoluyla yönlendirildiđi fiziksel bir buhar biriktirme (PVD) tekniđidir (Şekil 2.2.).Kaynak malzeme bu enerji transferi yoluyla ısıtıldığı bir noktada, yüzeydeki mevcut atomların ayrılmasıyla, vakum odasını çaprazlamak ve buharlaşan malzemenin üzerine yerleştirilmiş bir alt tabakayı kaplamak için yeterli enerjiye sahip olacaktır. Bu yöntemin termal buharlaştırma üzerindeki avantajı, buharlaştırılacak malzemeye daha yüksek enerjilerin kullanılması olasılığıdır, bu da daha yüksek bir yoğunluđa ve sonuç olarak substrata artan yapışma ile ince filmlerin oluşumuna yol açar. Bu yöntem en yüksek saflıkta ince filmler elde etmenin en önemli yoludur. Çoklu bir e-ışın tabancası kullanılarak, vakumu bozmadan ve böylece katmanlar arası kirlenmeden kaçınarak birkaç farklı malzeme biriktirilebilir [31].



Şekil 2.2. Elektron ışını buharlaşması gösterimi [32].

2.1.1.3. Lazer Işını Buharlaşması

Lazer ışını birikimi tipik olarak hedef malzemenin peletlerini düşük basınçlı, oksijen içeren bir ortamda buharlaştırmak için darbeli bir nanosaniye lazer ışını kullanır. Bu koşullar altında, bu malzemenin neredeyse stokiometrik bir "tüyü", ısıtılmış bir substrata taşınır; burada malzeme, nanometre ölçeğinde hassasiyetle, iyi kontrol edilen ince filmler veya çoklu filmlerin katmanlı yapılarını oluşturmak için çekirdeklenir. Bu tip sentez, arayüzlerin, hapseden ve katmanlar arasındaki bağlantının etkilerini araştırmak için yapılır. Malzemelerin tipi tipik olarak birkaç atom elementi içeren karmaşık metal oksitlerdir [33].

2.1.1.4. Ark Buharlaşması

Ark buharlaşma işlemi, bir katodun (yani hedefin) yüzeyinde yüksek bir akım, düşük voltaj arkının çarpmasıyla başlar ve bu da küçük (genellikle birkaç mikrometre genişliğinde), yüksek enerjili yoğun ışık yayan bir alan oluşturur bu alan katot noktası olarak bilinir. Katot noktasındaki bölgesel sıcaklık son derece yüksektir (yaklaşık 15000 °C), bu da yüksek hızda (10 km/s) buharlaştırılmış katot malzemesinin yüksek hızı ile sonuçlanır ve katot yüzeyinde bir oyuk bırakır. Katot noktası sadece kısa bir

süre için aktiftir ve daha sonra bir önceki oyuğun yakınında yeni bir alanda kendini söndürür ve yeniden tutuşur. Bu davranış, ark görünümünde harekete neden olur. Ark temel olarak bir akım taşıyan iletken olduğundan, bir elektromanyetik alanın uygulanmasından etkilenebilir. Bu işlem, arkı hedefin tüm yüzeyi üzerinde hareket ettirmek için kullanılabilir, böylece toplam yüzey zamanla aşınır. Ark, yüksek düzeyde iyonizasyon, çoklu yüklü iyonlar, nötr parçacıklar, kümeler ve makro parçacıklar (damlacıklar) ile sonuçlanan son derece yüksek bir güç yoğunluğuna sahiptir [34-35].

2.1.1.5. İyon Kaplamalı Buharlaştırma

İyon kaplama, biriktirme sırasında enerjili iyon bombardımanını kullanarak, çökelmeyi yoğunlaştırmak ve kaplamanın gerilme ve mikro yapı gibi özelliklerini kontrol etmek için kullanılır. Biriktirme sırasında iyon bombardımanı, iyonların bir plazmadan parçaya hızlandırılması veya ayrı bir iyon kaynağı (iyon tabancası) kullanılarak yapılabilir. Plazma bazlı iyon kaplama durumunda, kaplanan parçaya bir hızlanma potansiyeli uygulanır. İyon ışını durumunda iyonlar iyon kaynağından uzaklaşır ve parça toprak potansiyelinde olabilir. İyon kaplama, çoğu metalik, cam, seramik ve hatta plastik yüzeylere uygulanabilir. İyon kaplamanın avantajları, yapıştırma için parçanın yüzeyinde yüksek enerji meydana getirmesidir. Yüzey kaplaması buharlaşma ve püskürtme işleminden daha başarılı sonuç verir. Yüzeyin kontrollü iyon bombardımanı yapışma yoğunluğunu artırabilir ve gerilmeyi azaltabilir. Kimyasal reaksiyonlar, enerji sağlayarak ve malzeme yüzeyi üzerinde plazma aktivasyonu ile geliştirilebilir.

Endüstriyel çalışmalarda iyon kaplama, aşınma yüzeyleri, uyumlu kaplamalar ve yüksek yoğunluklu kaplamalar için sert kaplamalar yapmak için tercih edilir. İyon kaplama ile üretilen tipik kaplama malzemeleri (Ag, Al, Au,Cu,Cr, Ni,Ti, Pt) içerir; metal nitritler (kalay, Cr₂N, Si₃N₄, AlN, ZrN); oksitler (SiO₂, Al₂O₃),kARBÜRLER ve elmas benzeri olarak açıklanabilir. Kaplama kalınlıkları 1 - 10 mm aralığındadır (40 - 400 µ). Alüminyumun iyon kaplamasının, havacılık uygulamalarında kadmiyumun ile birlikte etkili olduğu kanıtlanmıştır ve bu özellik çeşitli askeri ve ticari uçak sistemlerinde, füzelerde ve helikopterlerde kullanılmıştır. İyon kaplamalı alüminyum, gerçek servis testlerinde ve asidik tuz buharında kadmiyumdaki daha iyi performans

gösterir. Al kaplama, hidrojen gevreklesmesine neden olmaz ve farklı metaller ve galvanik korozyon ile ilgili sorunları gidermeye yardımcı olur. İyon kaplamanın dezavantajları, diğer PVD tekniklerinden bazılarına göre daha fazla işlem değişkeni olması, tekdüzelik sorunları, aşırı substrat ısınması olabilir ve bazı durumlarda artık basınç gerilmesi oluşturmasıdır [36].

2.2. PÜSKÜRTME TEKNİKLERİ

Püskürtme tekniği, bir kaynak malzemenin, hedefe iyon bombardımanına dayanır. İyon bombardımanı, tamamen fiziksel bir işlem, yani hedef malzemenin püskürtülmesi nedeniyle işlem buharla sonuçlanır. Bu nedenle, bu teknik, termal buharlaşma ve darbeli lazer birikimi içeren fiziksel buhar biriktirme tekniklerinin sınıfının bir parçasıdır. Püskürtme birikimi ile ince filmlerin büyütülmesi için en yaygın yaklaşım, manyetik olarak geliştirilmiş bir kızdırma deşarjının plazmasında bulunan pozitif iyonların hedefi bombaladığı bir magnetron kaynağının kullanılmasıdır. Püskürtme tamamen fiziksel bir süreç olduğu için, örneğin, bir bileşik tabakanın plazmaya duyarlı bir gaz ile reaktif püskürtme yapılması gerekir. Reaktif gazın hedef malzeme ile istenmeyen reaksiyonu, reaktif gaz akışının bir fonksiyonu olarak biriktirme parametrelerinin doğrusal olmayan bir davranışına neden olur. Bu davranışı modellemek için, çeşitli türlerin hedefe doğru akıları belirlenmelidir. Bununla birlikte, substratta meydana gelen yapıların akıları da aynı derecede önemlidir, çünkü bunlar sadece reaktif püskürtme biriktirme sürecini etkilemekle kalmaz, aynı zamanda istenen filmin büyümesini de kontrol eder. Gerçekte de, manyeton saçılımlı biriktirilen filmlerin mikro yapısı, alt tabakaya gelen parçacıkların türü, akıları ve parçacık başına enerji ile tanımlanır [37].

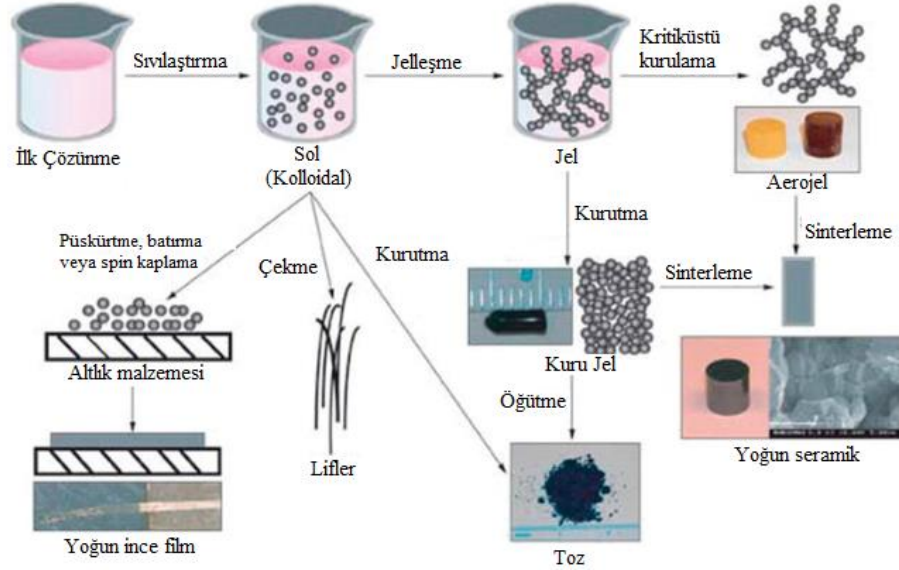
2.3. KİMYASAL BİRİKTİRME TEKNİKLERİ

Kimyasal buhar biriktirme (CVD) yaygın olarak kullanılan bir malzeme kaplama teknolojisidir. Prosesin çoğu, yüzeylere katı ince film kaplamaların uygulanmasını içerir, ancak aynı zamanda bu yöntem yüksek saflıkta kütleli malzemeler ve tozlar üretmek ve ayrıca filtreleme teknikleri ile kompozit malzemeler üretmek için kullanılır

[38]. Ayrıca CVD'nin, yüksek kaliteli 2D malzemelerin sentezi için en umut verici ve alternatif yollardan biri olduğu bilinmektedir [39].

2.3.1.Sol-Jel Tekniği

Sol-jel kimyası iki farklı faz içerir: çözelti ve jel: sol, katı parçacıkların koloidal bir süspansiyonudur, jel ise, ikincil, genellikle sıvı faz boyunca sürekli bir varlık oluşturan birbirine bağlı bir katı faz parçacıkları ağıdır. Sol-jel yöntemlerinin avantajları olarak yüksek verim, düşük çalışma sıcaklıkları ve düşük üretim maliyetleri söylenebilir [40]. Sol-jel prosesleri uygulanan substrata bağlı olarak farklı formülasyonlar içerir [41].Sol-jel prosesi jel prosesi, camsı veya cam seramik malzemelerin sentezlenmesi için kullanılan kimyasal bir uygulamadır. Süreç bir solun hazırlanmasını, solun jelleşmesini ve jel içindeki birbirine bağlı kanallarda bulunan ince sıvının çıkarılmasını içerir [42] (Şekil 2.3.).



Şekil 2.3.Sol- jel üretim aşamaları [43].

Bir jel, bir sıvı fazı çevreleyen sol parçacıklarının üç boyutlu sürekli ağından oluşur [44]. Jel üretimi; liyofilik kolloidlerin tuzlar veya çökteltici sıvılar ile topaklanması, bazı koloidal çözeltilerin buharlaşması, liyofilik moleküllerin şeklinde değişikliğe yol

açan kimyasal reaksiyonlar ve uygun bir sıvı ile temas ettiğinde kuru bir kolloidin şişmesi (örneğin suya eklenen nişasta granülleri) olmak üzere dört farklı şekildedir. Kullanım alanı olarak sol viskozitesi uygun bir aralıkta ayarlanırsa, sırasıyla fiber optik sensörler ve ısı yalıtımı için kullanılabilen hem optik hem de refrakter seramik elyaflar elde edilebilir. Hem camsı hem de kristalin birçok seramik malzeme, dökme katı hal bileşenlerinden ince filmler, kaplamalar ve lifler gibi yüksek yüzey alanı formlarına kadar çeşitli formlarda kullanım bulmuştur [45].

Sol, düşük viskoziteye sahiptir ve bu da bir kalıba veya şekle dökülmesini kolaylaştırır. Jelin döküm kabına yapışmasını önlemek için uygun bir kalıp seçilmelidir. Jelleşme; işlem gerçekleştikçe, üç boyutlu ağlar kolloidal parçacıklardan ve yoğun silislerden oluşmaya başlar. Parçacıkların boyutu ve jelleşme süreci jelin özelliklerini belirler. Jelleşme işleminde, viskozitede daha sonra bir artış olur ve bu durumda yapı, kabın şeklini alır. Zamanla, viskozitede kontrollü değişim ile jelleşme meydana gelirken lifler birlikte bükülür. Jelleşme, doğada elektriksel olabilen bileşenler arasındaki etkileşimlere bağlı olan kolloidal parçacık ile aglomerasyona neden olur [46].

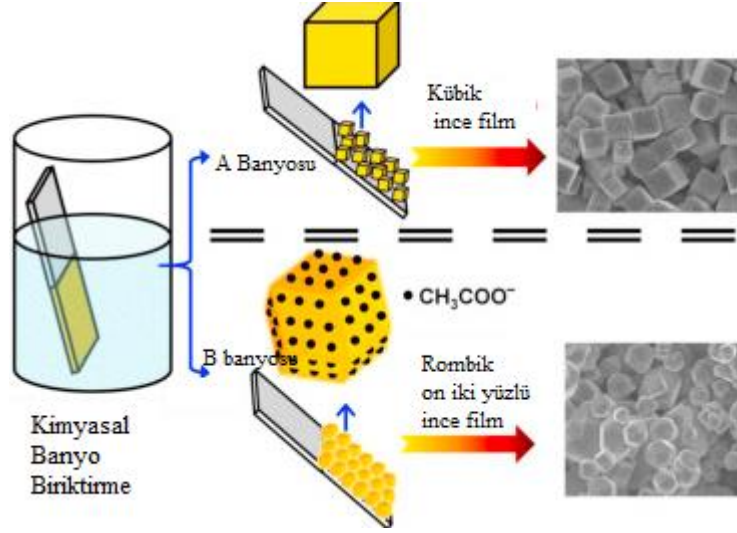
Yaşlanma; jel noktasındaki viskozitedeki keskin artış, belirli bir ağ yapısında donar. Bununla birlikte, bu yapı sıcaklık, çözücü veya pH koşullarına bağlı olarak zamanla önemli ölçüde değişebilir. Ağ oluşumuna yol açan kimyasal reaksiyonlar jelleşme ile tamamlanarak ıslak jeller tekrar yapısal düzenlemeler gerçekleştirir. Bu olay jellerin sertliğini artırır ve yaşlanma olarak adlandırılır [47].

Kurutma: kurutma işleminde, çözücü fazlalığı karmaşık ağdan çıkarılır. Kurutma sırasında, gözenekler küçük olduğunda büyük bir kılcal gerilmeler gelişebilir. Bu gerilmeler, jellerin anında çatlamasına neden olur ve sadece sıvı yüzeyini azaltarak işlem sırasında kontrol edilirse durdurulabilir. Bu, çok küçük gözeneklerin ortadan kaldırılması veya yüzey aktif maddelerin eklenmesiyle, katı ve sıvı kısımların etkileşime girmesini durdurabilen hiperkritik buharlaşma ile yapılabilir. Aerogel kuruduktan sonra düşük yoğunluklu hale gelir. Cam plakalar arasına yerleştirildiğinde ve nihayet tahliye edildiğinde çok iyi bir ısı yalıtımı kazanır.

Yoğunlaştırma: üretilen jel, yüksek sıcaklıklarda ısıtılır ve bu da jelin yoğunlaştırılmasına neden olur. Bu aynı zamanda jel gözenekleri ortadan kaldırmak ve yoğunluk yaklaşık erimiş kuvars veya silis yapar. Yoğunlaşma sıcaklığı gözenek boyutuna, gözenek bağlantısına ve yüzey alanına bağlıdır [48].

2.3.2. Kimyasal Banyo Biriktirme

KBB yöntemi yarı iletken nano yapılar ve ince filmlerin kaplama sürecinde tercih edilen kaplama yöntemidir [49]. KBB yöntemi, temizlenmiş bir substratın çökeltme reaksiyon çözeltilerine daldırıldığı ince filmlerin yüzeyde biriktirme tekniğidir. Harici bir elektrik alanının veya harici enerjinin uygulanmasını gerektirmez ve reaksiyon, normal basınç ve düşük sıcaklık (30-90°C) altında reaktanların bağlanmasını ve çökmesini kontrol ederek gerçekleştirilebilir. Bu yöntemle bir substrat üzerine inorganik ince bir film biriktirilebilir. Şekil 2.4.'te örnek bir kimyasal banyo biriktirme süreci verilmiştir [50]. İnce filmlerin kimyasal banyo biriktirme tekniği ile hazırlanması, nispeten basit ve uygun maliyetli, minimum malzeme israfına sahip olduğundan ve düşük sıcaklıkta geniş alan birikiminde uygulanabildiğinden büyük ilgi çekmektedir. Kimyasal banyo biriktirme yönteminde, ince filmi kaplamak için kontrollü bir kimyasal reaksiyon kullanılır. Tipik deneysel yaklaşımda, substratlar kalkojenit kaynağı, metal iyonu ve kompleks yapıcı içeren çözeltiye daldırılır [51]. Çözelti ve substrat biriktirme işlemi sırasında temas ettiğinden, boşluksuz ve tek tip film birikintileri verir. KBB yöntemi ile çok sayıda substrat aynı zamanda uygun bir kimyasal banyo tasarımı ile tek bir işlemle kaplanabilir [52].



