

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**REAKTİF DC MAGNETRON SICRATMA İLE ITO
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Met.Müh. Seniz ÇOLAK**

Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

Programı : SERAMİK

MAYIS 2002

**REAKTİF DC MAGNETRON SIÇRATMA İLE ITO
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Met.Müh. Seniz ÇOLAK
(506991134)**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 22 Mayıs 2002
Tezin Savunulduğu Tarih : 31 Mayıs 2002**

**Tez Danışmanı : Prof.Dr. Serdar ÖZGEN
Diğer Jüri Üyeleri Prof.Dr. Mustafa ÜRGEN (İTÜ)
Prof.Dr. Z.Fatma TEPEHAN (İTÜ)**

MAYIS 2002

ÖNSÖZ

Bu çalışma, Türkiye Şişe ve Cam Fabrikaları A.Ş. Araştırma Merkezi ve Tübitak' ın katkılarıyla İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Seramik Programı'nda hazırlanmış yüksek lisans tez çalışmasıdır. Tezin bu hale gelmesinde büyük katkıları olan ve her konuda bana yardımcı olan sevgili Hocam Sayın Prof. Dr. Serdar ÖZGEN' e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Türkiye Şişe ve Cam Fabrikaları A.Ş. Şişecam Araştırma Merkezi'nin imkanlarını açan Araştırma ve Teknoloji Genel Müdür Yardımcısı Dr. Yıldırım TEOMAN' a ve çalışmaları destekleyen Araştırma ve Mühendislik Müdürü Sayın Jülide BAYRAM, Müdür Yardımcısı Sayın Gülçin ALBAYRAK ve Projeler Müdürü Sayın Nedim ERİNÇ' e ve deneylerin yürütülmesinde emeği geçen Sayın Hüseyin Ateş PARLAR' a, Ayşe ERSOY' a, Özgü GÜMÜŞ' e ve tüm Şişecam Araştırma Merkezi çalışanlarına ve deneylerin yorumlanmasında büyük desteğini gördüğüm Sayın Hocam Prof.Dr. Ender AKTULGA'ya teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca deney sonuçlarının karakterize edilmesinde büyük katkıları olan Hocam Sayın Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN' e , Dr. Levent. ERYILMAZ , Y.Müh. Uğur DEMİRLER ve Met.Müh. Nuri SOLAK' a bu vesile ile teşekkürlerimi sunarım.

Deneylerin yorumlanmasında ve teorik bölümün düzenlenmesinde büyük katkıları olan engin fizik bilgisinden yararlandığım arkadaşım sevgili Reha ÖZALP' a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca maddi ve manevi desteğini esirgemeyen sevgili arkadaşlarıma ve aileme de sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Mayıs, 2002

Seniz ÇOLAK

İÇİNDEKİLER

TABLO LİSTESİ	v
ŞEKİL LİSTESİ	vi
ÖZET	viii
SUMMARY	ix
BÖLÜM 1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
BÖLÜM 2. TEORİK İNCELEMELER	3
2.1. İNCE FİMLERİN MİKROSKOBİK ÖZELLİKLERİ	3
2.2. İNCE FİMLERİN MAKROSKOBİK ÖZELLİKLERİ	4
2.2.1. YOĞUNLUK	4
2.2.2. OPTİK ÖZELLİKLER	4
2.2.3. ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLER	6
2.2.4. MEKANİK ÖZELLİKLER	9
2.3. GEÇİRGEN İLETKEN İNCE FİMLER	11
2.3.1. İLETİM MEKANİZMASI	13
2.3.2. OPTİK ÖZELLİKLER	13
2.4. KALAY DOP EDİLMİŞ İNDİYUM OKSİT (Indium Tin Oxide, ITO)	14
2.4.1. KALAY DOP EDİLMİŞ İNDİYUM OKSİT (ITO) FİMLERİN ÖZELLİKLERİ	15
2.4.2. KALAY DOP EDİLMİŞ İNDİYUM OKSİT (ITO) FİMLERİN KULLANIM ALANLARI	17
2.5. SIÇRATMA (SPUTTERING)	20
2.5.1. DOĞRU AKIMLA DİYOT SIÇRATMA	22
2.5.2. TRİYOT SIÇRATMA	24
2.5.3. MAGNETRON KATOTLAR İLE DC SIÇRATMA	25
2.5.4. RADYO FREKANSI KULLANILARAK SIÇRATMA	27
2.5.5. REAKTİF SIÇRATMA	29
BÖLÜM 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	30
3.1. NUMUNE HAZIRLAMA	30
3.2. ITO FİMLERİN BİRİKTİRİLMESİ	30
3.3. KARAKTERİZASYON	35
3.3.1. Yüzey Direncinin Ölçümü	35
3.3.2. Kaplama Kalınlığının Ölçümü	36
3.3.3. Spektrofotometrik Ölçümler	37
3.3.4. X-ışını Difraksiyon Ölçümleri	38
3.3.5. SEM İncelemeleri	38

BÖLÜM 4. DENEY SONUÇLARI VE İRDELEME	40
4.1. ITO KAPLAMALAR	40
4.1.1. ITO Numunelerinde Kaplama Kalınlığı-Yüzey Direnci İlişkisi	40
4.1.2. ITO Numunelerinde Dalga Boyu-%Işık Geçirgenliği İlişkisi	41
4.1.3. ITO Numunelerinde Dalga Boyu-%Film Tarafı ve %Cam Tarafı Yansıma İlişkisi	43
4.1.4. ITO Numunelerinde Isıl İşlemin Kristal Yapıya Etkisi	45
4.2. ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı Yapılar	47
4.2.1. ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Kaplama Kalınlığı-Yüzey Direnci İlişkisi	47
4.2.2. ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga Boyu-%Işık Geçirgenliği İlişkisi	48
4.2.3. ITO- CrNi-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga Boyu-%Film Tarafı ve %Cam Tarafı Yansıma İlişkisi	50
4.2.4. ITO- CrNi-ITO Çok Tabakalı Yapıda XRD ve SEM Çalışması	55
4.3. ITO-Ag-ITO Çok Tabakalı Yapılar	57
4.3.1. ITO-Ag-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Kaplama Kalınlığı-Yüzey Direnci İlişkisi	57
4.3.2. ITO-Ag-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga Boyu-%Işık Geçirgenliği İlişkisi	58
4.3.3. ITO- Ag-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga Boyu-%Film Tarafı ve %Cam Tarafı Yansıma İlişkisi	61
4.3.4. ITO- Ag-ITO Çok Tabakalı Yapıda XRD ve SEM Çalışması	65
4.4. ITO-Cu-ITO Çok Tabakalı Yapılar	67
4.4.1. ITO-Cu-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Kaplama Kalınlığı-Yüzey Direnci İlişkisi	67
4.4.2. ITO-Cu-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga Boyu-%Işık Geçirgenliği İlişkisi	67
4.4.3. ITO- Cu-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga Boyu-%Film Tarafı ve %Cam Tarafı Yansıma İlişkisi	69
4.4.4. ITO- Cu-ITO Çok Tabakalı Yapıda SEM Çalışması	71
 BÖLÜM 5. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER	 72
 KAYNAKLAR	 74
ÖZGEÇMİŞ	76

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 3.1. Kaplamaların yapıldığı deney şartları	33
Tablo 3.2. ITO numunelerine ait deneysel veriler	33
Tablo 3.3. ITO-CrNi-ITO numunelerine ait deneysel veriler	34
Tablo 3.4. ITO-Ag-ITO numunelerine ait deneysel veriler	34
Tablo 3.5. ITO-Cu-ITO numunelerine ait deneysel veriler	34
Tablo 4.1. ITO numunelerinin kaplama kalınlığı-yüzey direnci ölçüm Sonuçları	41
Tablo 4.2. ITO-CrNi-ITO numunelerinin kaplama kalınlığı-yüzey direnci ölçüm sonuçları	47
Tablo 4.3. ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı 2126 numunesine ait EDS analizi sonuçları	58
Tablo 4.4. ITO-Ag-ITO numunelerinin kaplama kalınlığı-yüzey direnci ölçüm sonuçları	59
Tablo 4.5. ITO-Cu-ITO numunelerinin kaplama kalınlığı-yüzey direnci ölçüm sonuçları	67