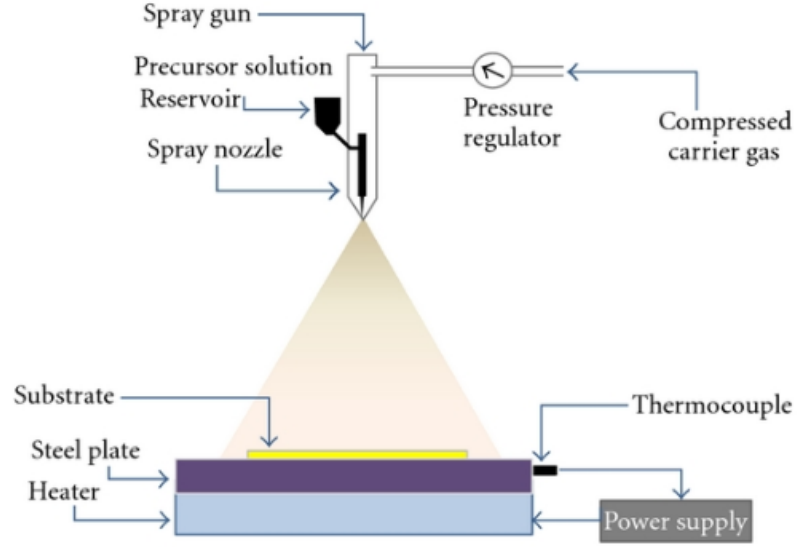
Şekil 2.4. Kimyasal banyo biriktirme yöntemiyle ince film kaplaması [53].

2.3.3. Sprey Piroliz Tekniği

Sprey piroliz, bileşenlerin bir kimyasal bileşik oluşturmak üzere reaksiyona girdiği, ısıtılmış bir yüzeye bir çözelti püskürtülerek ince bir filmin biriktirildiği bir süreçtir. Kimyasal sprej biriktirme işlemi, reaksiyon türüne göre üç gruba ayrılabilir: birinci grupta, çözelti damlacıkları ısıtılmış yüzeyde bulunur, çünkü çözücü buharlaşır ve bileşenler kuru halde daha fazla reaksiyona girebilir. İkinci grup, damlalar ısıtılmış yüzeye ulaşmadan önce çözücünün buharlaştığı ve kuru katı maddenin ayrışma yoluyla yüzeye çarptığı bir işlemi temsil eder. Üçüncü grupta, damlacıklar, çözelti bileşenlerinin heterojen reaksiyonu ile alt tabakaya yaklaştıkça çözücünün buharlaştığı süreçlerdir. Tüm bu işlemlerde kontrol edilmesi gereken en önemli parametreler substrat sıcaklığı, taşıyıcı gaz akış hızı, nozul-substrat mesafesi ve çözelti içeriği ve konsantrasyonudur. Bu parametreler arasında, substrat sıcaklığı sprej piroliz işlemesinden ince film üretmede en önemli faktör olarak kabul edilmiştir; bunun nedeni, damlacıkların kurutulması, ayrışması, kristalleşmesi ve tane büyümesinin bu parametreye güçlü bir şekilde bağlı olmasıdır [54].

Sprej piroliz tekniği, malzemeleri toz ve film şeklinde sentezlemenin düşük maliyetli, vakumsuz bir yoldur. Filmler söz konusu olduğunda, genellikle geniş alan birikimi

ve endüstriyel üretim süreçleri için kolayca uyarlanabilen çok çeşitli substratlar üzerine biriktirilirler [55].



Şekil 2.5. Sprey piroliz tekniği çalışma prensibi [56].

2.4. KAPLAMA

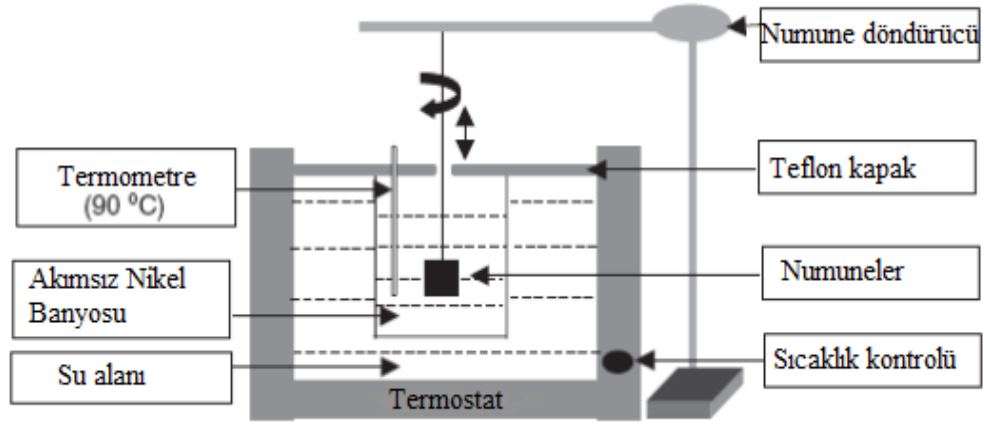
Kaplama, bir yüzey malzemesinin başka bir malzemeye uygulanmasıdır. Üretilen parçaların yüzeylerinde istenen fiziksel, kimyasal ve görünüm nitelikleri sağlanır. Metalden yapılmış veya metal bileşenlere sahip neredeyse tüm imal edilmiş ürünler bir çeşit yüzey kaplamasına sahiptir. Kaplama sağlamlığı artırır, korozyonu önler, sertlik sağlar veya bir nesneye çekici bir yüzey verir. Kaplama galvanik ve akımsız kaplama olmak üzere ikiye ayrılır [57].

Galvanik kaplama, bileşenin görünümünü veya özelliklerini arttırmak için bir alt tabaka üzerine bir metal tabakası biriktirmek için elektrolitik bir işlemdir [58]. Galvanik kaplamanın başlıca nedenlerinden biri korozyon ve / veya oksidasyon direnci sağlamaktır; bununla birlikte, daha genel olarak, elektrokimyasal yüzey işlemi, yüzeyin istenen yapısal veya diğer özelliklerini korurken yüzeye özel kimyasal veya mekanik özellikler eklemek için kullanılabilir [59].

Galvanik kaplamanın temel özelliđi, iyonların difüzyon işlemidir ve bu da çok iyi tanımlanmış kalınlık profiline sahip, yüksek kaliteli yüzeylerin üretilmesine neden olur. Tam tabaka kalınlığı kontrolü, yüksek kaliteli morfoloji ve iyi kontrollü kompozisyon ve stabilite, iş parçasının düşük termal yükü ve parça başı düşük üretim maliyetleri, elektrokaplamanın temel güçlü yanları arasındadır. Metalik kaplamaların üretimi, elektrot/elektrolit arayüzünde elektrokimyasal reaksiyonları içerir ve bu da iyonların çözeltilerden elektron transferi ile iletken yüzeye birikmesine neden olur [60]. Galvanik kaplamada kullanılan bazı metaller alüminyum, pirinç, bronz, kadmiyum, bakır, krom, demir, kurşun, nikel, kalay ve çinkonun yanı sıra altın, platin ve gümüş gibi değerli metallerdir. Voltaj, amper, sıcaklık, ikamet süreleri ve banyo çözeltilerinin saflığı gibi parametrelerin kontrolü ile farklı kaplama tipleri elde edilebilir [61].

Akımsız kaplama işleminde metal iyonlarının diđer metal iyonlarına indirgenmesi, temel olarak elektron vericilerin indirgeyici etkisiyle gerçekleşir. Metal iyonları elektron alıcısı olarak işlev görür ve elektron vericilerle kimyasal reaksiyona girer. Bu işlem akımsız kimyasal reaksiyonun hızlanmasının, oksitlemek için kullanılan indirgeyici maddeye maruz kaldığı elektrodsuz bir işlemdir. Şekil 2.5.'de akımsız kaplamalarla ilgili süreç gösterilmiştir [62].

Akımsız kaplama, elektrokaplama işleminin ana parçasıdır. Bu kaplama homojen dağılım, dayanıklılık ve tercih edilen kalınlık sağlar. Manyetik değildir ve daha yüksek gerilme oranı nedeniyle deformasyon veya uzama altında parçalara ayrılma yoktur. Akımsız kaplamanın galvanik kaplamadan farkı enerjiyle ilgilidir. Akımsız kaplamada elektrik enerjisine ihtiyacı yoktur. Böylece kaplama filmi düzgün bir yapıda görünür. Bu yöntem, üniform yüzey filmi, aşınma ve korozyon direnci gibi üstün özellikler nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır [63].

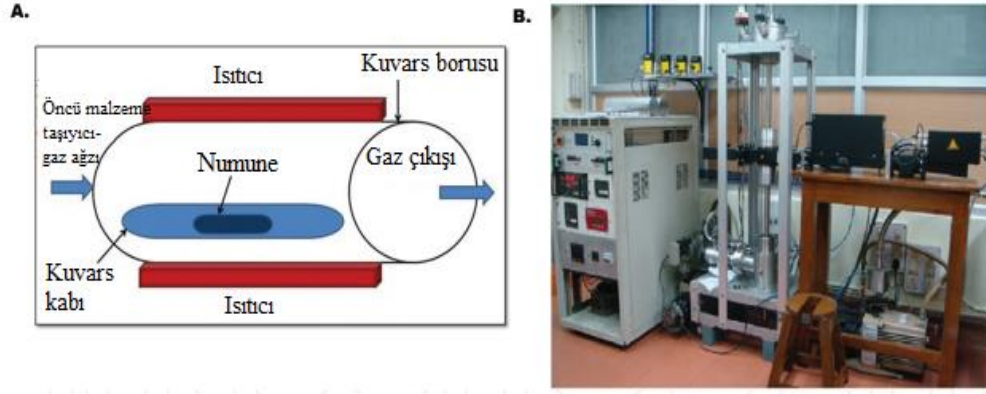


Şekil 2.6. Akımsız deneylerde kullanılan aparatın genel gösterimi [64].

2.5. KİMYASAL BUHAR BİRİKTİRME

Kimyasal buhar biriktirme, buhar fazındaki kimyasal reaksiyondan ısıtılmış bir yüzey üzerinde bir katının çökmesi olarak tanımlanabilir. Biriktirme türleri atomlar veya moleküller veya bunların bir kombinasyonudur. Kimyasal buhar biriktirme (CVD) kaplamalar, tozlar, lifler ve monolitik bileşenlerin üretimi için uygun çok yönlü bir süreçtir [65]. Kimyasal buhar biriktirme (CVD), yüksek kalitede kontrollü çökelmeler elde etmek için hızlı ve ekonomik bir yöntemdir. Bu yöntemin en büyük dezavantajı, yapıdaki bağlanamayan kalıntılar ve bazı durumlarda filmin zayıf yapışması nedeniyle kirlerin yapıda birleşmesidir [66]. CVD ile, çoğu metal, karbon ve silisyum gibi birçok metalik olmayan elementin yanı sıra karbürler, nitrürler, oksitler, intermetalikler de dahil olmak üzere çok sayıda bileşik üretmek mümkündür. Bu teknoloji, yarı iletkenlerin ve diğer elektronik bileşenlerin üretiminde, aletlerin, rulmanların ve diğer aşınmaya dayanıklı parçaların kaplanmasında ve birçok optik, optoelektronik ve korozyon uygulamalarında önemli bir faktördür [65]. Kimyasal buhar biriktirme işlemi esnasında reaktan gazları bir reaksiyon odasına yerleştirilir ve ince filmi oluşturmak için bir ısıtıcı yüzeyinde ayrışır ve reaksiyona girer. Alt tabakanın ısıtılması gerektiği için bu işlem yüksek sıcaklıkta olmalıdır [67]. CVD, hem gaz fazında hem de substrat yüzeyinde meydana gelen buhar fazı öncü türlerinin kimyasal reaksiyonlarına dayanan bir film biriktirme yöntemidir. CVD teknikleriyle, sadece düz yüzeylerde değil, aynı zamanda karmaşık şekilli yüzeylerde de düşük gözenekli

düzgün kalınlıktaki filmleri katkılamak mümkündür. Şekil 2.6.'da belirtildiği gibi genellikle, CVD işlemleri çok karmaşıktır ve bir dizi gaz fazı ve yüzey reaksiyonları içerir [68].



Şekil 2.7. Cihazın çeşitli bileşenlerini gösteren kimyasal buhar biriktirme tekniğinin şematik hali (A), mikrodalga PECVD ünitesi (B) [69].

Kimyasal buhar biriktirme işlemi düşük basınç (LPCVD), plazma geliştirilmiş (PECVD) ve atomik katman biriktirme (ALD) olarak üç farklı şekilde sınıflandırılır. LPCVD genellikle birçok mikrometre birkaç nanometre arasında değişen yarı iletkenler üzerinde ince filmlerin birikimi üretiminde kullanılan bir süreçtir. Bu proseste ilk olarak, reaksiyona giren gaz türleri yüzeye taşınmalıdır. İkinci aşamada, gaz halindeki yapılabir tabaka yüzeyine absorbe etmelidir. Üçüncü olarak, heterojen yüzey reaksiyonu ile reaksiyon ürünleri üretilir. Son adımda ise, gaz halindeki reaktanlar yüzeyden uzaklaşır. LPCVD, sadece yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilebilirken, film kalınlığı üzerinde daha fazla kontrol sağlayan ve kalınlık varyasyonlarını azaltarak reaksiyon hızını azaltır. Aynı zamanda filmin saflığını ve iç yapısını geliştirir. Sürecin basitliği, geniş tane aralığında kullanımına izin verir [70].

Atomik tabaka biriktirme (ALD), farklı özellikleri sayesinde birçok uygulama bulan ultra ince bir film biriktirme tekniğidir. Karmaşık üç boyutlu yüzeylerde bile kontrol edilebilir kalınlığa sahip uyumlu filmlerin üniform bir şekilde birikmesini içerir ve elektronik cihazların verimliliğini artırabilir. Bu teknoloji, yeni fonksiyonel malzemeler sayısız pratik uygulamaları tarafından sentezlenen, özellikle mikroelektronik, enerji depolama sistemleri, desalinations, kataliz ve tıbbi alanlar için

gelişmiş nanodesenleme içinde önemli bir ilgi görmüştür. Farklı ALD işlem modları vardır, ancak en yaygın olarak kullanılan alt modları termal ALD ve plazma ile geliştirilmiş ALD (PEALD) ' dir. Buna ek olarak, plazma destekli veya kökten geliştirilmiş ALD de PEALD olarak adlandırılır. Termal ALD esas olarak yüzey reaksiyonları yoluyla meydana gelen, yüzey geometrisi ve reaktör tasarımından bağımsız olarak iyi kalınlık kontrolü ve uyumluluk sağlayan yüzey tahrikli bir işlemdir. Termal ALD işlemleri nispeten yüksek sıcaklık (150-350 °C) gerektirir [71].

PECVD' deki film biriktirme kimyası hem gaz fazı hem de yüzey reaksiyonunu içerir. Bu işlem plazma yoğunluğunu artırmak için, gerekli iyonlaşmayı ve sonuçta öncü gazların daha verimli kullanılmasına yardımcı olur [72].

2.6. MgO İNCE FİMLERLE İLGİLİ LİTERATÜR TARAMASI

Ezhil Raj ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada magnezyum oksit filmleri, sprey piroliz tekniği kullanılarak 500 ve 600°C sıcaklıklarda kuvars substratlarında başarıyla hazırlanmıştır. Proses parametreleri, kaliteli kristalin filmlere sahip olacak şekilde optimize edilerek optik olarak açık, yapışık ve üniform bir yapı elde edilmiştir. Büyüme hızı ve kristal kalitesinin substrat sıcaklığına duyarlı olduğu görülmüştür. MgO filmi 400°C'nin üzerinde kristalleşmeye başlamış olup substrat sıcaklığı 600 °C'ye yükseltilmiştir. Bu çalışmada (200) ekseninde yönelim gerçekleşmiştir. 500° C'de, (220) pikler tespit edilmiştir. Mg-O faz oluşumu FTIR sonuçlarından tespit edilmiş olup tüm filmler görünür ve IR radyasyon aralığında şeffaflık %80'den büyük ve alt tabaka sıcaklığı 600°C'ye yükseltildiğinde bant boşluğu değeri 5.25 eV olarak ölçülmüştür. Bu proses için AFM çalışmaları incelendiğinde, optimum sıcaklıkta hazırlanan MgO filmlerin homojen ve uyumlu bir bağlanma meydana getirdiği görülmüştür. [73].

Başka bir çalışmada rastgele yönelimli kristallerden oluşan, ortalama kristal çapı 100-500 Å ve % 15-20 aralığında yüksek ikincil yayınma verimi gösteren MgO ince filmler hazırlanmıştır.

Bu çalışmada gözlenen yüksek verimlerin, ince filmde ziyade, öncelikle MgO'nun kristal özelliklerinden kaynaklandığı bulunmuştur. Bununla birlikte, alan genişletilerek yayının devam ettiği gözlemlenmiş ve bazı koşullar altında verimin %20'ye kadar arttırdığı bulunmuştur.

İkincil yayının en olası enerjisi yaklaşık 1 ev olarak bulunmuş olup bu da düşük bir değer olarak görülmektedir. DC ölçümleri ile ciddi şarj ve doygunluk eksikliği mevcut olduğundan, ikincil enerji dağılımını ölçmek için tek darbe ölçüm teknikleri gereklidir.

İnce filmlerin verimi, su buharı ve karbondioksit maruz kaldığında azalmakta olup elektron bombardımanı ile karbondioksit nüfuziyeti durumunda, ilk verime ulaşmak için ısıtma ile film kolayca geri bağlanabilir. Filmlerin 5 mA/cm² 'ye kadar akım yoğunluklarında elektron bombardımanı altında oldukça kararlı olduğu bulunmuştur [74].

Başka bir çalışmada da He, Ne ve Ar iyonları ile yavaşça bombardımana tutulan bir Mo substrat üzerinde ince bir MgO (100) filmde elektron emisyonunun ayrıntılı bir çalışması incelenmiştir. İyon başına yayınan elektronların mutlak sayısı ve elektron spektrumu, MgO yüzeyine gelen iyonların Auger nötralizasyonuna bağlı olabilir. Bu nedenle, ek bir mekanizma önerilmiştir: MgO filmde oluşan delikler, metal substrat iletim bandından iki elektron içeren bir burğu nötralizasyon işlemine neden olan MgO-substrat arayüzüne taşınır.

Elde edilen sonuçlar, iki işlemin toplam elektron verimine katkıda bulunduğunu göstermektedir: MgO yüzeyine gelen bir iyonun Auger nötralizasyonu, MgO-substrat arayüzünde bir valans-bant boşluğunun Auger nötralizasyonu olarak açıklanabilir. Bu substrat etkisi sadece o anda çalışılan arayüzey için gerçekleşmeyecek olup uygun bir film-substrat kombinasyonu seçerek, iyon kaynaklı ikincil elektron-yayınma kaynağı oluşabilir. Bu durum, daha düşük yayınım voltajlarında çalışan plazma ekran panellerinin geliştirilmesi için yeni bakış açısı sağlar [75].

Başka bir çalışma ise düşük kusur ve yüksek kusurlardaki MgO ince filmlerin iletken olmayan malzemeler üzerindeki yüzey kusurlarının spektroskopik sonuçları hakkında çalışma yapılmıştır. Bu çalışmada nokta kusurlarının, sadece MgO bant boşluğunda saptanabilir bir yüzey üretmesiyle beraber bu kusurlar Mies görüntüleme yöntemi ile titrasyon olmadan saptanmıştır. Mies ile bağlantılı olarak hiçbir molekül içermeyen yüzey kusurlarının titrasyonu, kusur alanlarının adsorpsiyon kinetiği ve kimyasal reaktivitesi ile ilgili yeni bilgiler ortaya koymaktadır. Yeni hazırlanmış ve tavllanmış ince filmler için uzatılmış kusurların yüzey yoğunluğunun %10 - %15 aralığında olduğu saptanmıştır. Bu yoğunluk termal soğuma sonrası daha çok yükselmiştir. [76].

Jung ve arkadaşları tarafından yapılan başka bir çalışmada MgO ince filmler iki sol kullanılarak hazırlanmıştır. Hidrolize Sol' dan MgO filmlerinde ikincil elektron emisyon akımında ciddi bir dalgalanma görülmüştür. Bununla birlikte, hidrolize olmayan MgO filmleri, iyon kaynaklı kararlı bir akım göstermiştir. Hidrolize edilmemiş MgO filmlerin yüksek ve düşük işlem sıcaklığı, sol-jel işleminin, AC plazma ekran paneli hücrelerinde koruyucu bir tabaka olarak kullanılmak üzere MgO filmlerini hazırlamak için uygun olduğunu ortaya koymuştur [77].

Başka bir literatür çalışmasında yaklaşık 0.4 mm kalınlıkta ince filmler CoFe_2O_4 tek kristal malzeme üzerine yerleştirilmiştir. Darbeli lazer biriktirme kullanarak MgO substratlar için kaplanan filmlerin fazı, uyumluluğu ve mikroyapısı, substrat sıcaklığının bir fonksiyonu olarak araştırılmıştır. 200-800 °C'de 30 mTorr sabit bir oksijen birikimi basıncında kaplanan filmlerin tek fazlı, iyi yönlendirilmiş ve yaklaşık olarak hedefin stokiyometrisine uygun olduğu bulunmuştur, ancak filmlerin kübik kafes sabiti, filmlerin gergin olduğunu gösteren substrat sıcaklığına bağlı olduğunu göstermiştir. Substrat sıcaklığının en büyük etkisi, kaplanan filmlerin manyetik özellikleri üzerine olmuştur. [78].

Chang ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada dielektrik sabiti ile ilgili etkiler incelenmiş olup malzemenin üzerinde yük depolayabilme özelliği araştırılmıştır. MgO ile $\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{TiO}_3$ birleştirilmiş olup bu işlemin sonuçları; Mg ikame işleminin bst fazına etkisi ve Mg ikame edilmiş bst fazı ile karıştırılan MgO fazının etkisi olarak tespit edilmiştir. Bst'ye Mg ikame işlemi, hem dökme seramiklerin hem de ince

filmlerin mikro yapısını önemli ölçüde değiştirerek, kübik-tetragonal faz geçiş pikini daha düşük bir sıcaklığa kaydırıp, dielektrik sabitinde ani bir azalmaya neden olur. Mg ikame edilmiş bst ve MgO karışık fazın Mg ikame edilmiş bst faz geçiş pikini bastırıldığı ve genişlettiği gözlenmiş olup bu da dielektrik sabitinde yavaş bir düşüşe neden olur. Mg ikame edilmiş bst ve MgO-karışık ince filmler, ideal dielektrik ayarını korurken saf BST ve Mg katkıları bst ince filmlere kıyasla DC bağımlılığına sahip nispeten yüksek bir dielektrik etkisi gösterir. BST ile MgO karışımının BST faz geçişleri üzerine etkileri incelendiğinde; Bst içine Mg ilavesi düşük bir sıcaklıkta kübik-tetragonal BST pik noktalarında kaymalara neden olduğu görülmüştür. Mg-ikame BST ve MgO-karışık fazlar çökelmiş ve genişletilmiş BST faz geçiş pikleri görülerek ve bunun sonucunda oda sıcaklığında dielektrik sabitleri ve elektrik kayıplarının azalmasına neden olduğu tespit edilmiştir. MgO bazlı kompozit ince filmler, ideal dielektrik ayarını korurken saf bst ve Mg ikame edilmiş bst ince filmlere kıyasla nispeten yüksek bir dielektrik göstermiştir [79].

Hong ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada Ekzo-elektron emisyon akımları ile AC-PDP'nin kızdırma deşarjlarının istatistiksel gecikmesi arasındaki ilişki, ekzo-elektron akımları ölçülerek araştırılmıştır. Akımlar zaman ve katkılama malzemelerinin bir fonksiyonu olarak ölçülmüştür. Ölçülen sonuçlar, ekzo-elektron akımlarının zamanla katlanarak azaldığını, istatistiksel gecikmenin zamanla arttığını göstermiştir. Sonuçlar, istatistiksel deşarj gecikmesinin MgO filminden 1 - 10 ms'lik bir zaman aralığında egzo- elektron emisyonu akımlarıyla ters orantılı olduğunu göstermektedir [80].

BÖLÜM 3

MALZEME VE METOT

3.1. KİMYASAL BANYO DEPOLAMA METODU (CBD)

Kimyasal banyo depolama yöntemi ile ince film oluşumu, aşağıdaki faktörlerden etkilenir:

1. Banyo sıcaklığı
2. Öncülerin doğası ve konsantrasyonu
3. Kompleksleştiricinin yapısı ve konsantrasyonu
4. Solüsyon çözeltisinin pH'sı
5. Depolama zamanı
6. Substratların doğası

3.2. DENEYDE KULLANILAN ARAÇ/ GEREÇ/ CİHAZLAR

3.2.1. Isıtıcı Tabla/ Manyetik Karıştırıcı

Manyetik karıştırıcı farklı değişkenliklere sahip sıvı haldeki malzemeler için değişken sıcaklık değerlerinde malzemeleri homojen olarak karıştırabilen cihazlardır. Bu cihaz için dakikada 200-2200 devirlik değerlere ulaşmak mümkündür. Bu çalışmada şekil 3.1'de gösterilen manyetik karıştırıcı kullanılarak MgO sentezinde hızlı ve ideal bir çözünme sağlanıp ince film kaplama prosesinde kullanılacak MgO çözeltisi elde edilmiştir.



Şekil 3.1. Elektro-Mag M 221 ısıtıcı tabla / manyetik karıştırıcı.

3.2.2. Sterilizatör Pastör Fırını

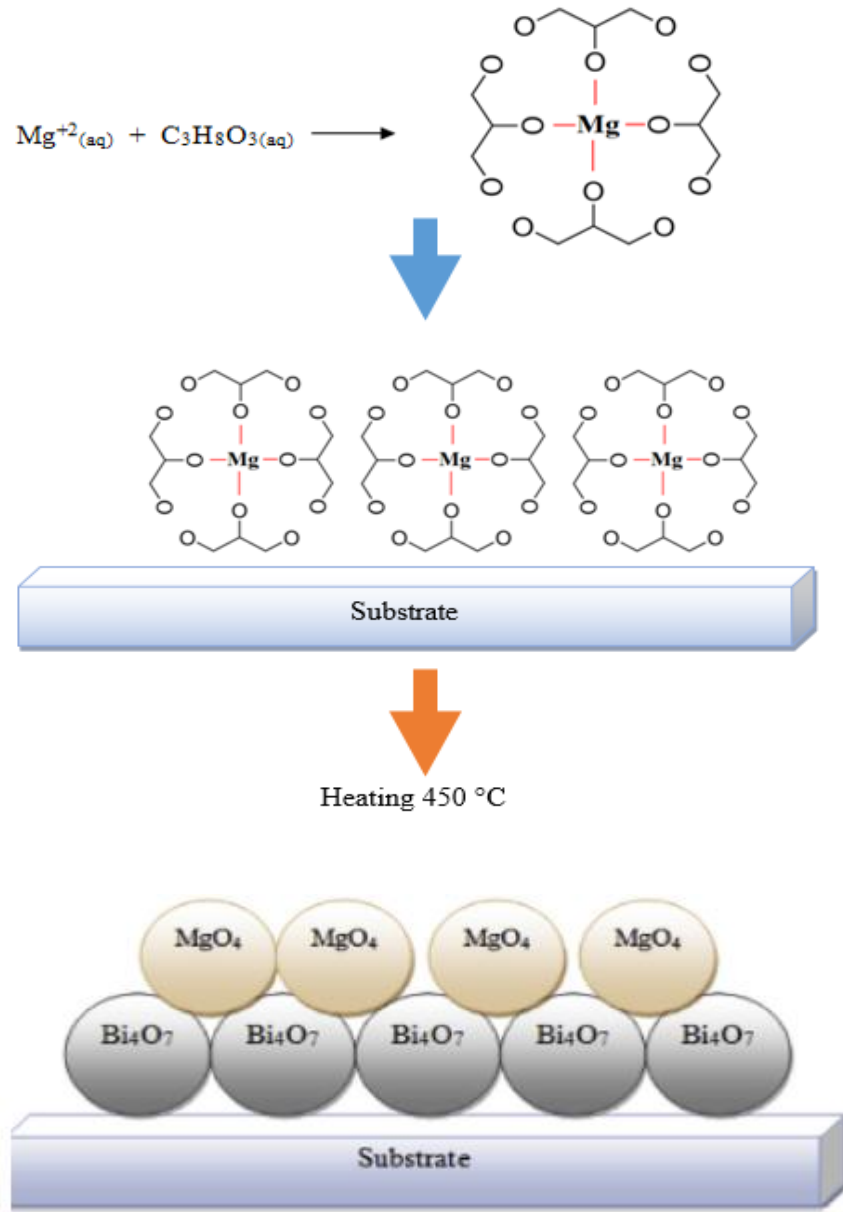
Sterilizasyon kuru hava kullanılarak ortamdaki mikroorganizmaların yok edilmesi işlemidir. En çok tercih edilen yöntem ise ısı ile yapılan yöntemdir. Bu yöntem ekonomik, hızlı bir yöntem olup sadece ısıya dayanıklı malzemeler için tercih edilebilir. Malzemeler fırın duvarına temas etmeden ve fırını çok fazla doldurmayacak şekilde yerleştirilmiştir ve taban malzemeler kuru ve nemsiz bir ortamda sterilize edilmiştir. Ayrıca hazırlanan çözeltileri kimyasal banyoda istediğimiz sıcaklıklarda bekletmek için Erciyes Üniversitesi' nde Elektromag M6040 P fırını kullanılmıştır ve Şekil 3.2'de gösterilmektedir.

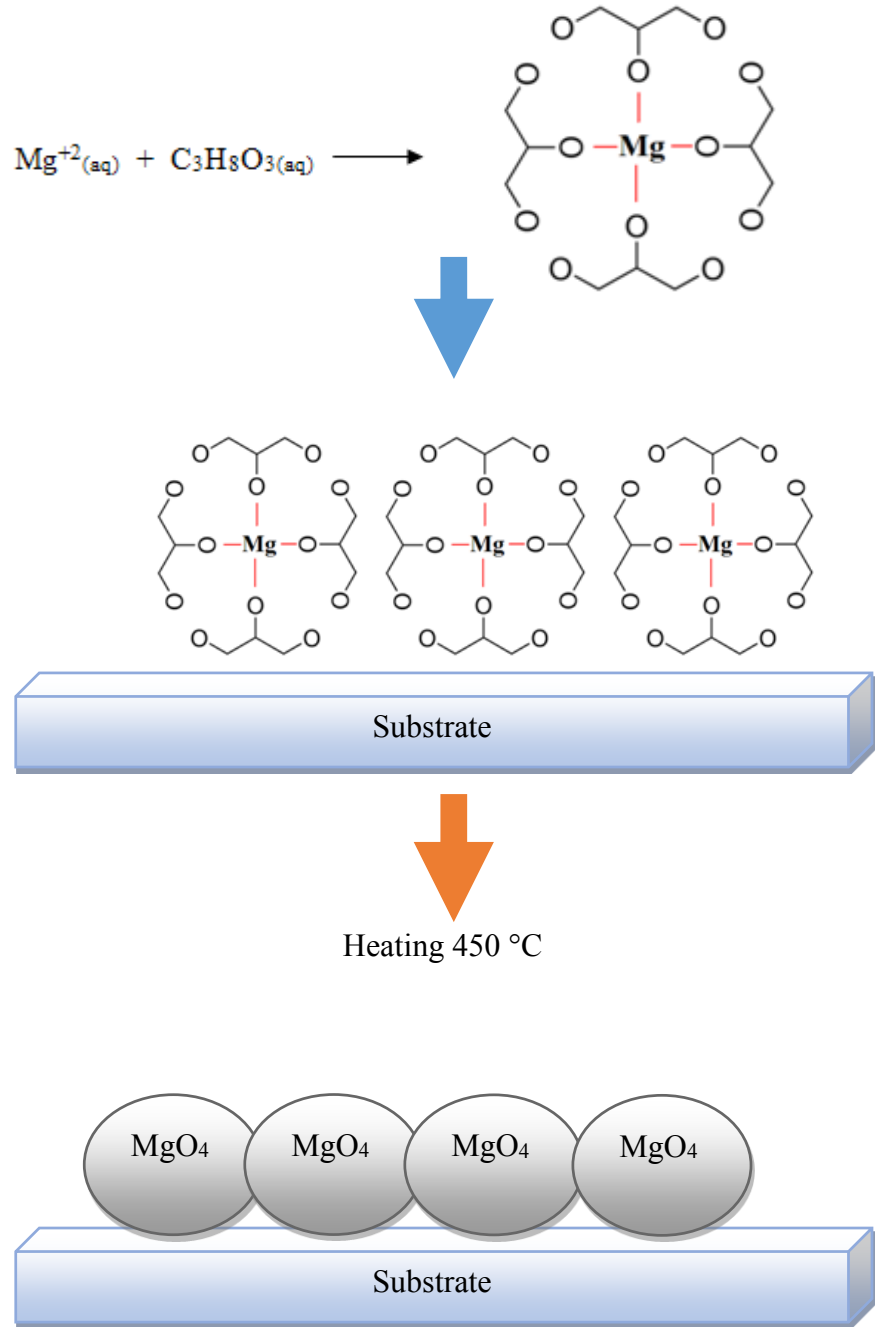


Şekil 3.2. Elektromag M6040 P fırını.

3.3. MgO İNCE FİMLERİN ÜRETİM PROSESLERİ

0,1 mol MgCl (Magnezyum Klorür) 100 ml saf su içerisinde çözüldükten sonra 5 ml konsantre gliserin içerisine eklenir. Önceden yıkanmış ve temizlenmiş cam substratlar 10 dakika banyonun içerisinde tutulur ve daha sonra substratlar banyodan çıkarılır ve 4 saat 300 °C, 350 °C, 400 °C, 450 °C tavllanır. Oda sıcaklığına soğumaya bırakılır ve MgO ince film sentezi tamamlanmış olur (Şekil 3.3)





Şekil 3.3. MgO ince film sentezi.

3.4. KARAKTERİZASYON METODLARI

3.4.1. Alan Etkili Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) ve EDX Analizi

Elektron mikroskobunda meydana gelen gelişimle birlikte yalnızca çözünürlük artışı değil aynı zamanda numune hakkında daha fazla bilgi elde edilebilmektedir. Alan

emiyon taramalı elektron mikroskopu (FESEM), yüksek enerjili bir elektron ışını ile numune üzerine tarama yaparak numune yüzeyini görüntüler. Elektronlar, yüzey topografyası, kompozisyon ve elektriksel iletkenlik gibi diğer özellikler hakkında bilgi içeren sinyaller üretmek için numunedeki mevcut atomlarla etkileşime girer. Elektron tabancasının işlevi, küçük bir bölgede büyük ve kararlı bir akım sağlamaktır. Bu işlemde termiyonik yayıcı ve alan yayıcı olmak üzere iki emiyon kaynağı sınıfı vardır. Verici tipi tarama elektron mikroskopu (SEM) ve alan emiyon tarama elektron mikroskopu (FESEM) arasındaki temel farktır.