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa No
Şekil 2.1 : Optik bir ince film malzemesinin %geçirim-dalga boyu eğrisi	6
Şekil 2.2 : Teorik olarak hesaplanmış ve deneysel olarak gözlenmiş taşıyıcı konsantrasyonunun dopant konsantrasyonu ile değişimi (Sn:—, Sb:- - -)	12
Şekil 2.3 : Görünür ve yakın IR spektral bölgede cam altlık üzerindeki bir ITO filmin ölçülen yansıtma ve geçirgenliği	17
Şekil 2.4 : İnce film a-Si:H güneş pilinin şematik görünüşü	19
Şekil 2.5 : DC sıçratma yöntemi şematik görünüşü	22
Şekil 2.6 : Triyot sıçratmanın şematik görünümü	25
Şekil 2.7 : a) Magnetron katotla sıçratma tekniği prensibinin üç boyutta gösterimi b) Magnetron katotla sıçratma prensibinin 2 boyutta gösterimi	26
Şekil 2.8 : Planar magnetron yapısı ve mekanizması	27
Şekil 2.9 : Radyo frekansı ile sıçratma tekniği prensibi	28
Şekil 3.1 : DC-reaktif magnetron sıçratma cihazının şematik görünüşü	31
Şekil 3.2 : Dört nokta prob yöntemi	35
Şekil 3.3 : Kalınlık ölçme cihazının şematik görünüşü	37
Şekil 3.4 : Spektrofotometre cihazının şematik görünüşü	38
Şekil 4.1 : ITO numunelerinde kaplama kalınlığı-yüzey direnci ilişkisi	40
Şekil 4.2 : Çeşitli ITO numunelerinin dalga boyu - %ışık geçirgenliğinin birbirleri ile karşılaştırılmaları	42
Şekil 4.3 : Çeşitli ITO numunelerinin dalga boyu - %film tarafı yansıma grafiği	43
Şekil 4.4 : Çeşitli ITO numunelerinin dalga boyu - %cam tarafı yansıma eğrileri	44
Şekil 4.5 : 2063 numunesinde ısıtma işlem öncesi, 350 °C ve 400 °C sıcaklıklarda yapılan ısıtma işlem sonrasında elde edilen XRD paternlerinin birbiriyle kıyaslanması	45
Şekil 4.6 : 2063 numunesinde ısıtma işlem öncesi, 350 °C ve 400 °C sıcaklıklarda yapılan ısıtma işlem sonrasında elde edilen difraksiyon paternlerinin 2θ=29-32 dereceleri arasındaki şiddet değerlerinin birbiriyle kıyaslanması	46
Şekil 4.7 : ITO-CrNi-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %ışık geçirgenliğinin birbirleriyle karşılaştırılması	48
Şekil 4.8 : ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinin iki farklı sıcaklıkta ısıtma işlem görmesi sonucu ölçülen dalga boyu - % ışık geçirgenliğinin ısıtma işlem görmemiş haliyle karşılaştırılması	50
Şekil 4.9 : ITO-CrNi-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %film tarafı yansıma eğrileri	51
Şekil 4.10 : Isıtma işlem görmüş ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesine ait dalga boyu - % film tarafı yansıma eğrileri	52
Şekil 4.11 : ITO-CrNi-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %cam tarafı yansıma eğrilerinin birbirleri ile karşılaştırılmaları	53
Şekil 4.12 : Isıtma işlem görmüş ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126	

	numunesinin 350°C ve 400°C’de ısıt ıřlem uygulanmıř dalga boyu - % cam tarafı yansıma eğrileri	54
řekil 4.13	: ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı 2126 numunesinde farklı ısıt ıřlem sıcaklıklarında elde edilen piklerin birbiriyle kıyaslanması	55
řekil 4.14	: ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X büyütmede alınmıř SEM görüntüsü	56
řekil 4.15	: ITO-Ag-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %ıřık geçirgenlięinin birbiriyle karşılařtırılmaları	59
řekil 4.16	: ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin ısıt ıřlem görmesi sonucu ölçülen dalga boyu - % ıřık geçirgenlięi eğrisinin ısıt ıřlem görmemiř haliyle karşılařtırılması	60
řekil 4.17	: ITO-Ag-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %film tarafı yansıma karşılařtırmaları	61
řekil 4.18	: ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin ısıt ıřlem görmesi sonucu ölçülen dalga boyu - % film tarafı yansıma eğrisinin ısıt ıřlem görmemiř haliyle karşılařtırılması	62
řekil 4.19	: ITO-Ag-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - % cam tarafı yansıma birbiriyle karşılařtırılmaları	63
řekil 4.20	: ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin ısıt ıřlem görmesi sonucu ölçülen dalga boyu - % cam tarafı yansıma eğrisinin ısıt ıřlem görmemiř haliyle karşılařtırılması	64
řekil 4.21	: Isıt ıřlem uygulanmıř 2128 numunesine ait XRD paternleri	65
řekil 4.22	: ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X büyütmede alınmıř SEM görüntüsü	66
řekil 4.23	: ITO-Cu-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %ıřık geçirgenlięinin birbiriyle karşılařtırılmaları	68
řekil 4.24	: ITO-Cu-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %film tarafı yansıma karşılařtırmaları	69
řekil 4.25	: ITO-Cu-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - % cam tarafı yansıma birbiriyle karşılařtırılmaları	70
řekil 4.26	: Isıt ıřlem görmüř 2138 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X büyütmede alınmıř SEM görüntüsü	71

REAKTİF DC MAGNETRON SIÇRATMA İLE ITO ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Bu tez çalışmasında reaktif DC magnetron sıçratma tekniği ile ITO ince filmler ve ITO-CrNi-ITO, ITO-Ag-ITO, ITO-Cu-ITO çok tabakalı yapılar üretilmiştir. Çalışmada ITO ve ITO-metal-ITO çok tabakalı yapıların kalınlık - direnç ilişkisi ve görünür dalga boyu aralığında %ışık geçirgenlik (T), %film tarafı(r) ve %cam tarafı(rr) yansımalar ölçülmüştür. Bu ince filmlerin güneş pillerinde kullanılması düşünüldüğü ve bu nedenle ısıtma işlemi tabi tutulacağı için çeşitli sıcaklıklarda ısıtma işlemleri uygulanmış ve bu numunelerin ısıtma işlemi sonrası %ışık geçirgenlik (T), %film tarafı(r) ve %cam tarafı(rr) yansıma ölçümleri tekrarlanmıştır. Ayrıca bu numunelerde ısıtma işleminin etkisini gözlemlemek amacı ile XRD çalışması da yapılmıştır.

ITO filmlerde kalınlık artışı ile birlikte yüzey dirençlerinde bir azalma olmakta, ancak ITO-metal-ITO çok tabakalı yapılarda lineer bir ilişki elde edilememiştir.

ITO filmlerde ve diğer üç tür ITO-metal-ITO çok tabakalı yapılarda kalınlık artışı ile birlikte %ışık geçirgenlik (T), %film tarafı(r) ve %cam tarafı(rr) yansıma eğrilerindeki pikler giderek sağa doğru kaymaktadır. Kalınlık artışı ile beraber ışık geçirgenlikleri azalmakta ve yansımalar ise fazla değişmemektedir.

ITO-metal-ITO çok tabakalı yapılarda en az % ışık geçirgenliği kaybı 2126 numaralı ITO-CrNi-ITO numunesinden alınmıştır. Bu numunenin film kalınlığının diğer numunelerin film kalınlıkları ile kıyaslandığında daha fazla bir film kalınlığına sahip olmasına karşın %ışık geçirgenliği kaybının az olmasının nedeni CrNi tabakasının Ag ve Cu' ya göre çok daha ince kaplanabilir olması ve refraktif indeksinin nispeten daha küçük olmasıdır.

Isıtma işlemi sonrası ince filmlerin %ışık geçirgenlik (T) değerlerinin arttığı gözlenmiştir. Bu durum, ısıtma işlemi sonucu oksidasyonun artışı nedeniyle. % film tarafı(r) ve %cam tarafı(rr) yansıma değerlerinin ise önemli oranda değişmediği gözlenmiştir. Sonuç olarak ısıtma işlemi sonucu yansılarda dikkate değer bir değişim olmazken ışık geçirgenliği artmış, absorpsiyon ise azalmıştır.

ITO ve ITO-metal-ITO çok tabakalı yapılardan elde edilen X ışınları difraksiyon paternleri 44-1087 ve 06-0416 referans numaralı In_2O_3 paternleri ile uyum içinde olduğu görülmüştür. X ışınları diyagramında kalay pikine rastlanmaması kalayın, sistemde amorf halde bulunması nedeniyle. Çok tabakalı yapılarda kullanılan CrNi, Ag ve Cu' a ait herhangi bir pike rastlanmamasının nedeni sistemdeki bu metallere ait fazların ağırlıkça oranının %3'ün çok altında olması nedeniyle.

Üretilen ince filmlerin XRD çalışmasında amorf olarak bulunması nedeniyle pik vermeyen kalay, EDS analizi sonucunda ağırlıkça %10 olarak saptanmıştır. CrNi, Ag ve Cu miktarının sistemde %1' in çok altında olması nedeniyle EDS analizi sonucunda bu bileşenlerin varlığı saptanmamıştır.

DEPOSITION OF ITO BY REACTIVE DC MAGNETRON SPUTTERING AND ITS CHARACTERIZATION

SUMMARY

In this thesis work, monolayer ITO and multilayer ITO-CrNi-ITO, ITO-Ag-ITO and ITO-Cu-ITO thin films were produced by reactive DC magnetron sputtering and film thickness-sheet resistance relationship, optical transmittance within visible range, film-side and backside (glass-side) reflectances were measured. Since the thin films are aimed to be used in solar cell systems where they will be subjected to high-temperatures, they were heat-treated at various temperatures and optical transmittance, film-side and backside (glass-side) reflectance measurements were repeated. Also, in order to observe the effect of heat-treatment, XRD analysis were performed.

There was a decrease in the sheet-resistance of ITO thin films with increasing film thickness whereas no such relationship was observed between the increasing film thickness and the sheet resistance in ITO-Metal-ITO thin films. There was a shift from left to right in the wavelength axis of optical-transmittance, film side, backside reflectance curves of ITO thin and other three ITO-Metal-ITO multilayer thin films. The optical-transmittance decreased with increasing thickness but no considerable change was observed in the reflectance.

Among the ITO-Metal-ITO thin films, the lowest optical transmittance decrease was observed in ITO-CrNi-ITO thin film with sample no: 2126. The reason for this film to exhibit the lowest transmittance despite the fact that this film had a higher film thickness is because of the fact that CrNi layers can be coated a lot thinner than the Ag and Cu layers.