Termiyonik yayıcılar, bir filamanı ısıtmak için elektrik akımı kullanır. Filamanlar için kullanılan en yaygın iki malzeme Tungsten (W) ve lantan heksaborid (LaB6)' dir. Isı, filamanın çalışma fonksiyonunun üstesinden gelmek için yeterli olduğunda, elektronlar malzemedan uzaklaşabilir. Termiyonik kaynaklar göreceli olarak düşük parlaklığa, katot malzemesinin buharlaşmasına ve çalışma sırasında termal yayılmaya sahiptir. Alan emiyonu, bu problemleri önleyen elektron üretmenin bir yoludur. Alan emiyon kaynağı (FES); soğuk katot alan yayıcı olarak da adlandırılır. Emiyon, filamanın büyük bir elektriksel potansiyel gradyanına yerleştirilmesiyle ulaşılır.

Katot ve anot arasındaki hızlanma voltajı genellikle 0,5 ila 30 kV arasında değişir ve cihaz mikroskop bölgesinde aşırı bir vakum ($\sim 10^{-6}$ Pa) gerektirir. FE kaynağı tarafından üretilen elektron ışını, bir termal elektron tabancası ile standart bir mikroskopta yaklaşık 1000 kat daha küçük olduğundan, görüntü kalitesi belirgin bir şekilde gelişir. EDX analizi sonucunda pikler halinde görüntüler meydana gelerek bu pikler numune yapısına ait elementleri yansıtmaktadır [81].

Şekil 3.4'de filmlerimizin analizinin yapıldığı Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü'nde bulunan CARL ZEISS ULTRA PLUS GEMINI FESEM cihazı görülmektedir. Cihaz ile, yüksek çözünürlükte iletken, yalıtkan ve yarı iletken malzemelerin iki boyutlu yüzey morfolojileri, yüksek kaliteli görüntüler için yalıtkan yüzeylerin altın, paladyum veya karbon ile kaplanarak incelenmesi, EDX dedektörü 33 ile kalitatif ve kantitatif kimyasal analizler, elementel haritasının çıkarılması, sıcak tabla (hot stage) ile 800 °C'ye kadar herhangi bir sıcaklıkta ve maksimum 30 dakika

bekletme süresinde ısıtılmış numunelerin yapısal ve kimyasal analizleri yapılabilmektedir.



Şekil 3.4. Carl Zeiss Ultra Plus Gemini FESEM.

3.4.2. X- Işını Kırınım Cihazı (XRD)

X-Işınları toz yöntemi, maddelerin yapısını araştırmak için kullanılan bir yöntemdir. Diğer kimyasal yöntemlere göre, bazı üstünlükleri vardır. Bunlardan en önemlisi bir cismi, kendisini oluşturan elementler cinsinden değil, örnek içinde gerçekte bulunduğu şekilde açıklamasıdır. Ayrıca daha çabuk olması, çok küçük bir örneğe ihtiyaç göstermesi ve örneğe zarar vermemesi gibi üstünlükleri vardır.

X-Işınları toz kırınım yönteminde, bilinmeyen toz deseninin analizinde ilk basamak gözlenen piklere karşı gelen kristal sistemini bulmaktır. İndisleme işleminde kırınım desenine ait düzlemler arası uzaklık (d), yansıma açısı (2θ) ve şiddet (I) bilgileri veri olarak kullanılır. X-Işınları toz kırınım yöntemi, süper iletkenler, seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, korozif maddeler, çelik, kaplama malzemeleri; maden analizleri, toprak analizleri, safsızlık dope edilmiş yarı iletkenler, böbrek ve mesane taşları, bazı boyar maddeler, pigmentler, çimentolar, doğal veya

yapay mineraller, herhangi bir malzemenin içerdği bileşik veya elementlerin tayini, inorganik polimerler, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin araştırılması, bazı kristali veya amorf kompleks bileşiklerin incelenmesi gibi pek çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir. Bu yöntem katı organik bileşiklerin, katı organik polimerlerin, plastiklerin, organik boyar maddelerin vb. analizlerinde de kullanılmaktadır [82].

Bu çalışmada cam substratlar üzerine üretilen MgO ince filmlerin ısıtılma (300 °C, 350 °C, 400 °C, 450 °C) bağlı olarak XRD desenleri Karabük Üniversitesi MARGEM Laboratuvarında bulunan Rigaku Ultima IV marka XRD cihazı ile $10^{\circ} < 2\theta < 90^{\circ}$ aralığında $3^{\circ}/dk$ hızında $0,03^{\circ}$ ile elde edilmiştir ve Şekil 3.5’de XRD cihazı gösterilmiştir.

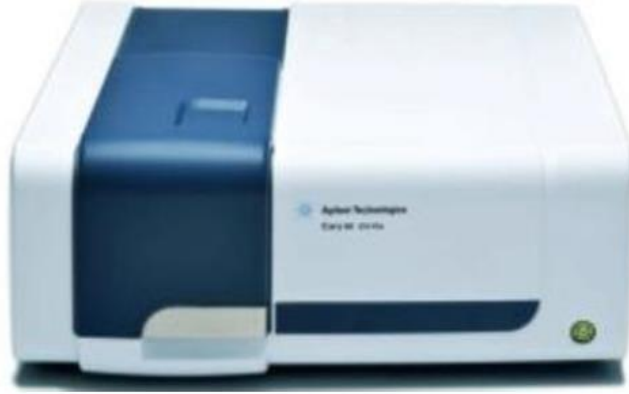


Şekil 3.5. Rigaku Ultima IV XRD cihazı

3.4.3. UV-Vis Spektrofotometre

Spektrofotometre kullanılarak optik absorpsiyon katsayısı ve enerji bandı boşlukları gibi optik özellikler belirlenir. Monokromatör, örnek ve referans parçası ve tespit sistemi ile ışık kaynağından oluşur. Numune üzerinden seçilen dalga boyundan bir ışık geçirilir. Monokromatör tarafından ışık dağılacak ve spektruma yayılacaktır. Daha sonra gereksinime bağlı belirlenmiş bir dalga boyu ışık demetini örnek ve referans

yoluyla yönlendiren dönen aynadan geçmektedir. İki ışın detektöre çarpar ve numune tarafından emilen veya iletilen ışığın miktarı ölçülür. Ölçülen optik iletim spektrofotometre ekranında görüntülenir. Analizler için kullanılan ve Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü' nde bulunan Agilent Cary 60 UV cihazı ile 190-1100 nm aralığında ölçülmüştür ve Şekil 3.6'da gösterilmiştir.



Şekil 3.6. UV-Vis Spektrofotometre.

3.4.4. Elektriksel Özellikler

MgO tavllanmış ince filmlerin akım-voltaj ölçümleri Keithley 2400 sourcemeter yardımı ile 0-3 V potansiyel aralığında ve oda sıcaklığında ölçülmüştür. Kullanılan platin probların yarı çapları 0,5 mm'dir. İlk önce gümüş pasta ile filmler üzerine kontaklar alınmıştır. Bu kontaklar birbirine paralel, filmlerle etkileşmezler ve aralarındaki uzaklık 0,5 mm'dir.. Böylece hem elektronlar hemde boşluklar elektrik alanla hareket ederek iletkenliğe katkı sağlarlar. Filmlerin öz direnci 3.1 denklemindeki formül ile film kalınlıklarına bağlı olarak belirlenmiştir. Burada V, I, w, sırası ile voltaj, akım ve film kalınlığını ifade etmektedir.

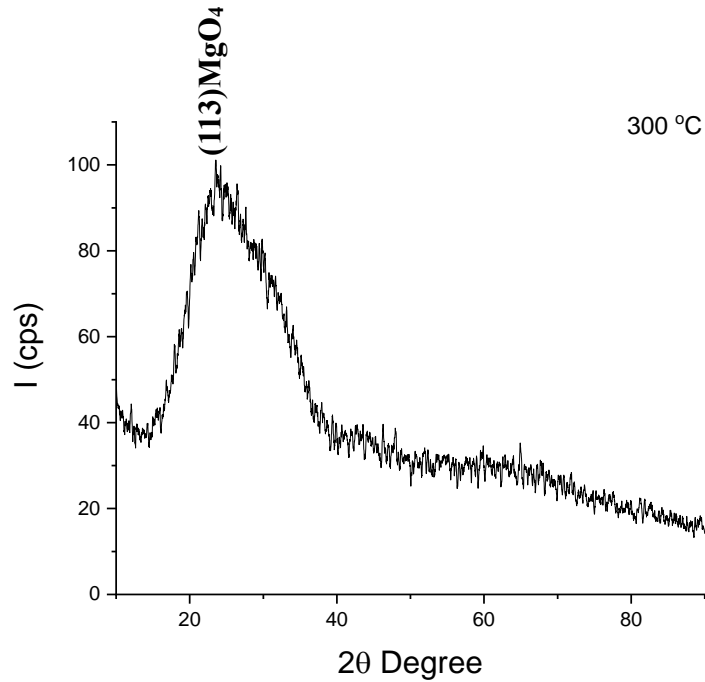
$$\rho = \frac{\pi w}{\ln 2} \left(\frac{V}{I} \right) \quad (3.1)$$

BÖLÜM 4

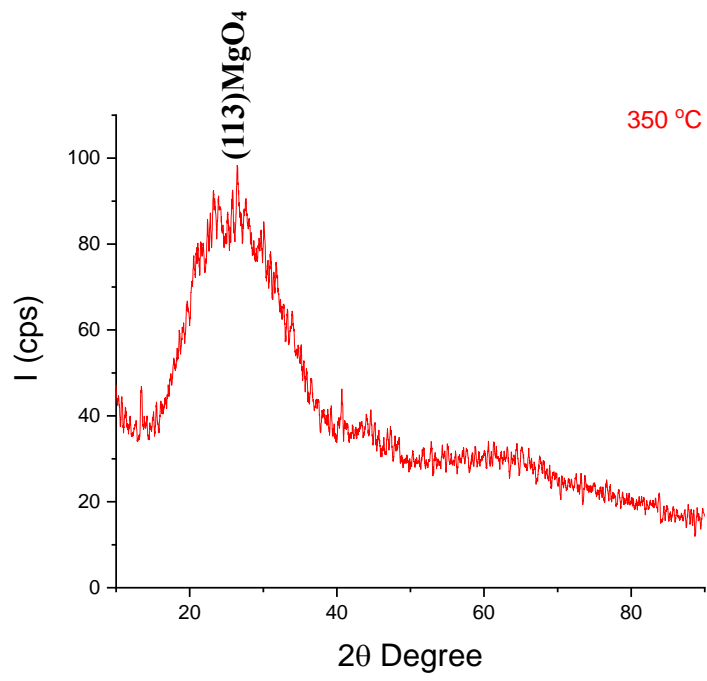
DENEYSEL SONUÇLAR

4.1. MgO İNCE FİMLERİN YAPISAL ÖZELLİKLERİ

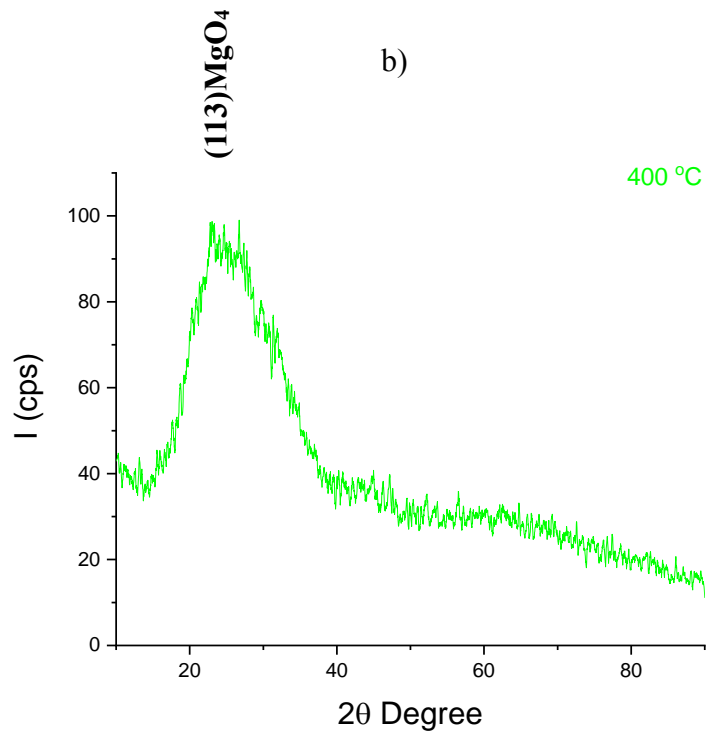
Cam substratlar üzerine üretilen MgO ince filmlerin 300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C'de tavllanmış XRD desenleri Şekil 4.1'de verilmiştir. Buna göre MgO ince filmlerin büyük bir kısmı amorf yapılı olmakla birlikte $2\theta=25,96^\circ$ 'de PDF Kart No: 00-027-0759'ya göre (113) Miller indisli MgO₄ kristalleri belirlenmiştir. Buna göre kristalin yapı parametreleri $a=b=11,44 \text{ \AA}$, $c=12,58 \text{ \AA}$ ve $d=36 \text{ \AA}$ olan trigonal yapıdır. Çok yüksek sıcaklıklarda termal kararsızlık göstererek rombohedral yapıya dönüşmektedir.



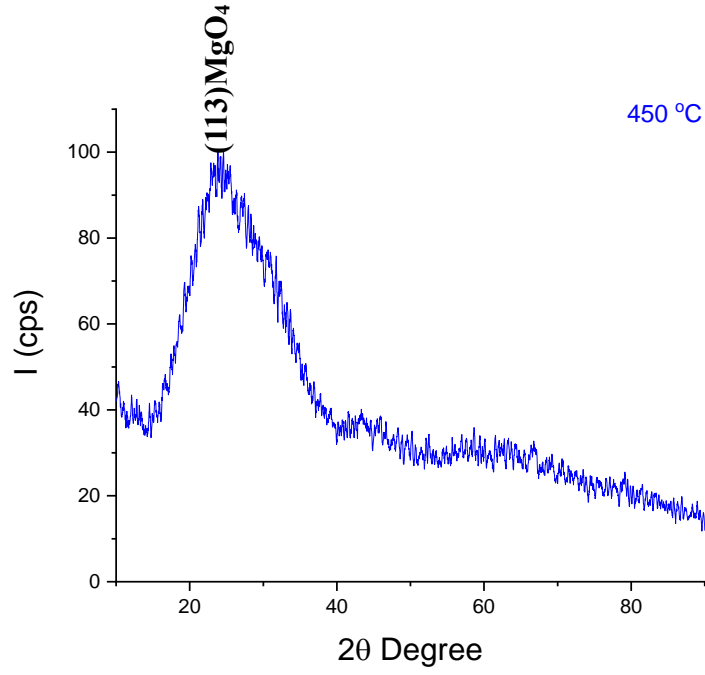
a)



b)



c)

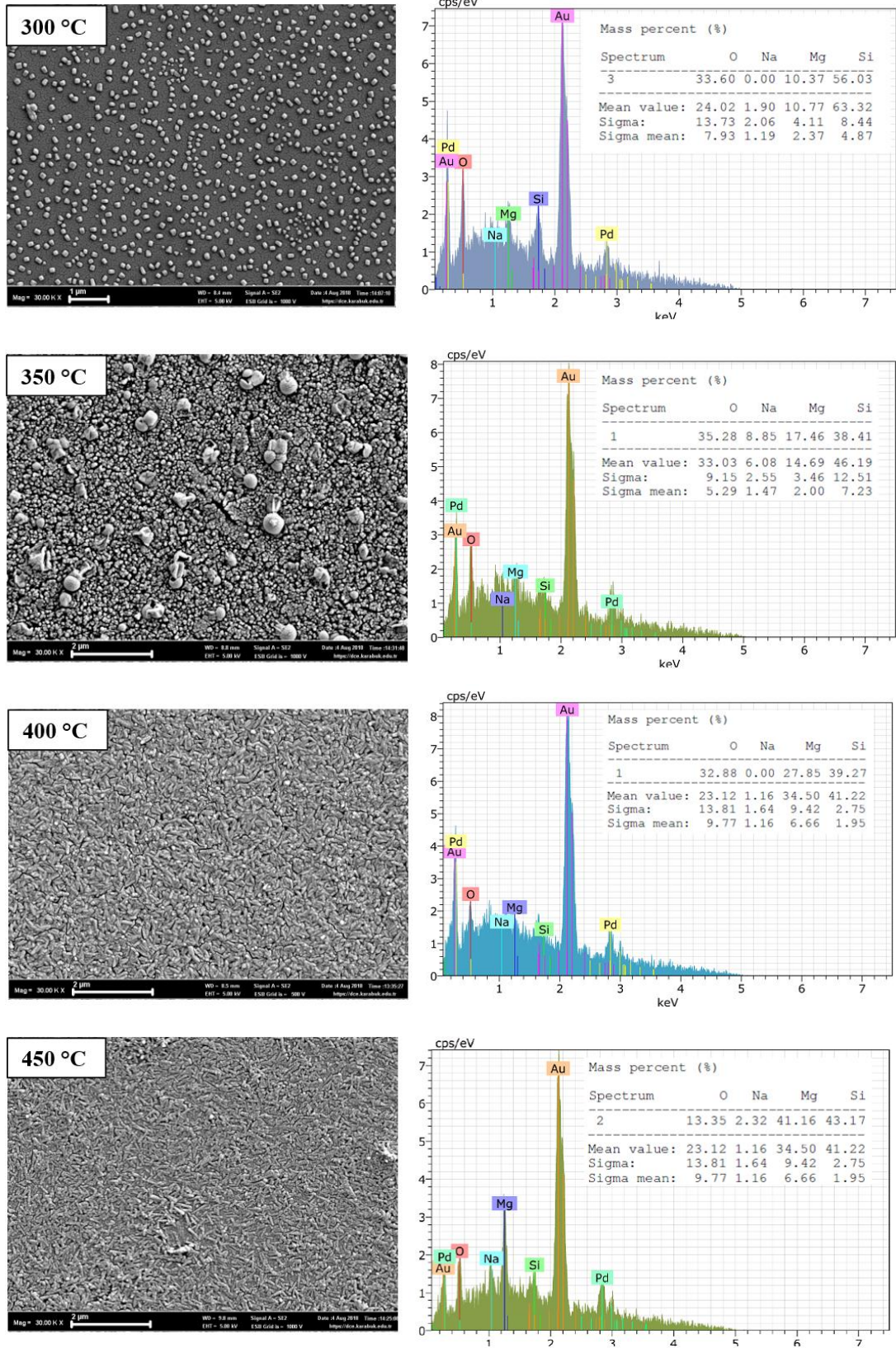


d)

Şekil 4.1. MgO ince filmlerin XRD desenleri a)300°C b)350°C c)400°C d)450°C.