It was observed that optical transmittance of thin films increased upon heat-treatment, which is attributed to the increase in oxidation level. However, there was no considerable change in the reflectance of film-side and backside of the thin films after the heat-treatment. In conclusion upon heat-treatment there was an increase in the transmittance accompanied with an increase in the absorption whereas no considerable change in the reflectance was observed.

X-Ray diffraction patterns obtained from ITO monolayer and ITO-Metal-ITO multilayers were in conformity with In_2O_3 X-ray diffraction pattern with index no: 44-1087 and 06-0416. The reason no Sn phase was detected is because of the fact that Sn was in amorphous state in the system. The fact that no CrNi, Ag and Cu peaks were detected in X-ray analysis can be explained by the presence of these metals being below 3 % in weight in the systems.

Sn which showed no pick in XRD analysis of deposited films, as a consequence of being present in amorphous state in the system, was found to be present in the system by 10 % in weight after EDS analysis. Since the CrNi, Ag and Cu were present in the system with only 1 % percent in weighth, their presence in the system couldn't be evidenced by EDS analysis.

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Son yıllarda ince film uygulamalarında çok büyük bir artış olmuştur. Yığın malzemelerinkinden farklı ve kendilerine özgü optik, elektriksel ve mekanik özelliklerinden dolayı ince filmler, başta elektronik ve optik endüstrileri olmak üzere günümüzün hızla gelişen bir çok endüstrisinde vazgeçilemez bir rol oynamaktadır.

Kalay oksit ve indiyum oksit gibi değişik metalik oksitlerden oluşan geçirgen ve iletken tabakalar 40 seneden beri bilinmektedirler. Metalik ince filmler ile karşılaştırıldıklarında, yüksek stabilite, sertlik ve çok çeşitli türden altlık malzemelere yapışma özelliklerinden dolayı bu kaplamalar değişik uygulamalarda kullanılmaktadırlar. Görünür bölgede yüksek optik geçirgenliğin ve yüksek elektriksel iletkenliğin aynı anda olması yapısal olarak stokiyometriye sahip olmayan malzemeler için mümkün olmamaktadır. Çok ince metallerde kısmi geçirgenlik ve oldukça iyi elektriksel iletkenlik elde edilebilmektedir. Burada metallerin absorpsiyonu aynı bölgede ışık geçirimini engellemektedir. Görünür bölgede metaller tarafından absorpsiyonu azaltmak için sahip olunan film kalınlığında maksimum 10 nm' ye kadar inceltme yapılabilir. Düşük film kalınlıklarında geçirgenliği azaltmadan elektriksel iletkenliği arttırmanın tek yolu yapıya kontrollü olarak stokiyometrik olmayan uygun dopantlar katarak, geniş bir bant aralığına (> 3 eV) sahip bir oksitte *elektron dengesizliği* sağlamaktır. Bu şartlar, bazı biriktirme teknikleri ile hazırlanmış ince film formundaki kalay, indiyum, çinko ve diğer oksitler ve bunların alaşımları ile uygun olarak elde edilebilirler.

Film özellikleri, yapısal karakteristikler, kristal yapısı, empürite seviyesi (veya doplama), homojenlik, stokiyometri ve biriktirme tekniği dahil olmak üzere, filmin fiziksel yapısına bağlıdır. Bu yüzden, farklı tekniklerle biriktirilmiş aynı malzemenin ince filmleri birbirinden oldukça farklı özellikler gösterebilmektedir. Parametrelerin iyi optimize edilmesi film özelliklerinin tekrar elde edilebilirliği açısından çok önemlidir.

Gelişmiş çok tabakalı kaplamaların gelişimi ile birlikte, daha iyi performans gösteren ve yüksek kalitede ince filmlere olan ihtiyacın artması, mevcut alternatif tekniklerin geliştirilmesini teşvik etmektedir. Bu tekniklerden biri magnetron

sıçratma tekniğidir. Magnetron sıçratma tekniği, son yirmi yılda çok büyük bir gelişme kaydetmiştir. Bu teknik ile homojen kalınlık, yüksek yoğunluk ve altlığa üstün yapışma gibi özelliklere sahip yüksek kaliteli filmlerin seri ve geniş ölçekli üretimi mümkün olabilmektedir. Düşük basınç gerektiren bu prosesin diğer bir avantajı da malzemenin oda sıcaklığında biriktirilebilmesinin mümkün olabilmesidir.

Bu tez çalışmasında; ITO filmler, Şişecam Topkapı Araştırma Merkezi'nde reaktif DC magnetron sıçratma tekniği ile üretilmiştir. Elde edilen filmlerin yüzey dirençlerinin düşürülmesi amacıyla çeşitli metaller, aynı şekilde sıçratma tekniği ile ITO filmlerin üzerine biriktirilmiştir. Elde edilen çok tabakalı (sandviç) yapıda yüzey direnci, ışık geçirgenliği ve yansıma ölçümleri yapılarak optimum deney şartları yapılan deneyler ile saptanmıştır. Üretilen kaplamaların güneş pillerinde kullanılabilecek kalitede olmasını sağlamak çalışmaların temel amacını teşkil etmiştir.

2. TEORİK İNCELEMELER

2.1. İNCE FİMLERİN MİKROSKOBİK ÖZELLİKLERİ

İnce filmlerin yeterli ölçüde tanımlanabilmesi için mikroskopik film özelliklerinin iyi bilinmesi gerekmektedir. Elementlerin kompozisyonu ve kimyasal bağlanma durumu, stokiyometri, topografi, yüzey pürüzlülüğü, kristal ve amorf yapıdaki arayüzeyler ve kristal yapı gibi faktörler ince film özelliklerine doğrudan etki etmektedir [1].

Temel Etkenler: İnce filmlerin mikroskopik özelliklerini etkileyen temel etkenlerin başında kullanılan biriktirme tekniği ile biriktirme parametreleri ve şartları gelmektedir. Bunlara bağlı olarak bir filmde atomların lokal dizilişi düzenli (kristal yapılı) veya düzensiz (camsı) olabilmektedir. Boşlukta atomların ya da iyonların düzenli 3 boyutlu dizilişi, direkt bağlanma ve sıkı paketleme ile sağlanan kristal yapıdadır. Bununla beraber birçok film amorf yapıya sahiptir ve alt üniteleri rasgele paketlenmiş olup uzun mesafeli kristal dizilişine sahip değildir [1].

Kimyasal Kompozisyon: İnce filmlerin fiziksel ve kimyasal özelliklerinde; biriktirme tekniği, biriktirme parametre ve şartlarının olduğu kadar kimyasal kompozisyon da etkin rol oynamaktadır. Film kompozisyonu, sadece başlangıç malzemesinin empüresi veya kullanılan biriktirme tekniğinden etkilenmemekte, aynı zamanda analiz esnasında uygulanan işlemlerle de değişebilmektedir. Oksit filmler, genellikle değişik özellikler elde etmek amacıyla dop edilen diğer elementleri içermekte, ancak bunun yanında yapıda bulunması istenmeyen elementleri de içerebilmektedirler.

Kimyasal Bağlanmanın Önemi: Bu araştırmaya konu olan ITO ve benzeri oksit filmlerin çoğu reaktif prosesler ile üretilmektedir. Metallerde arzu edilen oksidasyon, oksijen içeren atmosfer ile reaksiyon hızını arttıran ilave enerjinin kombinasyonu ile gerçekleşebilmektedir. Çeşitli biriktirme tekniklerinin birbirinden farklı proses koşulları ile, oksijen ve metal arasında farklı kimyasal bağlanma durumları ortaya çıkabilmektedir. Bu durumda optik ve elektriksel özellikler gibi makroskopik film özellikleri değişim gösterebilmektedir. Bu nedenle oksit tabakası içindeki metalin

oksidasyon durumunun bilinmesi, biriktirme proses parametrelerinin optimizasyonu açısından önemlidir [1].

2.2. İNCE FİMLERİN MAKROSKOBİK ÖZELLİKLERİ

İnce film kaplanmış ürünlerin fonksiyonellikleri ve güvenilirlikleri büyük oranda bu filmlerin makroskopik özelliklerine bağlıdır. İnce filmlerin gerilme ve yapışma gibi mekanik özellikleri doğrudan ürün kalitesini etkilemektedir [1].

2.2.1. YOĞUNLUK

Genelde, birçok biriktirme tekniğinin bazı malzemelerin, yığın yoğunluğundan farklı yoğunlukta filmler ürettiği kabul edilmektedir. Film yapısına gazların dahil olması ve kristal yapıdaki düzensizlikler filmde delik ve gözeneklerin oluşumuna neden olabilmekte ve kristallerde artan boşluklar film yoğunluğunu azaltmaktadırlar. Örneğin, farklı tekniklerle üretilmiş ITO filmler farklı yoğunluklara sahip olabilirler. Film yoğunluklarındaki farklılıklar, refraktif indeks, film yapışması, kristalizasyon davranışı, stres ve aynı zamanda kimyasal kararlılık gibi değişik film özelliklerini etkileyebilmektedirler. Desorbsiyon ve adsorbsiyonun olduğu sıcaklıklarda kullanılan düşük yoğunluğa sahip filmlerde problemlerle karşılaşılabilen ve bu mekanizmalar film sistemlerinde hasarlara neden olabilmektedirler. Görünür dalga boylarında refraktif indeks n ; saf, stokiyometrik ve dop edilmemiş malzemelerin film yoğunluğu için uygun iyi bir göstergedir [1].

2.1.2. OPTİK ÖZELLİKLER

Elektromanyetik radyasyon malzemeler içinde boşlukta olduğundan daha farklı ilerlemektedir. Sonuç olarak da dalga hızı ve yayılma şiddetinde, kompleks kırılma indeksi

$$N = n - ik \quad (2.1)$$

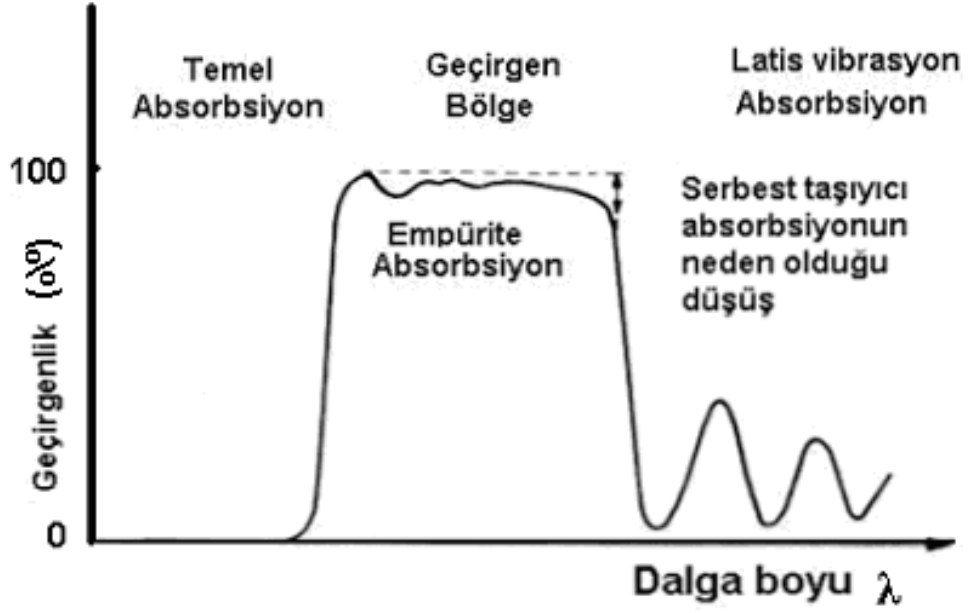
ile ifade edilen bir farklılık oluşmaktadır. Burada n gerçek kırılma indeksini k ise sönüm katsayısını göstermektedir [2]. İnce filmler genellikle sönüm katsayısı k ve refraktif indeks n ile karakterize edilmektedir ve bu filmlerin optik özellikleri yığın malzemelerin optik özelliklerinden daha farklıdır. Orijinal malzemeyle karşılaştırıldığında gözlenen refraktif indeksler daha düşük ve sönüm katsayıları daha yüksektir [1].

Çok ince filmler ($t \leq 10$ nm) çok büyük oranda farklılık gösterebilirler. Bu davranış, n ve k 'nın, kalınlık ve belli ölçüde altlığa olan bağımlılığını göstermektedir. Daha kalın filmler için ($t \geq 10$ nm) n ve k 'nın kalınlığına olan bağımlılığı büyük oranda azalmaktadır [3]. Ayrıca elde edilen filmin optik özellikleri biriktirme metotları ve seçilen biriktirme parametrelerinden büyük oranda etkilenmektedir. Güvenilir üretim açısından optik sabitlerin tekrar elde edilebilir olmaları oldukça önemlidir [1].

Dielektrik optik filmlerin en önemli özellikleri spektrumun ilgili bölgesinde istenen düşük absorpsiyon özellikleridir. Bu yüzden filmler genellikle geçirgenlikleri ve refraktif indeksleri ile karakterize edilmektedirler.

İnce Filmlerin Geçirgenlikleri: Optik ince filmlerin geçirgenlik-dalga boyu spektrası üç bölüme ayrılabilir [1]. Şekil 2.1'de bir optik ince-film malzemesinin geçirim-dalga boyu spektrası görülmektedir [3]. İstenilen ve ihtiyaç duyulan geçirgenlik, malzemenin elektronik yapısına bağlı olan kısa dalga boyu absorpsiyon kenarı ve uzun-dalga boyu sınırı arasında elde edilmektedir. Geçirgen bölgenin karakteristiği büyük oranda, özellikle absorpsiyona neden olan malzemenin stokiyometrisi ve empüritesi olmak üzere malzemenin kendisine bağlıdır [1].

İnce filmlerin geçirgenlikleri genellikle altlık malzemesininkinden biraz daha azdır ve büyük oranda biriktirme şartları ile ilişkilidir. Filmin sönüm katsayısındaki artışın nedeni genellikle stokiyometrideki az bir sapma veya kirlenmeden kaynaklanan gerçek absorpsiyondur. Diğer nedenler ise, yüzey pürüzlülüğü, iç tane sınırı, kristal yapıdan kaynaklanan yoğunluk dalgalanması, mikroyapı, ince delikler, çatlaklar ve benzeri nedenlerden kaynaklanan ışık saçılmasıdır [1].



Şekil 2.1. Optik bir ince film malzemesinin %geçirim-dalga boyu eğrisi [3]

İnce Filmlerde Işığın Kırılma Davranışı; İnce filmlerde ışığın kırılma davranışı kompozisyon, empürite veya doplama, kristallik derecesi ve bağlanma tipi tarafından etkilenmektedir [1].

Kalınlıkları(d) bilinmeyen filmlerin optik özellikleri de geçirme faktörü T ve yansıtma faktörü R' den bulunabilir. Belli dalga boylarında, üç film özelliği d , n ve k' yı belirlemek için üç bağımsız değerin ölçülmesi gerekmektedir. Bazı özel durumlarda, normal kırılma gösteren numunenin kaplanmış ve altlık tarafından ölçülmüş geçirme ve yansıtma faktörü yeterlidir. Polarize olmuş ışığın tam bilinmeyen kırılmaları için, bu değerler yansıtmaya geçiş faktöründen bulunabilmektedir.

Spektrofotometre, görünür ve yakın IR spektral bölgelerde, girişimli sistemlerde kullanılan filmlerin optik özelliklerini elde etmek için kullanılan en hızlı yöntemdir. Bu filmler genellikle 100 nm mertebesinde kalınlığa sahiptirler spektraları, ileri düzeyde girişim paternini verirler. Maksimum T ve yansıtmaya geçiş minimum T değerleri arasındaki farktan, girişim uç noktasından ve optik özelliklerinin iyi bilinmesi gereken kaplanmamış altlıkların geçirgenliklerindeki sapmalardan, film kalınlığı d ve sönüm katsayısı k elde edilebilmektedir [1].

2.2.3. ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLER

Son yıllarda çeşitli uygulamalarda, ince filmlerin elektriksel özellikleri üzerinde önemle durulmuş ve bu özellikleri teorileri açıdan da ilgi uyandırmıştır. Yığın malzemenin iletkenlik davranışı hakkındaki bilgiler, ince filmlerin davranışlarının

anlaşılması açısından önemlidir. Malzemenin fiziksel durumundan, ait olduğu malzeme sınıfından bağımsız olarak yığın veya film halinde olması durumunda, uygulanan elektrik alan ϵ sonucu, (V/cm) q yüküne sahip bir taşıyıcı konsantrasyonu (taşıyıcı sayısı/ cm^3) v ($cm/sn.$) hızı ile referans bir düzlemi geçtiğinde bir akım yoğunluğu J (amp/cm^2) oluşmaktadır. Akımın büyüklüğü, n taşıyıcı konsantrasyonu

$$J = nqv \quad (2.2)$$

ile gösterilmektedir. Özellikle düşük elektrik alan uygulanması durumunda, birçok malzeme için taşıyıcı hızı ϵ ile doğru orantılıdır ve bunun sonucunda

$$v = \mu \epsilon \quad (2.3)$$

olmaktadır. Doğru oran sabiti veya birim alandaki hız mobilite μ olarak bilinmektedir. Bu yüzden

$$J = nq\mu \epsilon \quad (2.4)$$

dir ve Ohm Kanunu' na göre ($J = \sigma \epsilon$) iletkenlik σ veya direncin karşısı ρ ile ifade edilmektedir.

Elektriksel iletkenliğe ilişkin kantitatif teoriler bu denklemlerde verilen malzeme sabitlerinin, büyüklüğünü ve özelliklerini belirlemede kullanılmaktadırlar. n ve v veya μ ' nün sıcaklık, kompozisyon, yapı hataları ve elektriksel alana göre değişimi büyük önem taşımaktadır.

İnce filmlerin elektriksel özelliklerini etkileyen kendilerine özgü bir takım özellikleri de vardır. Bu özellikler aşağıda özetlenmektedir.

1. **Boyut Etkisi veya Küçük Boyuttan Kaynaklanan Durum:** Yüzey saçılması ve yük taşıyıcıların kuantum mekanik tünellenmesi buna örnek olarak gösterilebilir.
2. **Film Hazırlama Yöntemi:** İnce filmlerin elektriksel özellikleri büyük oranda biriktirme ve büyüme şekline bağlıdır. Proses koşullarına bağlı olarak, kristal kusursuzluğunun oranı, yapısal ve elektronik hata konsantrasyonları, dislokasyon yoğunlukları, boşluk ve gözenek içeriği, yoğunluk, tane morfolojisi,

kimyasal kompozisyon ve stokiyometri, tutulan elektron yoğunlukları ve benzeri faktörler önemli oranda elektriksel iletkenliği etkilemektedirler.