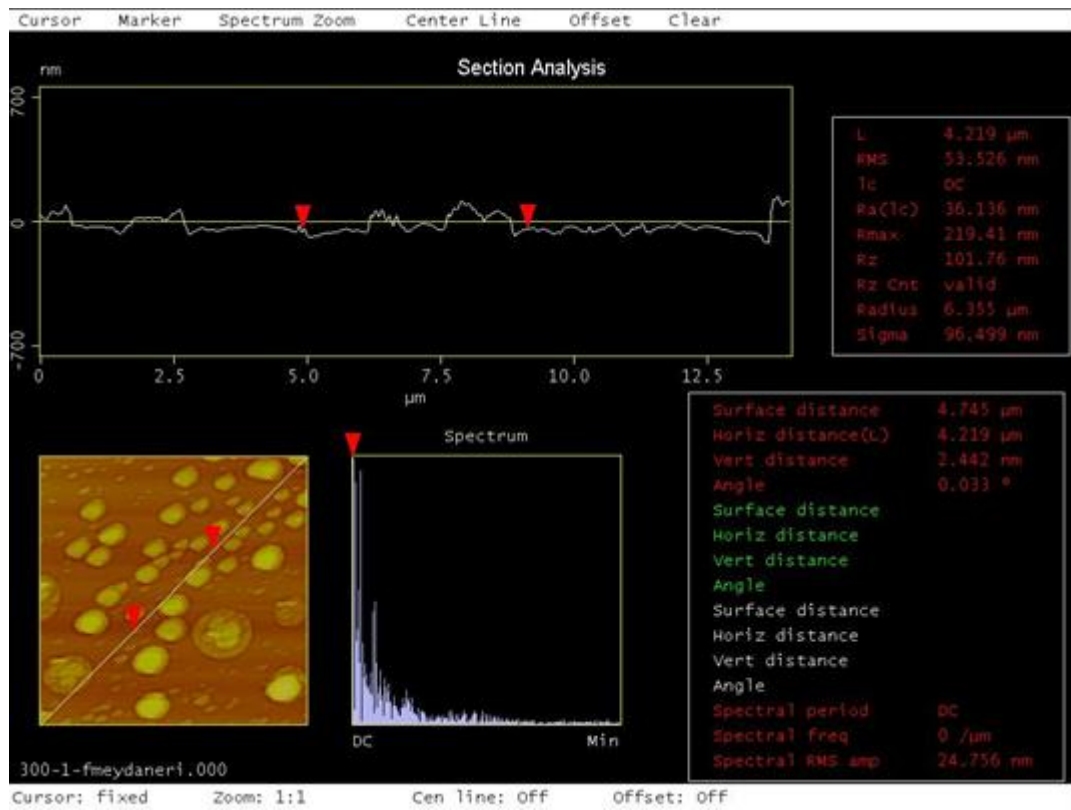
4.2. TAVLANMIŞ MgO İNCE FİMLERİN İKİ BOYUTLU (FESEM) VE ÜÇ BOYUTLU (AFM) YÜZEY MORFOLOJİLERİ VE BİLEŞİM (EDX) ANALİZLERİ

Tavlanmış MgO ince filmlerin 30.000x aynı büyütme faktörlü iki boyutlu yüzey morfolojilerine bakıldığında 300 °C’de küp şekeri görüntüsünde kristallenmeler görülmektedir. Ancak sıcaklığın 350 °C’ye artması ile kristallerin şekli küçük yuvarlak top şeklini alırken, bu topların kenarlarında da nanoçubuklar oluşmaya başlamıştır. Sıcaklığın 400 ve 450 °C’ye artması ile nanoçubuklar daha belirgin bir hal almıştır ve neredeyse bu iki numune oldukça homojen bir görüntüye sahiptir.

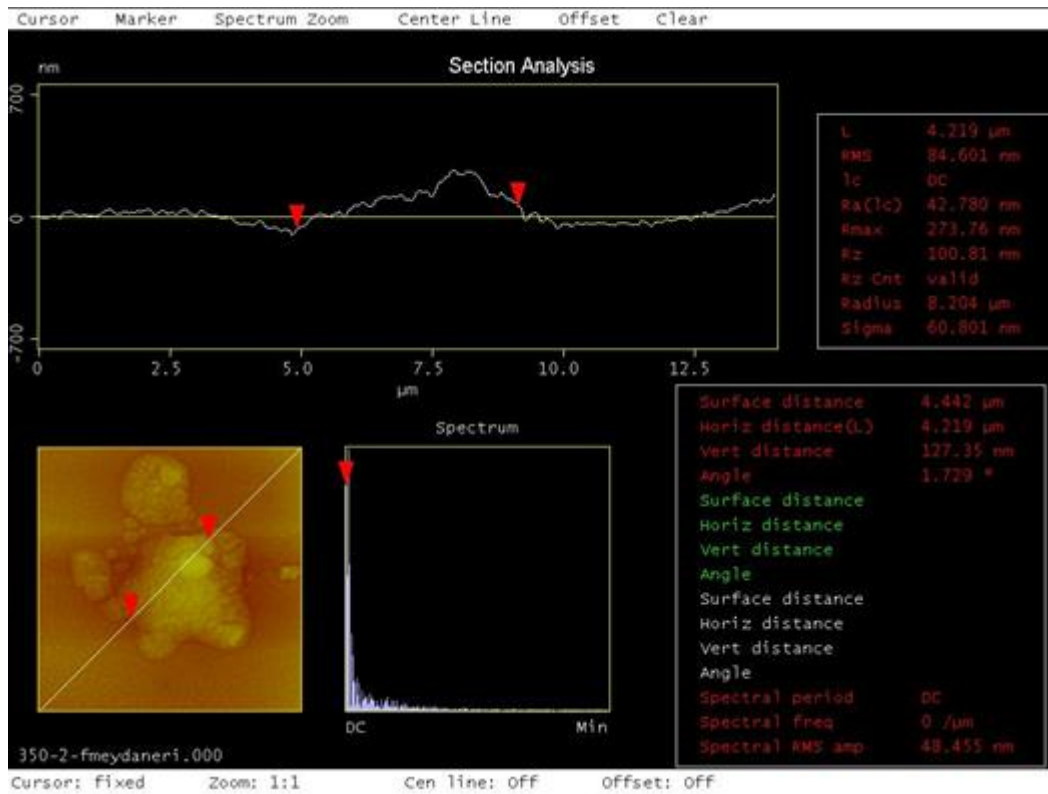


Şekil 4.2. MgO ince filmlerin İki Boyutlu FESEM görüntüleri ve EDX Analizleri.

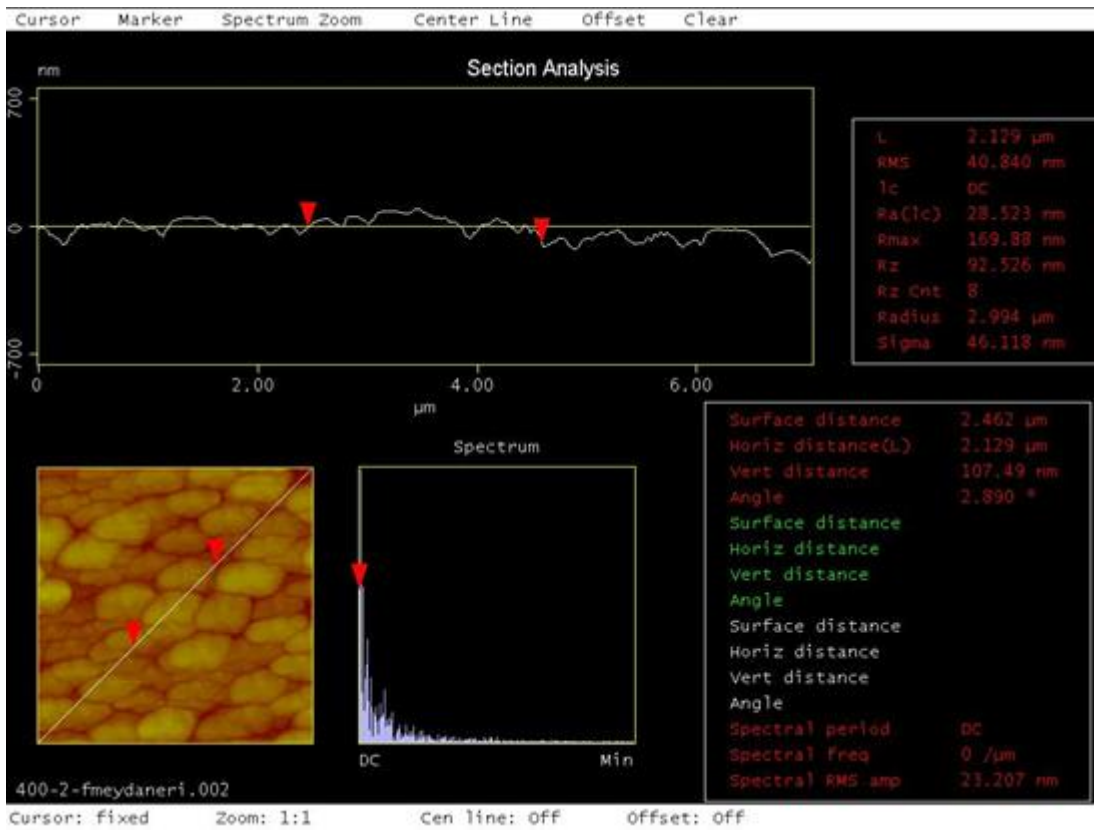
EDX analizlerine bakıldığında ise sıcaklığın artması ile Mg miktarı artarken, oksitlenmenin de arttığı görülmektedir. Sadece 450 °C’de tavlanan numunenin Mg miktarı artarken oksit miktarında düşme görülmektedir. Tavllanmış MgO ince filmlerin 5x5 µm’lik kesitinden üç büyütlü AFM görüntüleri, filmlerin kalınlıkları ve yüzey pürüzlülük değerleri ölçülmüştür. Şekil 4.3’de 300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C sıcaklıklarda MgO ince filmlerin kesit görüntüleri verilmiştir. Buna göre tavllanmış MgO ince filmlerin kalınlıkları 300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C sıcaklıklarda sırası ile 279, 146, 280, 279 nm olarak ölçülmüştür.



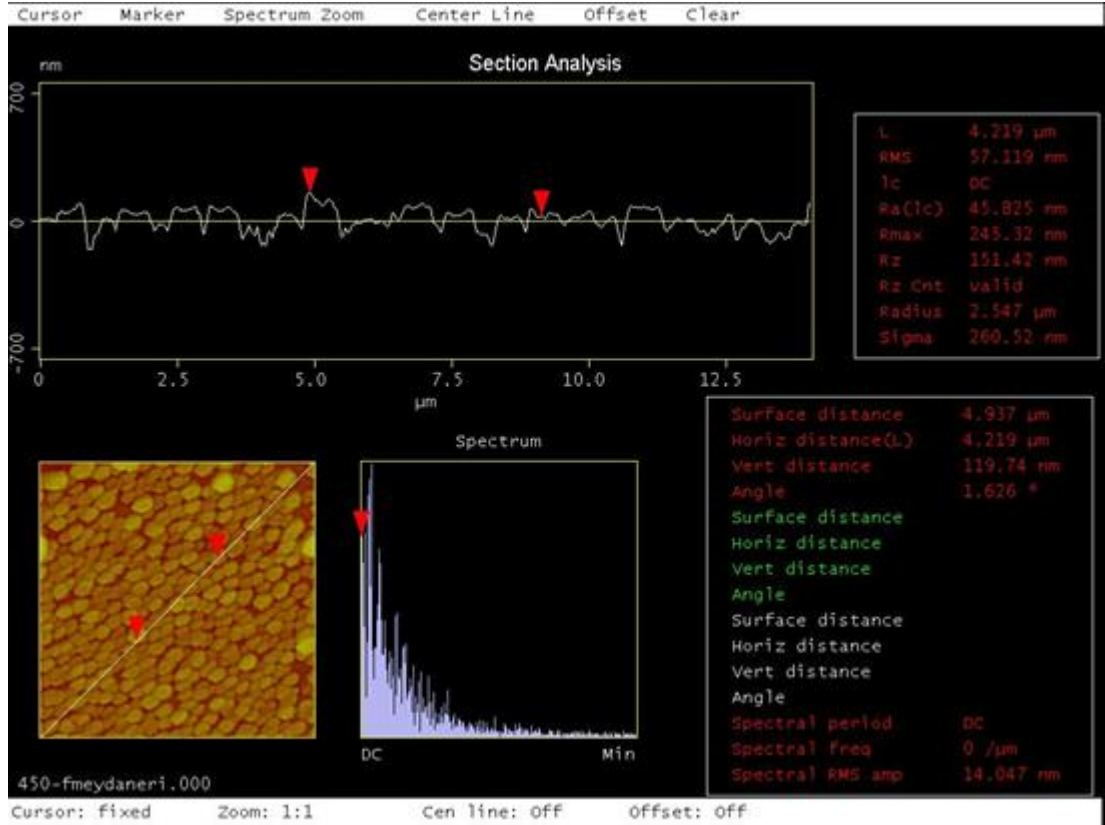
a) 300°C



b) 350°C



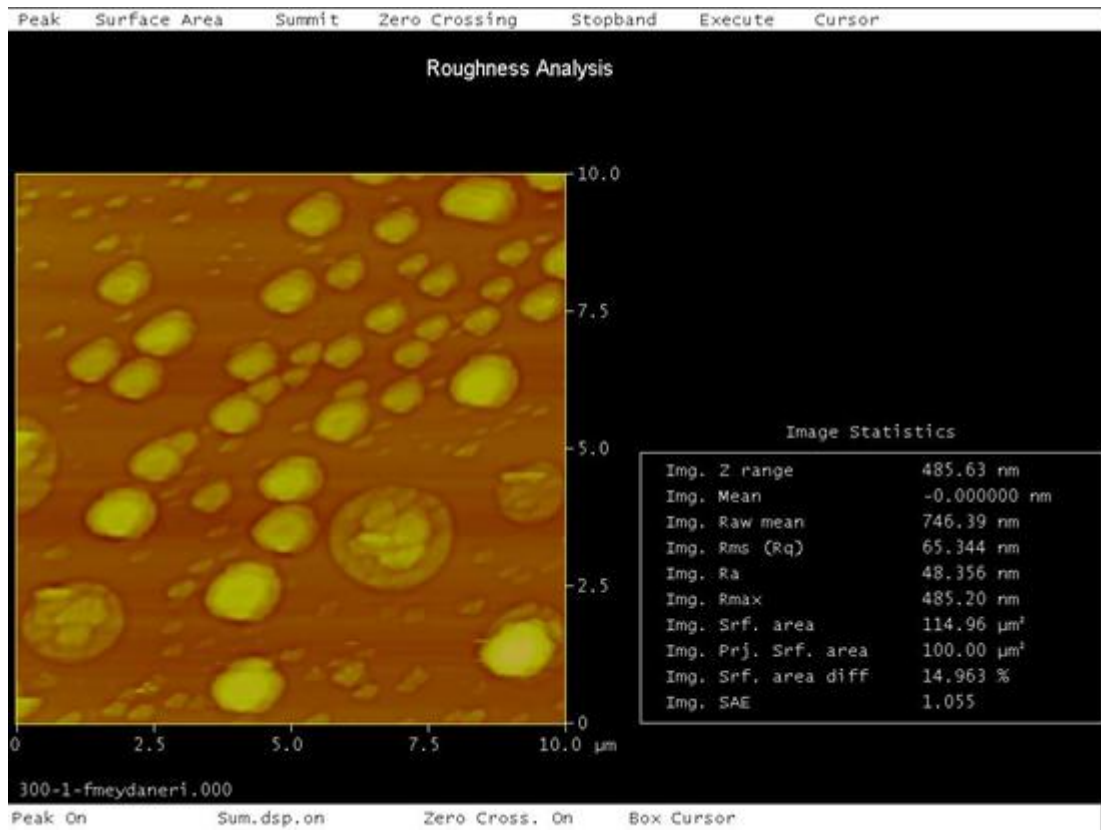
c) 400°C



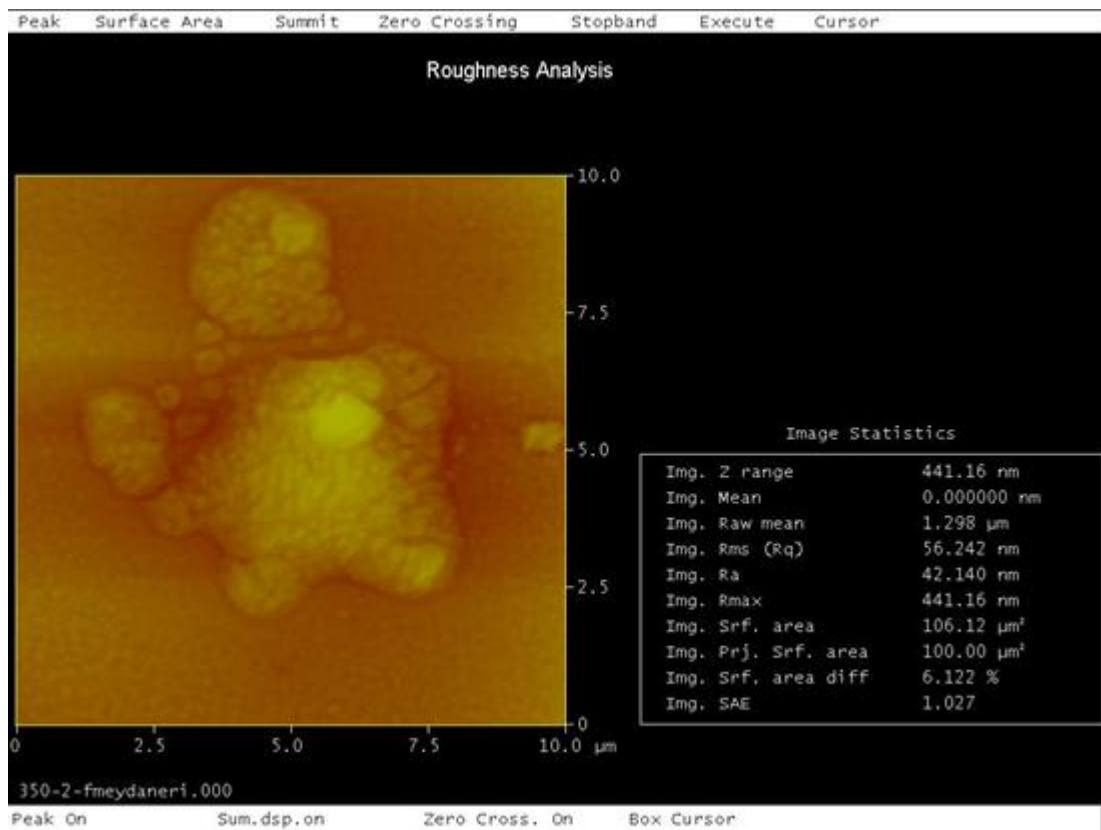
d) 450°C

Şekil 4.3. MgO ince filmlerin Üç Boyutlu AFM görüntüleri a)300°C b)350°C c)400°C d)450°C.

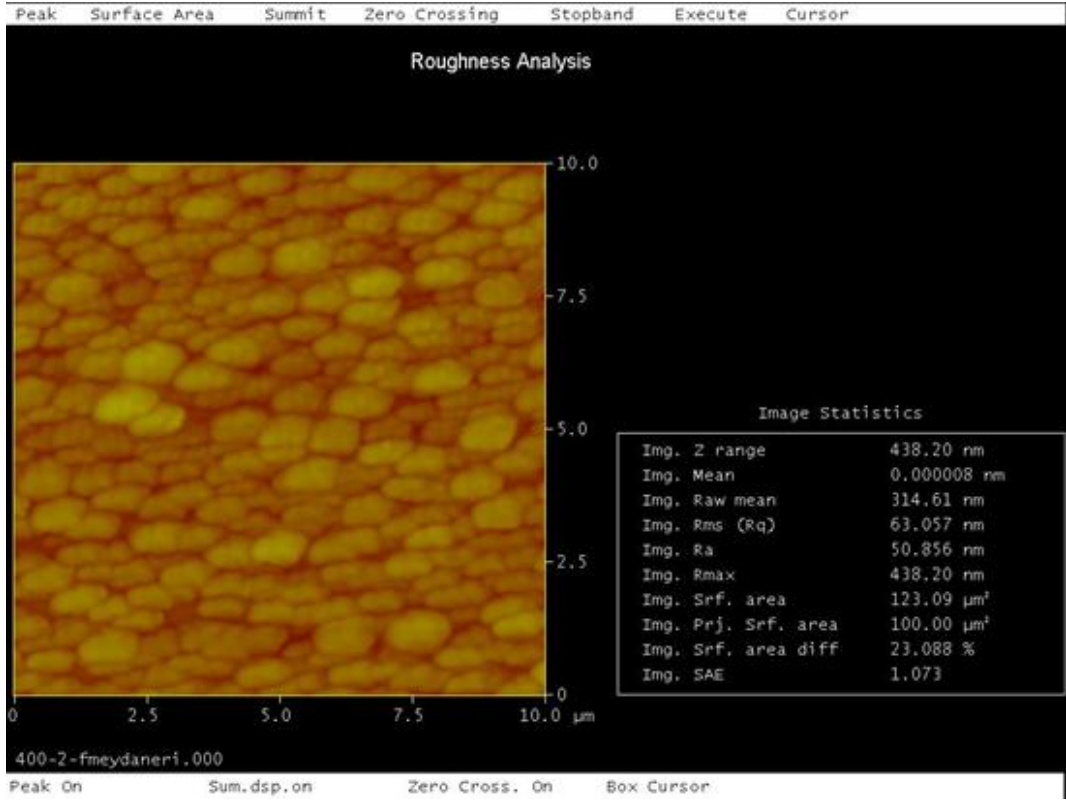
Yüzey pürüzlülük görüntüleri ise Şekil 4.4'de verilmiştir. Buna göre tavllanmış MgO ince filmlerin yüzey pürüzlülük değerleri 300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C sıcaklıklarda sırası ile 65,34 nm, 56,24 nm, 63,05 nm ve 53,77 nm olarak belirlenmiştir.



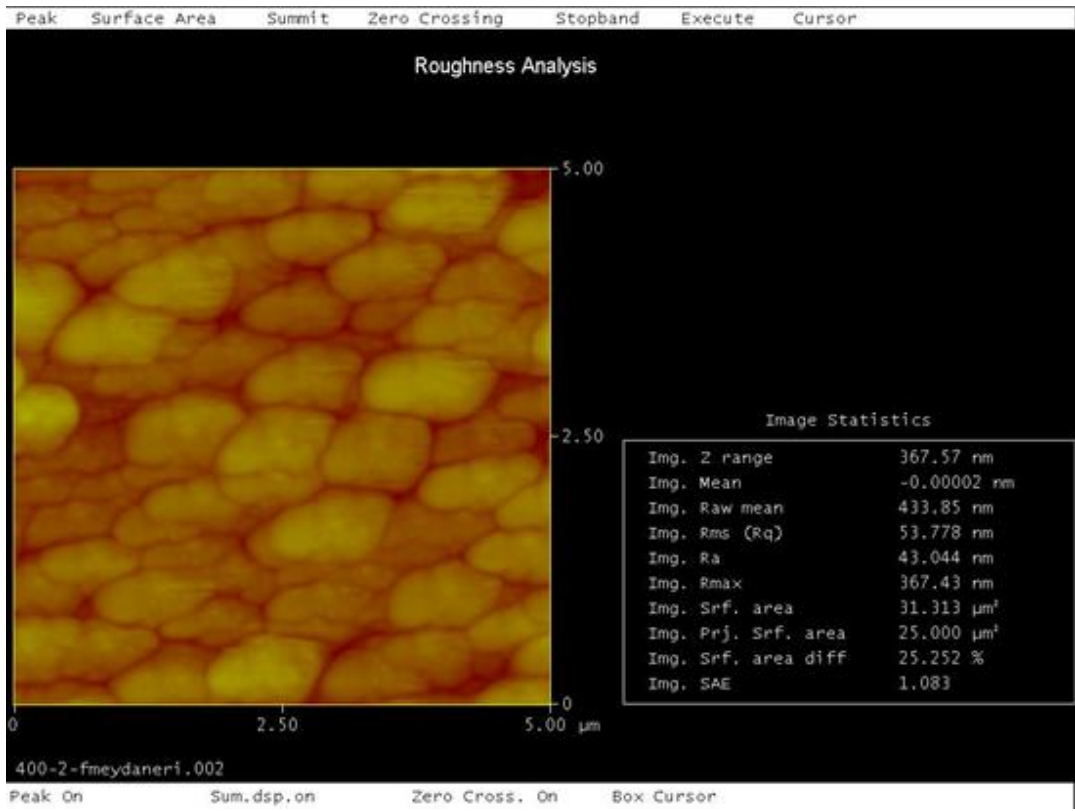
a) 300°C



b) 350°C



c)400°C



d)450°C

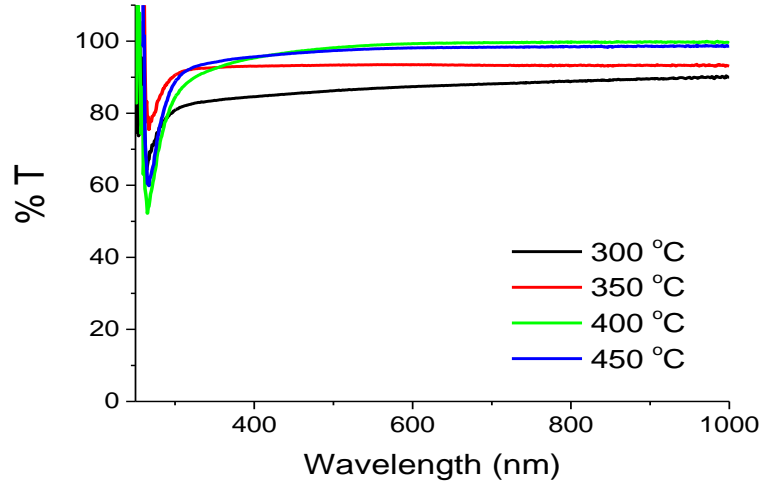
Şekil 4.4. MgO ince filmlerin YüzeY Pürüzlülük Görüntüleri a)300°C b)350°C c)400°C d)450°C.

4.3. MgO İNCE FİLMLEİN OPTİK ÖZELLİKLERİ

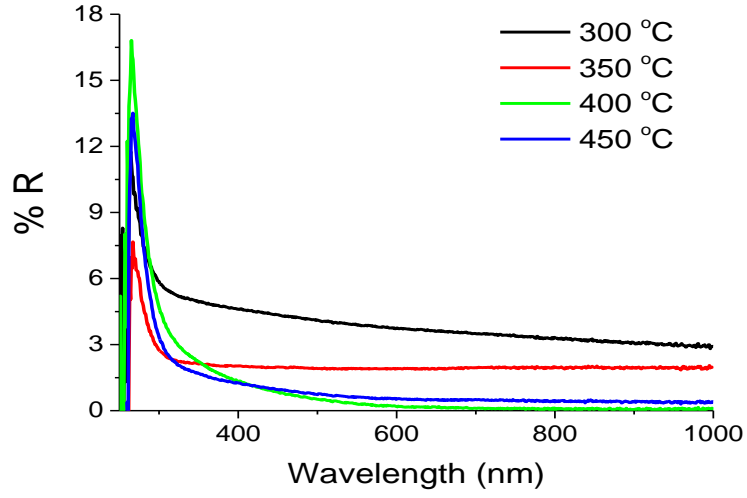
300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C’de ticari camlar üzerine üretilen MgO ince filmlerin geçirgenlikleri (T%) UV-spektrofotometre yardımı ile absorbans (A) ve yansımaya (R) değerlerinin Denklem 4.1’de kullanılması ile basit bir şekilde elde edilmiştir [83];

$$T = (1 - R)^2 e^{-A} \quad (4.1)$$

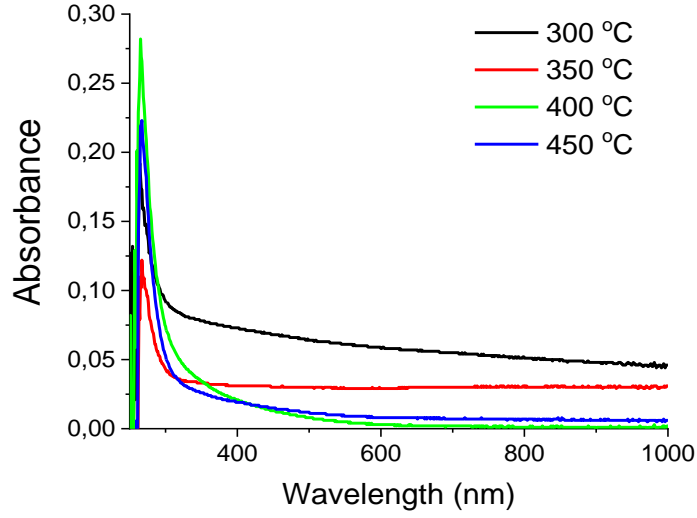
Geçirgenlik ve yansımaya ölçümlerinin tamamı oda sıcaklığında 300-1000 nm dalga boyu aralığında belirlenmiştir ve Şekil 4.5 ve 4.6 sırası ile %T ve %R değerlerinin dalga boyuna göre değişimini göstermektedir. Buna göre düşük dalga boylarında 310-330 nm aralığında bütün filmlerin geçirgenlikleri azalmaktadır ve yansımaya değerleri artmaktadır. Bu durum düşük dalga boylarında absorpsiyon köşelerinin oluşumuna işaret etmektedir. Filmlerin genel olarak yüksek geçirgenliğe sahip olmaları saydam malzeme üretildiğinin de bir göstergesidir. 300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C’de ticari camlar üzerine üretilen MgO ince filmlerine ait absorbans değerlerinin dalga boyuna göre değişim grafiği Şekil 4.7’de verilmiştir. Dalga boyunun 350 nm’ye artması ile bütün filmlerin geçirgenlik ve yansımaya değerleri yaklaşık sabit değerlerinde görünmektedir. 300°C-450 °C de 265 nm de bağ elektronlarının uyarılmasıyla elektronik geçişe tekabül eden absorpsiyon piki görülmüştür. Literatürde 260 nm civarlarında nano boyutta MgO ya ait absorpsiyon piki daha önce de Zwijnenburg ve arkadaşları tarafından verilmiştir. Bu dalga boyunda absorpsiyonun artması geçirgenliğin düşmesine neden olmuştur. Di elektrik sabitlerinin de yükselmesine neden olmuştur [84].



Şekil 4.5. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre %T değerlerinin değişim grafiği.



Şekil 4.6. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre %R değerlerinin değişim grafiği.



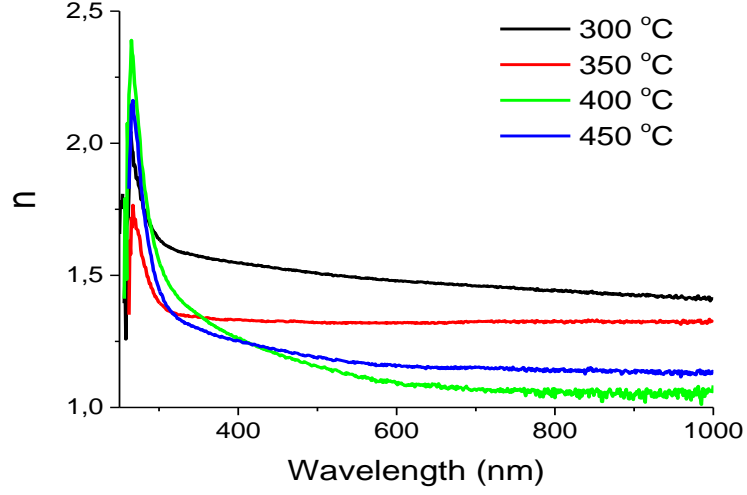
Şekil 4.7. Tavllanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre Absorbans değerlerinin değişim grafiği.

Foton enerjisine bağlı olan optik dispersiyon sabitler, bağlanma-elektron geçişinin baskın olduğu bant aralığındaki yapıyı tanımlar. Malzeme yapısındaki bölgesel alan ve iyonların elektronik kutupluluğu ile ilgili olan kırılma indisi (n) ve sönümleme katsayısı (k) film kalınlığından etkilenmektedir. Yansıma ve sönümleme katsayılarının Denklem 4.2’de kullanılması ile kırılma indisi, dalga boyu ve absorbans değerlerinin Denklem 4.3’de kullanılması ile de sönümleme katsayısı hesaplanmaktadır [85].

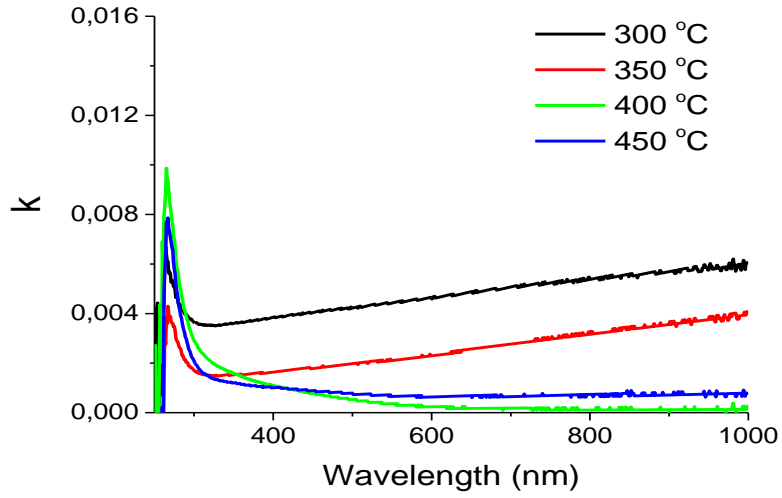
$$n = \frac{1+R}{1-R} + \sqrt{\frac{4R}{(1-R)^2} - k^2} \quad (4.2)$$

$$k = \frac{\alpha\lambda}{4\pi} \quad (4.3)$$

Farklı tavlama sıcaklıklarında üretilen MgO ince filmleri için kırılma indisi (n) ve sönümleme katsayısı (k)’nın dalga boyuna göre değişim eğrileri sırası ile Şekil 4.8 ve Şekil 4.9’da verilmiştir. Yine 265 nm de nano boyutta ki MgO’nun absorpsiyonu yüzünden bu dalga boyunda maksimum kırılma indisine erişilmiştir. Film kalınlıklarından dolayı da kırılma indisi değişmiştir. En düşük absorpsiyon 350 °C tavlama sıcaklığındaki filmde görüldüğü için kırılma indisi de diğer üretilen filmlere göre daha düşüktür.