3. **Elektrot Etkileri:** Bir çok durumda, altlıklar ve üzerlerine film biriktirilen iletken filmler aradaki film için elektrot görevi görürler. Yüzeyler arası yapışma, gerilme, ara difüzyon, yapıya giren ve absorbe edilen empüriteler ara yüzeyde yük transferini etkilemektedirler.
4. **Film Sürekliliğinin Derecesi :** Ada yapısına sahip, süreksizlik gösteren filmlerdeki iletim mekanizması sürekli filmlere göre kesintiler göstermektedir.
5. **Yüksek Elektrik Alan İletimi:** Küçük boyutlar üzerinden verilen gerilim, filmlerde yüksek alan etkisine neden olmaktadır.
6. **Yüksek Kimyasal Reaktiflik:** Filmler yaşlanma veya korozyon, su buharı absorpsiyonu, atmosferik oksidasyon ve düşük sıcaklıkta gerçekleşen katı-hal reaksiyonları nedeniyle elektriksel özelliklerde zamana bağlı oluşan değişikliklere karşı hassastır.

Yüzey Direnci: İnce filmlerin dirençlerini tanımlamada yaygın olarak ohm / □ cinsinden yüzey direnci kullanılmaktadır. Uzunluğu l, genişliği w ve kalınlığı d olan bir filmde, eğer film öz direnci ρ ise, filmin direnci $R = \rho l / wd$ olur.

Bir filmin yüzey direncinin ölçülmesinde yaygın olarak kullanılan yöntemlerden birisi dört nokta prob yöntemidir. Bu yöntemde dört noktada metal-uçlu sensörlere sahip düzeneği hafifçe yüzeye bastırılır. Dıştaki sensörler akım kaynağına bağlanır ve içteki sensörler gerilimdeki düşüşü kaydeder. Filmdeki elektrik potansiyelinin ve alanının dağılımının elektrostatik analizi, K' nın kontaklar arası boşluğa ve kontakların konfigürasyonuna bağlı olarak değişen bir sabit olduğu

$$R_s = KV/I \quad (2.5)$$

eşitliğini vermektedir [2].

2.2.4. MEKANİK ÖZELLİKLER

Altık üzerindeki ince filmlerin mekanik özellikleri, ince filmlere has mikroyapı, yoğunluk, geniş yüzey/hacim oranı, azalan boyut altık tarafından oluşan gerilmeler nedeniyle malzemenin yığın halindekiinden farklıdırlar. Bu özellikleri kontrol eden proseslerin iyi anlaşılması değişik bilimsel ve teknolojik uygulamalar açısından önemlidir. Özellikle optik kaplamaların mekanik özellikleri, mekanik kararlılığı ve kullanım sürelerinin garanti etmeye yetecek seviyede olmalıdır. Bu gerekliliği karşılamak için, üretim prosesi boyunca kontrollerini sağlamak amacıyla, mekanik özelliklerin orijinleri ve birbirleriyle olan ilişkileri hakkında yeterli bilgi edinilmelidir.

Mekanik ve yapısal film özellikleri büyük oranda biriktirme şartlarına bağlıdır ve buna ek olarak kimyasal kompozisyonlar, yüzey pürüzlülüğü ve kristal yapı gibi altık parametrelerinden etkilenmektedirler. Optik ince filmlerin mekanik özelliklerini anlamak için altıklar üzerinden mekanik özellikler belirlenmelidir [1].

Gerilme: Hemen hemen bütün inorganik ve metalik bileşik filmleri gerilme durumundadırlar. *Oksit film/altık* film sistemleri için en önemli gerilme iç gerilmedir. Bu tür bir gerilme direkt olarak üzerine biriktirme yapılan altık ve film arasındaki gerilmelerden kaynaklanmaktadır. Altıktan uzaklaştırıldıktan sonra, filmin kendisi gerilmesiz olabilir. Film ayrılmış tabakaya kıvrım verecek herhangi bir gerilim bileşenine veya gradyene sahip değildir [1].

Etkileşim gerilmesi: Film-altık boyut dengesinin ayrılmadan sonra değiştiği film/altık sistemlerinde etkileşim gerilmesi görülecektir. Bu tür boyutsal değişimler biriktirme esnasında veya biriktirme sonrasında görülebilir [1].

Termal Gerilme: Genellikle, oksit tabakalarının biriktirme işlemi süresince uygulanan sıcaklık, filmin kullanılırken maruz kaldığı sıcaklıklardan farklıdır. Buna ek olarak, birçok kaplanmış sistem geniş sıcaklık aralıklarında kullanılmaktadır. Eğer film ve altık, farklı termal genleşme katsayılarına sahipse sıcaklığa bağlı deformasyon, filmde termal gerilme olarak isimlendirilen ek gerilmeye neden olacaktır [1].

Film altık sisteminin toplam gerilmesi, etkileşim gerilmesinden ve termal gerilme bileşeninden oluşmaktadır. Film gerilmelerinden gelen kuvvetler tüm film/altık sistemini üzerinde etkin olacak ve altığı elastik olarak bükecektir. Bunun sonucunda altık kavisinde oluşacak değişiklik, altığın geometrik şekline bağlı olacaktır [1].

Gerilmenin Hesaplanması: Basınç ve sıcaklıktan kaynaklanan, kristal filmlerin latis potansiyel enerjilerinde oluşan değişiklikler, titreşim frekanslarındaki değişimler ile kendini göstermektedirler. İnce filmlerin titreşim frekanslarındaki sıcaklığa bağlı değişim, kristalin yığın malzemede gözleneninkinden farklıdır. Filmin mikroyapısında meydana gelen değişimler, uygulanan yük altında yapısal titreşim frekanslarını da etkileyecektir. Kristal yapıdaki filmde oluşan deformasyon X-ışınları difraksiyonu (XRD) ile bulunabilmektedir. **Kristal yapıdaki filmin** latis parametresinde meydana gelen sapma deformasyonu belirlemektedir. Daha sonra deneyin geometrisinden ve filmin elastik sabitinden gerilme hesaplanmaktadır [1].

Yüzeyler Arası Yapışma Mukavemeti: İnce filmlerin bütün pratik uygulamalarında, kaplanan parçanın fonksiyonelliğini garantilemek için belli derecede yapışmaya ihtiyaç duyulmaktadır. Yapışmanın kalitesi temelde kaplama ile altlık ara yüzeyine bağlıdır. Yapışma, ara yüzeydeki atom veya molekülleri ayırmak için gerekli iş olarak tanımlanır. Örneğin, mekanik bağlanma, elektrostatik kuvvetler ve kimyasal bağlanma gibi ara yüzey bağlanmasının çeşitli mekanizmaları birbirinden ayırt edilebilir. Teknik uygulamalarda kullanılan kaplamaların yapışması genellikle tüm bu etkilerin birleşiminden oluşmaktadır [1].

Kırılma Mekanizması: Oksit filmler çoğunlukla gevrek olduklarından mekanik yükler altında çatlama eğilimindedirler. Çatlaklar, genellikle film içindeki streten kaynaklanmaktadır. Kayma ve soyulma gerilimi kaplama bileşenlerinin serbest uçlarında oluşurken, düzlem içi normal gerilme, iç bölgede oluşmaktadır. Kayma ve soyulma gerilimleri serbest uçlarından kaplamayı ayırabilir. Buna tepki olarak, çekme gerilimi olabilecek düzlem içi normal gerilim, filmde sistem içindeki deformasyon enerjisinin serbest kalmasını sağlayan çatlakların oluşmasına neden olmaktadır. Tabakaların bükülmesi veya dağılması ise basma geriliminden kaynaklanmaktadır [1].

Kaplamanın iç bölgesindeki çatlak, filmin diğer kısımlarında yeni serbest uçlar oluşturur. Bu serbest uçlar kaplamanın delaminasyonuna neden olacak şekilde film içinde yeni kayma ve soyulma gerilim bileşenlerinin oluşumuna hız verecektir. Buna ek olarak cam gibi gevrek altlıklar üzerindeki kaplamalardaki güçlü gerilmeler, film iç merkezli başlayıp altlık içine ilerlemekte ve bu durum kaplama sisteminin bozulmasına neden olmaktadır. Çatlağa bağlı olarak serbest bırakılan gerilme ve deformasyon oranının değerlendirilmesi, kaplamadaki çatlak başlangıcı ve çatlak aralığının, film kalınlığı ve elastisite modülünün bir fonksiyonu olduğunu göstermiştir. Çatlak, optik kaplamaların kalitesini ciddi olarak bozmasına rağmen, ince film malzemelerdeki çatlağın gerilimini ölçecek basit ve eksiksiz teknikler hala mevcut

değildir. Mevcut teknikleri çoğaltmak ve geliştirmek cam üzerine yapılan oksit kaplamaların gelecekteki araştırmaları için kaçınılmazdır [1].

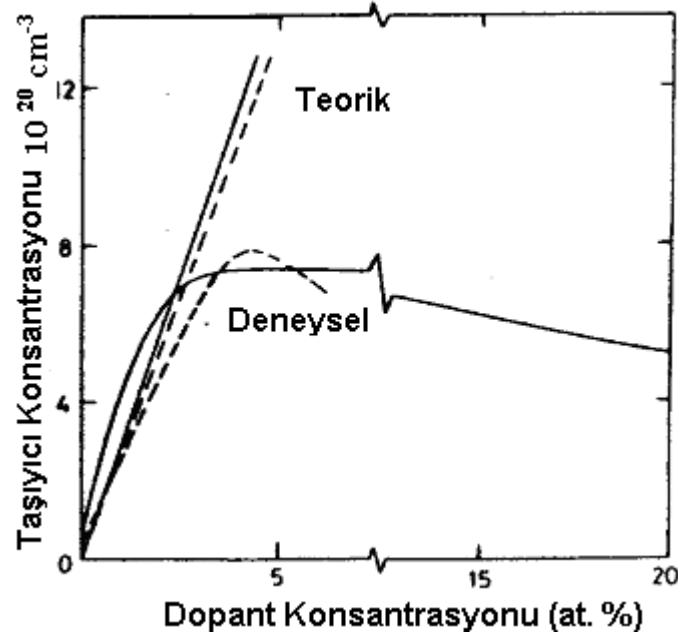
2.3. GEÇİRGEN İLETKEN İNCE FİMLER

Görünür bölgedeki optik geçirgenliğin (% 80' den fazla) ve yüksek elektriksel iletkenliğin ($10^3 \text{ ohm}^{-1}\text{cm}^{-1}$ 'den fazla) bir arada bulunması stokiyometrik malzemeler için mümkün değildir. İyi optik geçirgenlik elde etmenin tek yolu, geniş bant boşluğuna sahip oksitte elektron hareketi sağlamak amacıyla yapıya kontrollü olarak stokiyometrik olmayan uygun dopantlar katmaktır. Bu şartlar ince film formundaki kadmiyum, kalay, çinko ve diğer alaşımlarda kolaylıkla elde edilmektedir. Başta antimon dop edilmiş kalay oksit (ATO) veya florin dop edilmiş kalay oksit (FTO) ve kalay dop edilmiş indiyum (ITO) olmak üzere bir takım yararlı geçirgenin iletken oksidin biriktirimi için birçok yöntem geliştirilmiştir. Geçirgen iletken malzemeler üzerine kurulu elektronik, opto-elektronik ve mekanik uygulamalar ortaya çıkmıştır. Bu ince filmlerin uygulamaları olarak; dirençler, uçaklar için geçirgen ısı elementleri, enstrüman pencereler için anti-statik kaplamalar, cam pencereler için ısı yansıtan aynalar, yansıtmasız kaplamalar, güneş ısı toplayıcılarda seçici absorbe edici bileşenler, gaz sensörleri, sıvı kristaller için elektrotlar, elektrokromik ve ferroelektrik fotoiletken depolayıcı ve gösteri aletleri, güneş pilleri, yarıiletkenler/yalıtkanlar/yarıiletken malzemeler, koruyucu ve cam kaplar için aşınma dirençli kaplamaları sayılabilir.

Bu filmlerin elektronik ve optik taşıma proseslerine ışık tutacak elektro-optik özelliklerin ortak yanları aşağıda özetlenmiştir.

- a) Görünür bölgedeki elektriksel iletkenlik, optik geçirgenlik ve IR yansımaları birbirleri arasında ilişkilidir. Başta biriktirme süresince ve sonrasında, altlık sıcaklıkları ve oksidasyon prosesleri olmak üzere, büyük ölçüde biriktirme özelliklerine bağlıdır.
- b) Elektron taşıma özellikleri ve optik sabitlerin her ikisi de çok ince filmlerde kalınlığa bağlıdır. Bu değişkenlik, oksijence zengin yüzey tabakasının varlığı , artan tane boyutundan kaynaklanan artan mobilite, kristal yapıdaki tercihli yönelme ve (yüksek oranda anizotropik malzemeler olması durumunda) refraktif indeksteki değişim nedeniyledir.

- c) Bütün iletken oksitler yaklaşık $10^{18} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ derecesindeki yüksek taşıyıcı konsantrasyonuna ve yaklaşık $1-50 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ mertebesindeki düşük mobiliteye sahip olup n-tipi iletkenliğe sahiptirler.
- d) Doplamanın etkinliği dopant ve matris oksite bağlıdır. Şekil 2.2'de taşıyıcı konsantrasyonunun dopant konsantrasyonu ile değişimi teorik ve deneysel olarak verilmiştir.



Şekil 2.2: Teorik olarak hesaplanmış ve deneysel olarak gözlenmiş taşıyıcı konsantrasyonunun dopant konsantrasyonu ile değişimi (Sn:—, Sb:- -) [4]

Düşük dopant konsantrasyonlarında, $\text{In}_2\text{O}_3:\text{Sn}$ filmlerde gözlenen taşıyıcı konsantrasyonu, dopantın tek başına yaptığı katkıdan daha fazladır. Bu, doplanmış In_2O_3 filmlerde, stokiyometrik düzensizliğin aynı zamanda taşıyıcı konsantrasyonuna katkıda bulunduğuna işaret eder. Fakat aktif olmayan dopantın tam rolü bilinmemekte ve daha fazla incelenmesi gerekmektedir.

- e) Stokiyometrik olmayan oksit filmlerdeki elektron taşınım parametreleri farklı dopantlar tarafından büyük ölçüde etkilenmektedirler. Sprey edilmiş TO filmlerde dopant etkisi üzerinde yapılan çalışmalarda antimon ve flor sığ donarlık sağlamasına rağmen, ATO ve antimon + florin dop edilmiş TO filmlerde, dopant konsantrasyonuna göre mobilité değişiminde yüksek bir farklılık görülmektedir. Bu durum, antimon ve florinin TO filmlerin elektrik ve optik özelliklerine etki ettiğini açıkça göstermektedir [4].

2.3.1 İLETİM MEKANİZMASI

Stokiyometrik geçirgen yığın oksitler, geniş bant boşluklarına sahip yalıtkanlardır. SnO_2 ve In_2O_3 üzerinde yapılan enerji bandı araştırmaları, genelde parabolik olmayan birden fazla iletim ve valans bandına sahip olduklarını göstermiştir [4].

Taşıyıcı Konsantrasyonu: Bu filmlerdeki mobilite, yığın malzemedekinden çok daha düşük olduğu için, saf oksit filmlerin yüksek iletkenlikleri yüksek taşıyıcı konsantrasyonlarından ileri gelmektedir. Yüksek elektron konsantrasyonu, stokiyometriden (veya hata yapısından) kaynaklanan sapmaya ve kontrollü valans yarıiletkenliğine neden olan doplama etkisine bağlıdır. Stokiyometrik sapma, anyon boşlukları veya yapıdaki fazla katyonlardan kaynaklanabilir.

Oksit filmde daha yüksek valans elektronuna sahip katyonun yerini bir empüritenin almasıyla n-tipi iletkenlik artarken, daha küçük valans elektronlu katyonunki n-tipi yarıiletkende bir tuzak gibi davranan bir hol oluşturmaktadır. Benzer bir etki, eğer anyon yeri daha yüksek veya daha düşük valans elektronuna sahip empürite ile dop edilirse görülebilmektedir. Doplama etkisi kontrollü valans mekanizmasına neden olmaktadır.

Kalay dop edilmiş In_2O_3 ' de yer alan kalay ve oksijen boşlukları yüksek iletkenliğe katkıda bulunmakta ve malzeme $\text{In}_{2-x}\text{Sn}_x\text{O}_{3-2x}$ şeklinde gösterilmektedir. Dopantın iyon çapı ev sahibi iyonunki ile aynı veya daha küçük ise etkili doplama etkisi gözlenmekte ve dopant oksit ev sahibi oksit ile bileşik veya katı çözelti oluşturmamaktadır [4].

Mobilite: Gözlenen düşük mobilite ve bunun N' ye ve sıcaklığa olan bağımlılığı iyonize olmuş empürite veya tane sınırı saçılması gibi saçılma mekanizmaları ile ilişkili olarak açıklanabilmektedir. Antimon ve flor konsantrasyonu ile μ' deki ilk artış tane boyutundaki artıştan kaynaklanan tane sınırı potansiyeli düşüşünden dolayıdır.

2.3.2. OPTİK ÖZELLİKLER

Kalay dop edilmiş indiyum oksitlerin solar spektrumun görünür ve yakın IR bölgedeki yüksek optik geçirgenlikleri, geniş bant boşluk yarı iletkeni ($E_g \geq 3.0$ eV) olmaları nedeniyledir. Bu filmlerin temel absorpsiyon kenarları genellikle UV' dedir ve artan taşıyıcı konsantrasyonu ile daha kısa dalga boyuna kayar. Bu durum, kayma iletim bandının tabanı yakınındaki yerlerin dolmasından kaynaklanmaktadır.

Görünür ve yakın IR bölgede, bu filmler geçirgendir. Bu bölgede geçirgenlik birkaç faktörle sınırlı olmaktadır.

- 1) Parlak ve saçılmış bileşenlerin (geriye doğru saçma yaklaşık % 1 - % 2) her ikisini de kapsayan yansıtma bölgesi yüzey pürüzlülüğünden kaynaklanmakta ve artan kalınlık ile artmaktadır.
- 2) Filmdeki absorpsiyon (yaklaşık % 1 – 2) başlıca serbest taşıyıcılar nedeniyledir.
- 3) Film kalınlığına bağlı olan geçirgenlikteki değişim, girişim olayı ile açıklanabilmekte ve bu da ortalama görünür geçirgenliğin tarif edilmesini gerektirmektedir. Gelen enerjinin geçirilen kısmı parlak ve saçılmış bileşenlere sahiptirler. Bu iletim saçılması, hapsolmuş gazlar, segregasyona uğramış empürite atomları veya diğer oksit fazları tarafından üretilmiş reaksiyona girmemiş veya kısmen reaksiyon vermiş kimyasalların homojen olmamalarından kaynaklanmaktadır.
- 4) Yakın IR bölgede, serbest taşıyıcı absorpsiyonu önem kazanmaktadır [4].