Şekil 4.8. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre kırılma indisi (n) değerlerinin değişim grafiği.



Şekil 4.9. Tavlanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre sönümleme katsayısı (k) değerlerinin değişim grafiği.

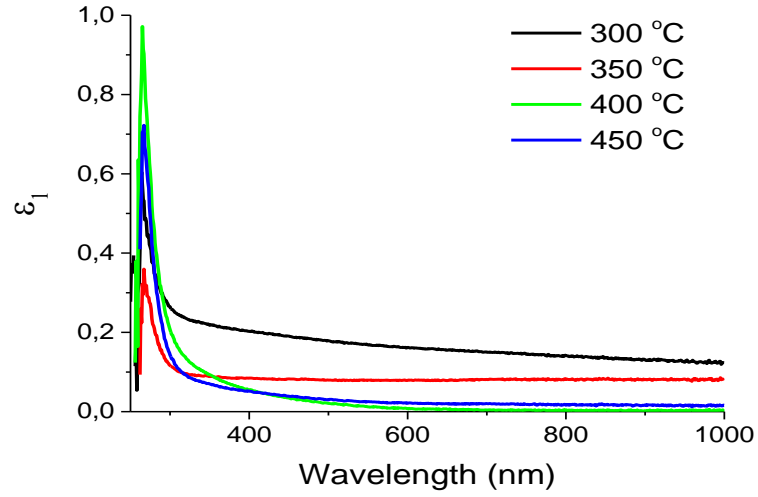
İnce filmlerin dielektrik sabitleri kırılma indisi (n) ve sönümleme katsayısı (k) ya bağlı olarak reel ve sanal kısımdan oluşmaktadır [85], ve Denklem 4.4 ile ifade edilmektedir.

$$\varepsilon = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2 \quad (4.4)$$

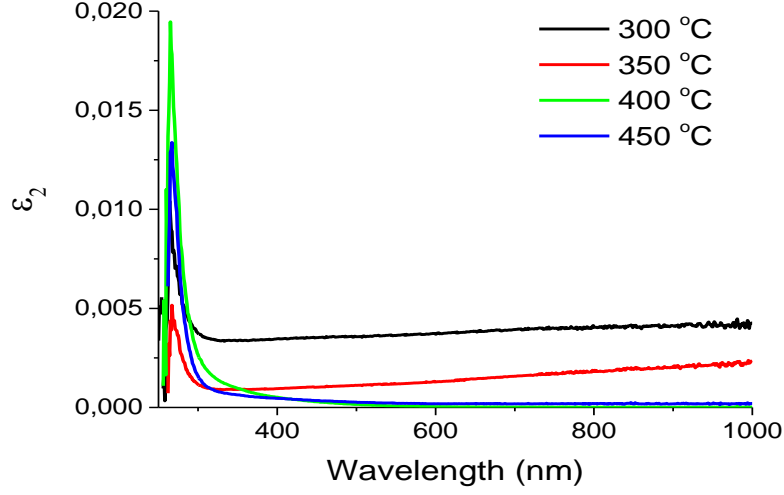
$$\varepsilon_1 = n^2 - k^2 \quad (4.5)$$

$$\varepsilon_2 = 2nk \quad (4.6)$$

Burada ε_1 ve ε_2 sırası ile reel ve sanal (imaginary) dielektrik sabitlerini göstermektedir ve tavllanmış MgO ince filmlerin reel ve sanal dielektrik sabitlerinin dalga boyuna göre değişimi sırası ile Şekil 4.10 ve 4.11’de gösterilmektedir. Düşük dalga boylarında bütün filmler için bir artış gözlenirken, dalga boyunun artması ile azalma dikkat çekmektedir. Dielektrik sabitinde de tıpkı kırılma indisinde olduğu gibi kristal yapı etkili olmuştur.



Şekil 4.10. Tavllanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre reel dielektrik sabitlerinin (ε_1) değişim grafiği.



Şekil 4.11. Tavllanmış MgO ince filmlerin dalga boyuna göre sanal dielektrik sabitlerinin (ϵ_2) değişim grafiği.

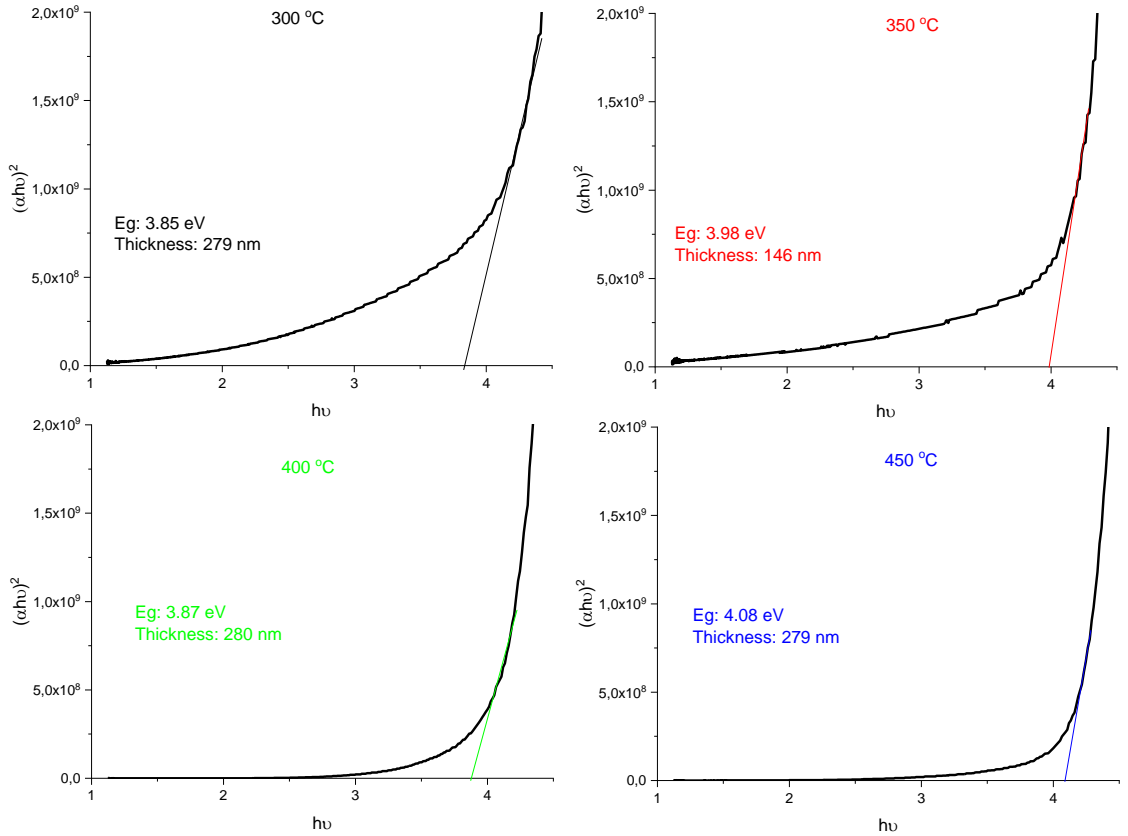
Özetle şunu söylemek gerekir ki, ince filmlerin üretim metodları, zamana bağlı depolama, film kalınlıkları, çözelti pH değişimi, tavlama prosesleri, kullanılan substrate çeşitleri vs. gibi değişkenler filmlerin optik özelliklerini oldukça etkimektedir.

Tavllanmış MgO ince filmleri için absorpsiyon katsayısından yararlanılarak, optik bant aralığı değeri hesaplanmıştır. Optik bant aralığı, valans bandının en tepe noktası ile iletim bandının en düşük değeri arasında kalan bölgedir. Absorpsiyon katsayısı α , ışığı absorbe etmeden önce malzemenin özel dalga boylu ışığı ne kadar içerisinde nüfuz ettiğinin bir ölçüsüdür. Absorpsiyon katsayısının bulunması ile optik bant aralığı veya yasak enerji bant aralığı değeri Denklem 4.7'den hesaplanır [86, 87].

$$(\alpha h\nu) = A(h\nu - E_g)^n \quad (4.7)$$

Burada α , absorpsiyon katsayısı, $h\nu$ foton enerjisidir, A numunenin absorbans değeri, n direkt ve indirekt geçişler için sırası ile $n=1/2$ ve 2 değerini alır [87]. Malzemenin bant yapısı kristallenmeye ve film kalınlığına bağlı olarak hem direkt hem de indirekt geçişler oluşturur. Ancak ilk önce direkt geçişler meydana gelir. Filmlerde direkt geçişler için $(\alpha h\nu)^2$ 'nin $(h\nu)$ 'ye göre değişim grafikleri Şekil 4.12'de verilmiştir.

Grafikten görüleceği üzere keskin çizgilerin $\alpha = 0$ 'da enerji eksenini kestiği nokta yasak enerji bant aralığını verir. Buna göre 300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C'de ticari camlar üzerine üretilen tavlanmış MgO ince filmleri için E_g değerleri sırasıyla $E_g = 3,85; 3,98; 3,87; 4,08$ eV olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.12. Tavlanmış MgO ince filmlerin E_{gap} değerlerinin foton enerjisine göre değişim grafiği.

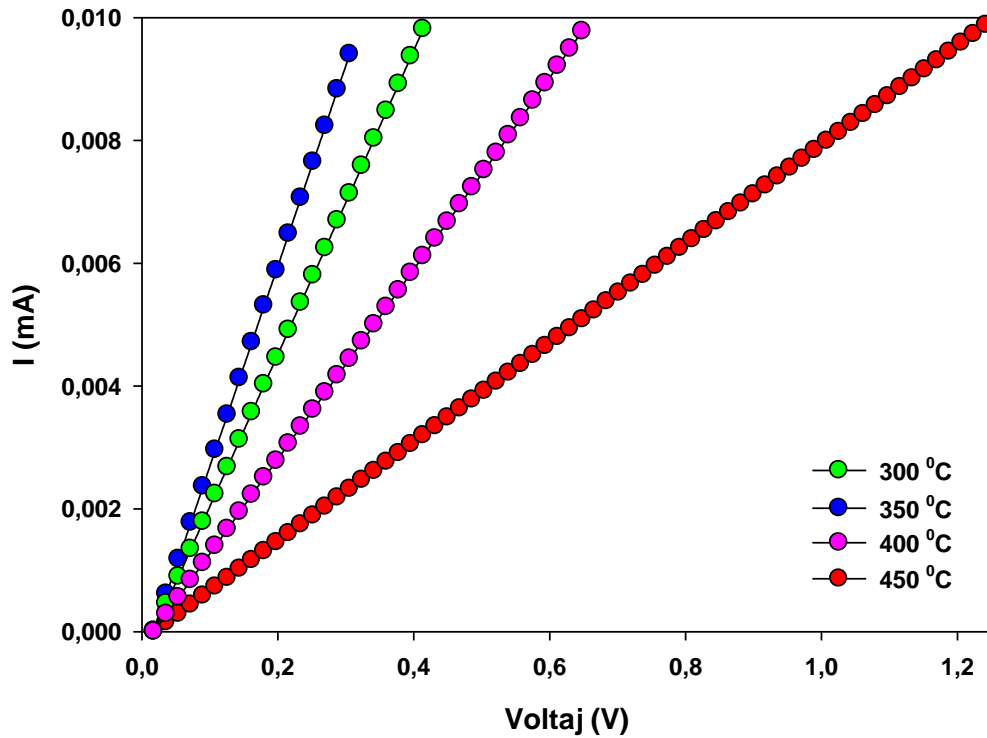
4.4. MgO İNCE FİMLERİN ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİ

300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C'de ticari camlar üzerine üretilen tavlanmış MgO ince filmlerin akım-voltaj (I-V) ölçümleri oda sıcaklığında four-point probe metodu ile ölçülmüştür. Ölçümlerde Keithley 2400 Source Meter yardımı ile 0-1,25 Volt aralığında potansiyel fark uygulanmış, akım ise Keithley 2100/220 multimetre yardımı

ile ölçülmüştür. Kullanılan probelerin yarı çapları 0,5 mm'dir. İlk önce numune üzerinde aralarında 1 mm paralel olacak şekilde gümüş pasta yardımı ile kontaklar alınmış ve kurumaya bırakılmıştır. Her bir numune için ölçümler 2 kez tekrarlanmıştır. Bu filmlere ait elektriksel özdirenç değerleri Denklem 4.8 yardımı ile elde edilmiştir.

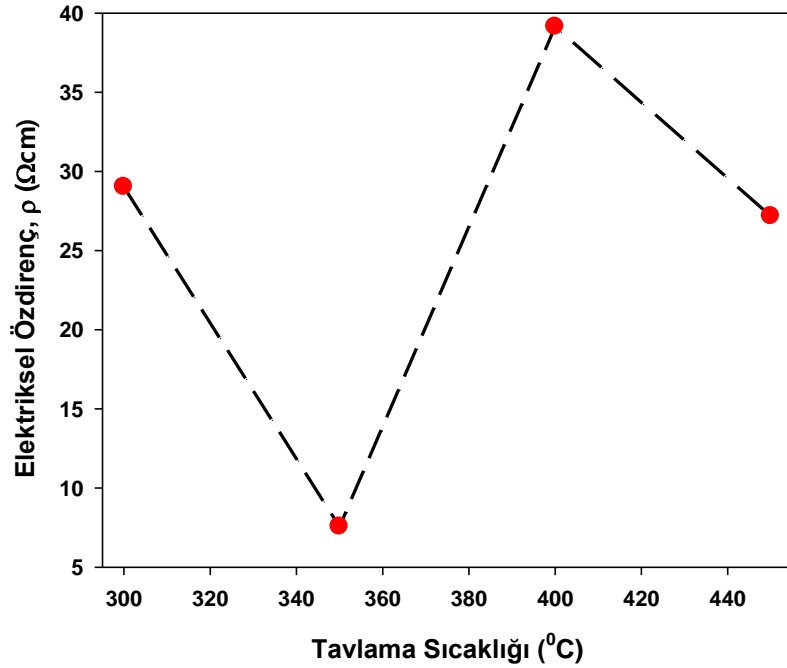
$$\rho = \frac{\pi w}{\ln 2} \left(\frac{V}{I} \right) \quad (4.8)$$

Burada w film kalınlığı, V potansiyel fark ve I akım değerlerini ifade etmektedir. Her bir filme ait kalınlık değerleri AFM ile elde edilmiştir. 300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C'de ticari camlar üzerine üretilen tavlanmış MgO ince filmlerin akım-voltaj (I-V) grafiği Şekil 4.13'de verilmiştir.



Şekil 4.13. Farklı sıcaklık değerlerinde tavlanmış MgO ince filmlerin I-V grafiği.

Bu filmlerin elektriksel özdirençleri I-V grafiğinden yararlanarak bilgisayar ortamında hesaplanmıştır ve elektriksel özdirenç değerlerinin tavlama sıcaklığına göre değişim grafiği Şekil 4.14'de verilmiştir. 300 °C, 350 °C, 400 °C ve 450 °C'de ticari camlar üzerine üretilen tavllanmış MgO ince filmlerin elektriksel özdirenç değerleri sırası ile 29,02 Ωcm, 7,56 Ωcm, 39,14 Ωcm ve 27,17 Ωcm (± 1 Ω.cm) olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.14. MgO ince filmlerin elektriksel özdirençlerinin tavlama sıcaklıklarına göre değişim grafikleri.

İnce filmlerin elektronik geçiş özellikleri tane şekli, tane boyutu, Kristal kusurları, film kalınlıkları, pH üretim değerleri gibi birçok parametreye bağlıdır [88]. Literatürde, Punitha ve arkadaşları [88] 0,27 μm ve 0,32 μm kalınlıklara sahip MgO ince filmlerini 400 °C'de 4 ve 5 saat tavladıktan sonra elektriksel özdirençlerini 17 Ωcm ve 20 Ωcm olarak bulmuşlardır. Bu çalışmada elde edilen elektriksel özdirençlerin değerleri de literatürden biraz yüksek olmakla birlikte oldukça uyumludur. Sadece 350 °C'de tavllanmış numunenin film kalınlığı diğer tavllanmış MgO filmlerin kalınlıklarından oldukça düşük olduğu için özdirenç değeri de düşük çıkmıştır [89].

BÖLÜM 5

SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışma, cam substrat üzerinde CBD yöntemi ile üretilen MgO ince filmlerin yapısal özelliklerini, optik ve elektriksel özelliklerini ortaya koymak açısından oldukça önemlidir. Bu çalışma sonucunda;

1. Üretilen MgO ince filmlerin bütün tavlama sıcaklıkları için XRD desenlerinden büyük kısmının amorf yapıya sahip olduğu görülmektedir. Ancak kısmen de MgO₄ şeklinde kristallenme görülmektedir.
2. Aynı büyütme faktörlü FESEM görüntüleri incelendiğinde sıcaklığın artması ile kristallenmenin daha çok nanoçubuk şeklinde olduğu görülmektedir.
3. Yüzey morfolojisi açısından AFM sonucu elde edilen yüzey pürüzlülük oranlarının yaklaşık birbirlerine yakın iken, 450 °C'deki tavlama sıcaklığında yüzey pürüzlülüğünün ciddi bir şekilde düştüğü görülmektedir.
4. Film kalınlıkları ile elektriksel özdirençleri lineer olarak değişmektedir.
5. Bu çalışmada kullanılan metot (CBD) ve tavlanan ince filmlerin uygulanması/araştırılması konusunda yeterli sayıda çalışma bulunmamasından dolayı bu çalışmanın önemi ve değeri ortaya konulmuştur.

Bu çalışma, kimyasal banyo depolama metodu ile üretilen MgO ince filmlerin tavlama sonucunda yüzey morfolojisinin homojene yaklaştığı görülmektedir. Bu nedenle bu çalışma, gaz sensörleri ve optoelektronik uygulamalar üzerinde yüksek verimli performansların geliştirilmesi için diğer alkali metallere genişletilebilir. Bunun yanı sıra, farklı saydam taban malzemeler üzerine üretilerek absorban ölçümleri yapılarak optik alanda nerede kullanılabileceği hakkında araştırmalar yapılabilir. Ayrıca farklı metotlar ile sentezlenerek üretim metotları arasında kıyaslamalar yapılabilir.