2.4. KALAY DOP EDİLMİŞ İNDİYUM OKSİT (Indium Tin Oxide, ITO)

İndiyum kalay oksit (ITO) geniş bant aralığına sahip (3,5 eV), n-tipi bir yarıiletken oksittir. Düşük dirence (10^{-4} ohm cm) ve görünür bölgede yüksek optik geçirgenliğe (80%) sahiptir. Bu nedenle ITO ince filmler; güneş pilleri, elektro-lüminesans ve sıvı kristal ekranları gibi opto-elektronik cihaz alanlarında geniş çaplı olarak kullanılmaktadırlar. Uygun ölçüde yüksek iletkenliğe ve geçirgenliğe sahip film elde etmek için ITO filmler buharlaştırma, dc/rf sızdırma, iyon kaplama, CVD, spre, piroliz gibi yöntemlerle biriktirilmektedirler [5, 6].

Kalay dop edilmiş indiyum oksit (ITO) filmler, geçirgen iletken kaplama yapımında kullanılmaktadır. İnce film tabakaları, elektron ışın buharlaşması veya sızdırma ile biriktirilebilmektedirler [4].

Dop Edilmemiş Oksit filmler polikristalin yapıda olup, yığın malzemede genellikle kübik biksabayt yapıdadırlar ve latis parametrelerinde küçük değişiklik görülmektedir ($a = 10,118 \text{ \AA}$). Reaktif sızdırma ile üretilen filmlerde $100 \text{ \AA}$ lık bir tipik tane boyutu elde edilmiştir. Literatürde, değişik teknikler ile elde edilmiş filmlerde $\langle 100 \rangle$ veya $\langle 111 \rangle$ tercihli yönelmeler olduğu bilinmektedir [4].

Değişik tekniklerle elde edilmiş IO filmlerde $\mu = 10\text{-}75 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$, $N \approx 10^{19}\text{-}10^{20} \text{ cm}^{-3}$ ve $\rho \geq 10^{-3} \Omega\text{cm}$ arasında değişen değerlerdedir [4].

Birkaç araştırmacı, IO filmlerin, 3,55 ve 3,75 eV arasında direkt optik bant genişliğine sahip olduğunu ve bunun artan taşıyıcı konsantrasyonu ile daha da arttığını göstermişlerdir. Görünür ve yakın IR bölgede geçirgenlik % 75 - % 90 arasındadır. Görünür bölgede refraktif indeks ise 1,9 ila 2,08 arasında değişmektedir [4].

2.4.1 KALAY DOP EDİLMİŞ İNDİYUM OKSİT (ITO) FİMLERİN ÖZELLİKLERİ

Kalay dop edilmiş indiyum oksit (ITO) filmler, indiyum oksidin (IO) yığın haldeki yapısını korumaktadır; fakat biriktirme şartlarına bağlı olarak latis sabitinde hafif bir artış olmaktadır. Tane boyutu tipik olarak 400 ila 600 Å arasında değişmektedir. Bu filmler aynı zamanda, biriktirme şartlarına bağlı olarak güçlü <100> veya <111> yönelmesi göstermekte; ancak elektriksel ve optik özellikleri bu yönelmeden etkilenmemektedir.

Bu filmlerin dirençleri artan kalay konsantrasyonu ile azalmakta, fakat daha yüksek konsantrasyonlarda artmaya başlamaktadır. Bu filmlerde $N \approx 10^{21} \text{ cm}^{-3}$, $\mu=15\text{-}40 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ ve $\rho = 7 \times 10^{-5} - 5 \times 10^{-4} \Omega\text{cm}$ arasında değişmektedir. Bazı araştırmacılar tarafından değişik ortamlarda ısıtılma işlemi yapılmış ITO filmler üzerindeki etkisi incelenmiştir. Spreylenme ile elde edilen ITO filmler üzerinde yapılan araştırmalarda, oksijen boşluklarının iletkenliğe katkısını ispat etmek amacıyla, yüksek ölçüde dop edilmiş ITO filmlerde bile, 400°C' de havada veya argon atmosferinde uygulanan tavlama sonucunda iletkenliğin arttığı gözlenmiştir.

ITO filmlerin direkt optik bant genişlikleri genellikle 3,75 eV' den büyüktür. Görünür bölgede ve yakın IR bölgede optik geçirgenlik oldukça yüksektir ve yansıma foton kaybının başlıca nedenidir. Görünür bölgede absorpsiyon tipik olarak % 2' dir. Değişik araştırmacıların buldukları gibi görünür bölgede refraktif indeks 1,8 ve 2,1 olmak üzere aynı zamanda belirgin bir saçılma göstermektedir. n aynı zamanda özellikle altlık sıcaklığı başta olmak üzere, biriktirme şartlarına bağlıdır. Yüksek taşıyıcı konsantrasyonlarından dolayı bu filmler 1,2 – 1,8 seviyesinde plazma kenarına ve yüksek mobilitelerinden kaynaklanan ve hızla artan IR yansıma faktörüne sahiptirler. IR yansıma faktörü yüksek olup (5 µm kalınlıkta, yaklaşık % 90' dır) ve dolayısıyla 0,1 (80°C' de) seviyesinde olmak üzere düşük termal emisyonuna sahiptirler.

ITO filmlerin optik ve elektronik özellikleri yüksek oranda biriktirme parametrelerine ve buharlaştırmada kullanılan malzemenin başlangıç kompozisyonuna bağlıdır. Biriktirilmiş film tabakaların iletkenliği sağlaması açısından yüksek yük taşıyıcı yoğunluğuna sahip olması gerekmektedir. Bu taşıyıcılar, serbest elektronlar ve oksijen boşluklarıdır ve bunların oranındaki artış absorpsiyona neden olmaktadır. Yüzey direnci 10 ohm /□ ve görünür bölgedeki geçirgenlik %80'in üzerinde olabilir. %90'a yakın bir geçirgenlik elde etmek istenirse yüzey direnci 100 ohm /□'nin üzerinde olmalıdır. ITO filmler, 1 µm'nin üzerinde plazma dalgaboyunun varlığı nedeniyle uzun dalga boylarında metal gibi davranmaktadırlar. Daha uzun dalgaboylarında film, yansıtıcı hale gelmektedir. IR' deki yansıtma faktörü filmin yüzey direnci ile ilişkilidir. IR' de %80'in üzerinde bir yansıtma elde edebilmek için yüzey direnci 30 ohm /□' nin üzerinde olmalıdır.

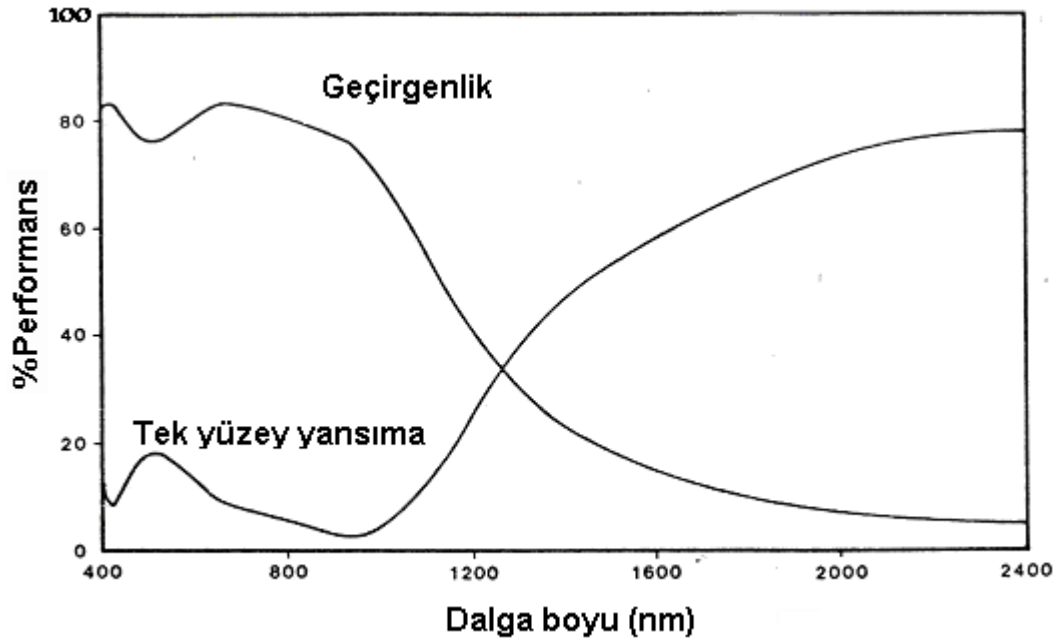
Görünür bölgede optik geçirgenliğe sahip olan bir film için refraktif indeks 1,95 civarındadır ve biriktirme parametrelerine büyük oranda bağlı değildir. İndeks iletim açısından genellikle ikinci derecede öneme sahiptir [4]

Biriktirme Parametreleri: Film özelliklerinin optimizasyonu açısından biriktirme parametreleri birbirlerine bağımlıdır. Biriktirme parametreleri,

- oksijen kısmi basıncı,
- altlık sıcaklığı,
- biriktirme hızı ve
- malzeme kompozisyonudur.

Bazı proseslerde, metal bileşiklerin oksitlenmesi ve iletkenliğin artması için biriktirim sonrası 300-500 °C arasında ısıtma işlemi yapılmaktadır. Sıçratma prosesinde yüksek altlık sıcaklığı yerine yüksek enerjili plazma kullanılmaktadır.