KAYNAKLAR

1. UZAR, U., “Is Income Inequality a Driver for Renewable Energy Consumption?”, *Journal of Cleaner Production*, (2020).
2. LENG, X. et al., “Recent advances in pseudocapacitor electrode materials: Transition metal oxides and nitrides”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 28 (10): 1980-2001 (2018).
3. Moshfegh, A., Z., “Physics and Technology of Thin Films”, (2003).
4. Liu, W., HongWang, H. “Flexible oxide epitaxial thin films for wearable electronics: Fabrication, physical properties, and applications”, *Journal of Materiomics*, (2019) .
5. Zhang, Y., Mei, H. “Metal oxide modified $(\text{NH}_4)(\text{Ni},\text{Co})\text{PO}_4 \cdot 0.67\text{H}_2\text{O}$ composite as high-performance electrode materials for supercapacitors”, *Inorganic Chemistry Communications*, 112 (2020).
6. HBabu, M., JPodder,B., “p to n-type transition with wide blue shift optical band gap of spray synthesized Cd doped CuO thin films for optoelectronic device applications”, *Surfaces and interfaces*, (2020).
7. Dontsova, T., A., Nahirniak, S., V., Astrelin, I., M., “Metaloxide Nanomaterials and Nanocomposites of Ecological Purpose”, (2019).
8. Liu, R., Chi, L., Wang, X., Sui, Y., Wang, Y., Arandiyan, H., “Review of metal (hydr)oxide and other adsorptive materials for phosphate removal from water”, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6 (4): 5269-5286(2018).
9. Dyachenko, A., V., Opanasuyk, A., S., Kurbatov, D., I., “Structural Properties of Magnesium Oxide Thin Films Deposited by Spray Pyrolysis Technique”, *Proceedings of the international conference nanomaterials: applications and properties*, 3 (1) (2014).
10. Dyachenko, A., V., Opanasuyk, A., S., Kurbatov, D., I., “Structural Properties of Magnesium Oxide Thin Films Deposited by Spray Pyrolysis Technique”, *Proceedings of the international conference nanomaterials: applications and properties*, 3 (1) (2014).

11. Bazhan, Z., Ghodsi, F., E., Mazloom, J., “Effect Of Stabilizer On Optical And Structural Properties Of Mgo Thin Films Prepared By Sol–Gel Method”, *Indian Academy Of Sciences* , 36 (5): 899–905(2013).
12. Mousa, A., O., Nema, N., A., Trier, S., H., “Study of structural and optical properties for MgO films prepared by using chemicalspray pyrolysis technique”, *Materials Science MSAIJ An Indian Journal*, 14(11): 426-434(2016).
13. Zhang, C., Huang, J., Yang, C., and Ding, G., “Textured BST Thin Film on Silicon Substrate: Preparation and Its Applications for High Frequency Tunable Devices”.
14. Nisatharaju, S., Ayyapa, r., and Balamurugan, D., “Structural, Morphological and Optical Characterization of Spray Deposited MgO Thin Film”, *Asian Journal of Applied Sciences*, 7 (8): 780-785 (2014).
15. Jiang, G., Liu, A., Liu, G., Zhu, C., Meng, Y., Shin, B., Fortunato, E., Martins, R., and Shan, F., “Solution-processed high-k magnesium oxide dielectrics for low-voltage oxide thin-film transistors”, *Applied Physics Letters*, 109 (2016).
16. Balta, A., K., Güldalı, Ö., E., Eker, N., Okur, İ. “MgO and ZnO Composite Thin Films Using the Spin Coating Method on Microscope Glasses”, *Materials Sciences and Applications*, 06(01):40-47 (2015).
17. Diachenko, O., V., Opanasuyka, A., S., Kurbatova, D., I., Opanasuyka, N., M., Kononova, O., K., Namb, D., and Cheongb, H., “Surface Morphology, Structural and Optical Properties of MgO Films Obtained by Spray Pyrolysis Technique”, *Acta Physica Polonica A*, 130 (2016).
18. Andre, L., Abanades, S., “Investigation of metal oxides, mixed oxides, perovskites and alkaline earth carbonates/hydroxides as suitable candidate materials for high-temperature thermochemical energy storage using reversible solid-gas reactions”, *Materialstoday Energy*, 10 48-61 (2018).
19. Jilani, A., Shaaban, M., and Hammad, A., H., “Advance Deposition Techniques for Thin Film and Coating”, 137-146 (2017).
20. Spirk S., Nypelo T., Kontturi E., “Editorial: Biopolymer Thin Films and Coatings”, *Frontiers in Chemistry*, 7:736 (2019).
21. Freund, L., B., Suresh, S., “Thin Film Materials Stress, Defect Formation and Surface Evolution”, *Division of Engineering Brown University, Department of Materials Science and Engineering Massachusetts Institute of Technology*, 6.

22. Seshan, K., “Handbook Of Thin-Film Deposition Processes And Techniques Principles, Methods, Equipment and Applications”, *Intel Corporation Santa Clara, California*, (2002).
23. Stewart, J., A., Spearo, D., E., “Phase-field simulations of microstructure evolution during physical vapor deposition of single-phase thin films”, *Computational Materials Science*, 131 170-177 (2017).
24. Jilani, A. et al., “Advance Deposition Techniques for Thin Film and Coating”, 137-146 (2017).
25. Baptista, A., Silva, F., Porteiro, J., Míguez, J., Pinto, G., “Sputtering Physical Vapour Deposition (PVD) Coatings: A Critical Review on Process Improvement and Market Trend Demands”, *Coatings*, 8 402 (2018).
26. Navinsek, B., P., Panjan, P., Milosev, I., “PVD coatings as an environmentally clean alternative to electroplating and electroless processes”, *Surface and Coating Technology*, 476-487 (1999).
27. Ewald, A., Glückermann, S., K., Gbureck, U., “Antimicrobial titanium/silver PVD coatings on titanium”, *Biomed Central*, (2006).
28. Mattox, D., T., “Physical vapor deposition (PVD) processes”, *Metal Finishing*, 394-408 (2002).
29. Monaco, G., “Coating Technology: Evaporation Vs Sputtering”, *Satisloh, Italy, PHD Thesis*(2016).
30. Internet: Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid“Vacuum Thermal Evaporation”, <https://www.icmm.csic.es/fis/english/evaporacion.html> (2020).
31. Perez, R., R., ”e-beam evaporation”, *Institut Catala de Nanociencia , Nanotecnologia*.
32. Internet: Denton Vacuum, “E-beam Evaporation Solutions”,<https://www.dentonvacuum.com/products-technologies/e-beam-evaporation/>
33. Internet: Oak Ridge National Laboratory, “Pulsed Laser Deposition of Thin Films”, <https://www.ornl.gov/content/pulsed-laser-deposition-thin-films>

34. Martin, P., M., William Andrew, W., " Unfiltered and filtered cathodic arc deposition", *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings*, 466-531 (2010).
35. Internet: "Moleküler beam epitaxy, <https://capricorn.bc.edu/wp/zeljkoviclab/research/molecular-beam-epitaxy-mbe/>
36. Lampert, C., "Vacuum deposition and coating options", *Technical director, Society of vacuum coaters*, (2013).
37. Depla, D., S. Mahieu, S., Greene, J., E., "Sputter deposition processes" *Ghent University, Department of Solid State Sciences, Materials Science and Physics Departments and the Frederick Seitz Materials Research Laboratory*, University of Illinois, USA.
38. Creighton, J., R., and Ho, P., "Introduction to Chemical Vapor Deposition (CVD)", *ASM International*, (2001).
39. Feng, Teng, E., Zhang, T., "Two-dimensional SnS₂ nanosheets arrays as photoelectrode by low temperature CVD method for efficient photoelectrochemical water splitting" *Applied Surface Science*, 698-707 (2019).
40. Esposito, S., "Traditional" Sol-Gel Chemistry as a Powerful Tool for the Preparation of Supported Metal and Metal Oxide Catalysts", *Materials*, (2019).
41. Wesang, K., Witzendorff, P., Hohnholz, A., "Functional coatings of sol-gel on glass substrate using CO₂ laser irradiation", *Procedia*, 74:(386-389) (2018).
42. Marques, A., C., "Sol- gel process: an overview", *Leigh Üniv.*, (2007).
43. Valverde, G., "Introductory Chapter: A Brief Semblance of the Sol-Gel Method in Research", (2018).
44. Fjellvag, H. and Anja Olafsen Sjastad, A., O., " Synthesis; sol-gel ", *Univ Oslo, Chemistry* , (2016).
45. Uche., D., O., " Sol-gel technique: A veritable tool for crystal growth", *Advances in Applied Science Research*, Department of Industrial Physics, Anambra State University, Uli, Anambra State, Nigeria, , 4(1):506-510 (2013).

46. Kumar, A., Yadav, N., “Sol-Gel Derived Nanomaterials and It’s Applications: A Review”, *Research Journal of Chemical Sciences*, 5(12), 98-105 (2015).
47. Schubert, U., “Sol–Gel Chemistry and Methods; Chemistry and Fundamentals of the Sol–Gel Process”, 24.
48. Kumar, A.,Yadav, N. “Sol-Gel Derived Nanomaterials and It’s Applications: A Review”, *Research Journal of Chemical Sciences*, 5(12), 98-105 (2015).
49. Peak, M., Kevin, M. “*Chemical bath deposition of semiconductor thin films & nanostructures in novel microreactors*”, *NASA Astrophysics Data System (ADS)*.
50. Huang, W., Y., Tung-Li Hsieh, T., “Preparation of ZnO membrane by chemical bath deposition method via regulated acidity”, *Journal of Information Engineering and Applications*, 2 (5) (2012).
51. Devidas, G., B., Sujit Anil Kadam, S., A., “Effect of Deposition Period and pH on Chemical Bath Deposited PbSe Thin Films”, *Pelagia Research Library, Advances in Applied Science Research*, 7(3):200-204 (2016).
52. Hone, F., G., and Abza, T., “Short Review of Factors Affecting Chemical Bath Deposition Method for Metal Chalcogenide Thin Films”, 43-53 (2019).
53. Gunjekar, J., L., Jo, Y., K., “A chemical bath deposition route to facet-controlled Ag₃PO₄ thin films with improved visible light photocatalytic activity”, *Journal of Solid State Chemistry*,240: 115-121 (2016).
54. Malik, O., Hidalgo, F., “Spray Pyrolysis Processing for Optoelectronic Applications”, (2017).
55. Falconyet al., “Spray Pyrolysis Technique; High-K Dielectric Films and Luminescent Materials: A Review”, *Micromachines*, (2018).
56. Patil, G., E., Kajale, D., D., “Spray Pyrolysis Deposition of Nanostructured Tin Oxide Thin Films”, (2012).
57. “Metal plating processes and methods of measuring surface hardness and thickness of coatings”, *Ball seal engineering technical report*, 3-4 (2003).

58. Rose. I., Whittington, C., “Nikel Plating Handbook”, *Nikel Institute*, (2014).
59. Berkowitz, J., B., and Emerson, N., H., “Plating methods a survey”, *National aeronautics and space administration, Washington, D.C.*
60. Giurlani, W., Giovanni Zangari, G., “Electroplating for Decorative Applications: Recent Trends in Research and Development” *Coatings*, 8: 260 (2018).
61. “Metal plating processes and methods of measuring surface hardness and thickness of coatings”, *Ball seal engineering technical report*, 3-4, (2003).
62. Sudagar, J., Tamilarasan, R., “Electroless Deposition of Nanolayered Metallic Coatings”, (2017).
63. Uraz, C., Macit, Ş., “Electroless Cu Plating on ABS Plastic by Using Environmentally Friendly Chemicals”, *Dokuz Eylül Üniversitesi-Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi*, 20 (59) (2018).
64. Sudagar, J., Lian, J., and Sha, W., “Electroless nickel, alloy, composite and nano coatings - A critical review”, *Alloys and Compounds*, 571: 183–204 (2013).
65. Pierson, H., O., “Handbook of chemical vapor deposition (CVD) Principles, Technology, and Applications Second Edition”, 25-27 (1999).
66. Torres- Huerta, A., M. et al., “ Applications of CVD to Produce Thin Films for Solid-State Devices”, *Recent Advances and Applications in Optical, Solar Cells and Solid State Devices*, (2016).
67. Banerji, P., “Processing of Semi Conducting Materials”, *Indian Institute of Technology, Kharagpur.*
68. Imam, M., “Chemical vapour deposition of boron-carbon thin films from organoboron precursors”, *Thin Film Physics Division, Departments of Physics, Chemistry and Biology (IFM), Linköping University*, (2016).

69. Hamedani, Y., Macha, P., “Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition: Where we are and the Outlook for the Future”, *University of Dartmouth*, (2016).
70. Ronald Curley, R., Thomas McCormack, T. and Phipps, M., “Low-pressure CVD and PlasmaEnhanced CVD”, 1-4.
71. Oviroh, P., O., Akbarzadeh, R., “New development of atomic layer deposition: processes, methods and applications”, *Science and Technology of Advanced Materials, National Institute for Materials Science and Taylor & Francis*.
72. Lundin, D., Pedersen, H., “High Power Pulsed Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition: A Brief Overview of General Concepts and Early Results”, *Physics Procedia*, 46: 3-11 (2013).
73. Ezhil Raj, A., M., L. C. Nehru, L., C., Jayachandran, M., “Spray pyrolysis deposition and characterization of highly (100) oriented magnesium oxide thin films”, 42 (9): 867 – 875 (2007).
74. Whetten, N., R., and Laponsky, A., B., “Secondary Electron Emission from MgO Thin Films”, *Applied Physics*, (2014).
75. Matulevich, Y., T., Vink, T., J.,² and Van emmichoven, Z., “Low energy Ion-Induced electron emission from a MgO(100) thin film: the role of the Mgo-substrate Interface”, *Physical review letters*, 89 (16) (2002).
76. A. Kolmakov, A., Stultz, J., and Goodman, D., W., “Characterization of surface defects on MgO thin films by ultraviolet photoelectron and metastable impact electron spectroscopies”, *J. Chem. Physics*. 113 7564 (2000).
77. Jung, H., S., Lee, J., K., and Hong, K., S., “Ion-induced secondary electron emission behavior of sol–gel-derived MgO thin films used for protective layers in alternating current plasma display panels”, *Journal of Applied Physics* 92 (2855) (2002).
78. Dorsey, P., C., Lubitz, P., Chrisey, D., P., and J. S. Horwitz, “CoFe₂O₄ thin films grown on (100) MgO substrates using pulsed laser deposition”, *Journal of Applied Physics* 79 (6338) (1996).

79. Chang, W., and Sengupta, L., “MgO-mixed Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO₃ bulk ceramics and thin films for tunable microwave applications”, *Journal of Applied Physics* 92 (3941) (2002).
80. Hong, C., R., Yoon, S., H., Kim, Y., S., “Effects of exo-electron emission from MgO thin film on statistical delay of glow discharge of ac-PDP”, *Thin Solid Films*, 4170–4173 (2009).
81. Internet: “Instruments Instrumentsfor Structural, Optical, Electrical for Structural, Optical, Electrical Characterizations”
https://shodhganga.inflibnet.ac.in/bitstream/10603/70669/11/11_chapter%204.pdf
82. Kontomaris, S., Grant, C. and Alexandratou, E., “Atomic Force Microscopy on Biological Related to Pathological Conditions”, (2019).
83. Rimili, A., Ouachtari, F., Bouound, A., Louardi, A., Chtouki, I., Elidrissi, B. and Erguig, H., Structural, optical and electrical properties of Ni-doped CdS thin films prepared by spray pyrolysis, *Journal of Alloys and Compounds* 557 (2013) 53-59.
84. Milena C. C. Wobbe, Andrew K., Martijn A., Z., “Optical excitation of MgO nanoparticles”; a computational perspective, DOI: 10.1039/C4CP03442B Phys. Chem. Chem. Phys., 2014, 16, 22052-22061
85. F. Meydaneri Tezel, I.A. Kariper. Synthesis, surface tension, optical and dielectric properties of bismuth oxide thin film, *Materials Science-Poland*, 35 (2017) 87-93.
86. Tauc, J., Amorphous and Liquid Semiconductors, Plenum Press, New York, (1974) 159-220.
87. Bendramdane, N., Murad, W. A., Misho R. H., Zione, M. and Kebbab, Z., *Mater. Chem. Phys.*, 48 (1997) 119.
88. F. Zhao, J. Ma, B. Weng, D. Li, G. Bi, A. Chen, J. Xu, Z. Shi, MBE growth of PbSe thin film with a $9 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ etch-pits density on patterned (1 1 1) oriented Si substrate, *Journal of Crystal Growth*, 312 (2010) 2695–2698.

89. K. Punitha, R. Sivakumar and C. Sanjeeviraja, Structural and Surface Morphological Studies of Magnesium Tin Oxide Thin Films, *Energy Procedia* **15** (2012) 312 – 317.

ÖZGEÇMİŞ

Uğur VELİ 1990 yılında Ankara'da doğdu. Ankara Özel Çağrı Lisesi'nden mezun oldu. 2012 yılında Karabük Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği anabilim dalına başladı ve 2017 yılında mezun oldu.2018 yılında ODTÜ Uluslararası Kaynak Mühendisliği Eğitimi tamamladı.2018 yılında Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Yüksek Lisans programına başladı ve halen öğrenimi devam etmektedir.

ADRES BİLGİLERİ

Adres : Tepebaşı Mah. Fatih Cad. No:125/9 Keçiören/Ankara

Tel : 0 541 553 38 32

E-posta : uurveli@gmail.com