İletken ITO ince filmlerin geçirgen ve yansıtma özellikleri Şekil 2.3'de görülmektedir. Özellikle doplama seviyesi, malzemenin geçirgenlikten yansımaya geçtiği dalgaboyu bölgesindeki eğim üzerinde büyük etkiye sahiptir [4].



Şekil 2.3: Görünür ve yakın IR spektral bölgede cam altlık üzerindeki bir ITO filmin ölçülen yansıtma ve geçirgenliği. (Filmin fiziksel kalınlığı yaklaşık 325 nm) [1]

ITO, cam ile karşılaştırıldığında yüksek refraktif indeksine sahiptir. Sonuç olarak ITO kaplanmış alan ile kaplaması giderilmiş alan birbiri ile karşılaştırıldığında kaplanmış bölgenin oldukça yansıtıcı olduğu görülmüştür [4].

2.4.2. KALAY DOP EDİLMİŞ İNDİUM OKSİT (ITO) FİMLERİN KULLANIM ALANLARI

1968 yılında, indiyum kalay oksit ve alaşımları üzerinde yayınlanmış olan bir araştırmadan beri ITO filmler, teorik çalışmalar ve geniş teknolojik uygulamalar açısından büyük ilgi çekmektedirler. Yüksek iletkenlik ve optik geçirgenlikleri nedeniyle, ITO filmler, güneş pilleri, foto-diyotlar, imaj sensörleri, sıvı kristal ekranlar gibi opto-elektronik cihazlarda kendilerine değişik uygulamalar bulmaktadır. Yakın geçmişte, kimyasal buhar biriktirimi (CVD), elektron ışın buharlaştırması (EBV), reaktif termal buharlaştırma, sprey piroliz, doğru akım (DC) ve radyo frekansı (RF) magnetron sıçratma gibi değişik biriktirme teknikleri kullanılarak ITO filmler üretilmiştir. En yüksek optik geçirgenliğe ve en düşük elektrik direncine sahip ITO filmler magnetron sıçratma tekniği ile üretilmektedir [7]. Daha hızlı biriktirme şartları, alaşım hedef malzemesinin daha kolay üretimi ve film kalınlığının hassas olarak ayarlanabilmesi gibi özelliklerinden dolayı In-Sn alaşım hedefli sıçratma tekniği ile üretimi yaygınlaşmıştır [8].

Günümüzde, ITO filmlerin yeni bir uygulaması STM kullanımı için optik fiber uçlarının kaplanmasıdır [7]. İndiyum kalay oksitler yüksek geçirgenliğe ve iletkenliğe

sahip oldukları için sıvı kristal ekranların piksel elektrotlarında kullanılmaktadır [9]. Bu filmlerin uygulamada etkili olan tüm özellikleri ince mikroskobik yapılarından ileri gelmektedir [10]. LCD' lerin ekran karakteristiklerinin geliştirilmesi açısından ITO filmlerin dirençlerinin azaltılması önemlidir. ITO filmler genellikle sinterlenmiş In_2O_3 ve SnO_2 hedefin sıçratılması ile üretilmektedirler. Hedef kompozisyonu ağırlıkça % 90 In_2O_3 ve % 10 SnO_2 kompozisyon olduğunda düşük dirençli bir ITO film elde etmek mümkündür [9]. Düz panel ekran uygulamalarında İndiyum-Kalay-Oksit (ITO) geniş olarak geçirgen-iletken film olarak kullanılmaktadır. Yüksek kalite filmlerde 400-700 nm kalınlıkta yüksek optik geçirgenlik ve mümkün olduğu kadar az yüzey direnci aranmaktadır. Magnetron sıçratma tekniği ile 200°C' altlık sıcaklığında, 150 $\mu\text{m}\Omega$ ' den daha az spesifik direnç elde edilebilmektedir. Bu teknoloji ile düz panel ekran uygulamaları için 10 A / $\square$ yüzey direncine ve % 97 üzerinde geçirgenliğe sahip ITO filmler elde edilebilir. Oksit-metal-oksit çok tabakalı yapılar enerji tutan camlar için ısı aynaları olarak kullanılmaktadırlar [11].

Günümüz renkli monitör tüplerinde yansıtıcı ve statik olmayan kaplamalar kullanılmaktadır. Bu ihtiyacı karşılamak için birkaç tabakalı yapılar geliştirilmiştir. En basit olanı, üzerinde pürüzlü, ışığı saçan SiO_2 tabakasına sahip ince ve yansıtıcı olmayan tabakalardır. Fakat, bu şekildeki göz kamaştırmayan ve statik olmayan bir kaplama, sadece gelen ışığı saçmakta ve yansıtma da büyük oranda bir düşüş olmamaktadır. Daha yüksek bir performans elde etmek için ara filtre olarak davranan çok tabakalı yapılar üretilmekte ve üç tabakalı bir yapıda yansıtma %4 ' ten %1 ' e kadar indirilebilmektedir. ITO, TiO_2 ve SiO_2 üçlü tabaka yapısına sahip kaplamalar bu geniş bantlı yansıtıcı ve statik olmayan filtreler için örnek olarak gösterilebilir. Bu şekilde düşük yansıtma ve direnç ile görünür bölgede düşük absorpsiyon sağlamaktadır [12].

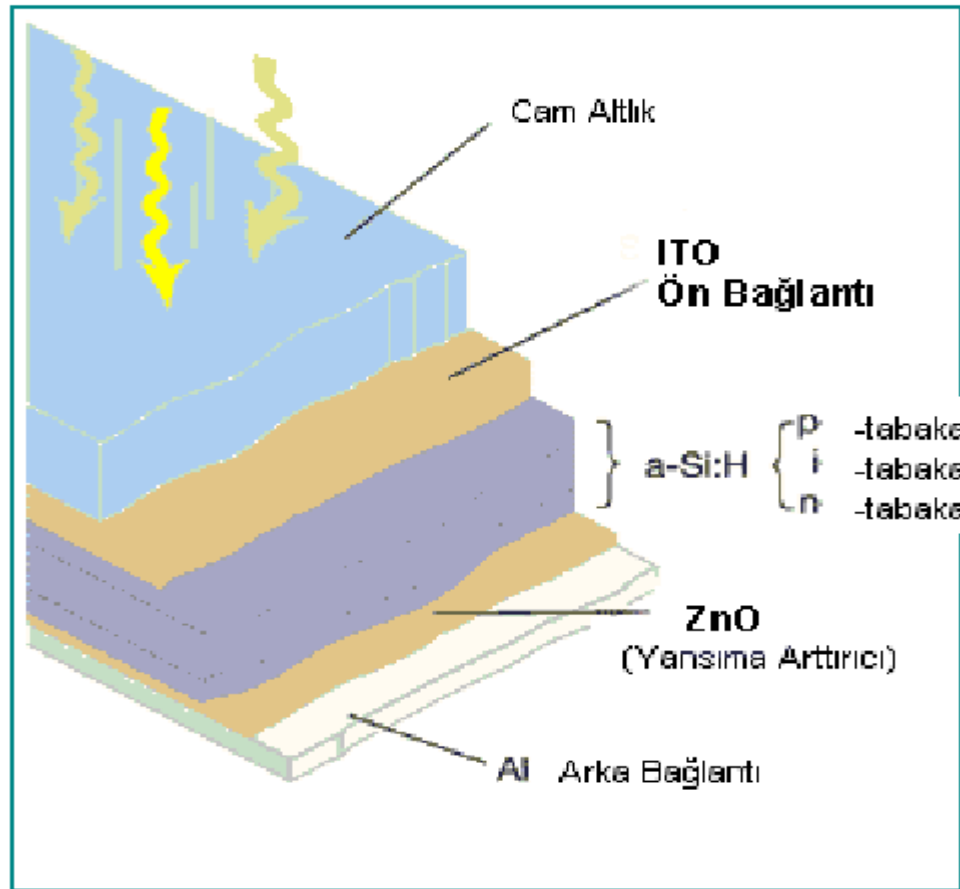
İletken elektrotların iletkenliklerini daha da artırmanın bir diğer yolu ITO tabakaları arasına gömülmüş, 10 nm kalınlığında ince metal tabaka içeren ITO-metal-ITO (IMI) çok tabakalı sistemini kullanmaktır. Bu tür çok tabakalı yapıların, görünür bölgedeki geçirgenlikleri ITO filmlerinki ile karşılaştırılabilir seviyede olabilir, ama yüzey dirençleri ITO değerinin dörtte biri seviyesindedir [13].

20 ila 50 nm kalınlığında geçirgen ve iletken indiyum oksit ince filmler geçirgen elektrot ve dokunmatik kaplamalar için yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Geleneksel geçirgen dokunmatik elektrikli panellerde yüksek geçirgenliğe ve düşük dirence sahip ITO filmler kullanılmaktadır [14].

Geçirgen iletken filmler düz panel ekranlar ve güneş pillerindeki geçirgen iletkenlerden mimari cam endüstrisinde ve plazma ekran paneller (PDP) için düşük emisivite kaplamalara kadar birçok değişik uygulamada kullanılmaktadırlar [15].

Güneş Pilleri: Dar bant boşluklu yarı iletkenlerle birleştirilmiş, geniş bant boşluklu yarıiletkenlerden oluşan, heteroeklem güneş pilleri, son yıllarda büyük önem kazanmıştır. Bu cihazların performansı büyük ölçüde ince yüzeyler arası yalıtkan tabakaların varlığı ile kontrol edilmektedir. Bu yüzeyler arası tabakalara sahip heteroeklemler SIS güneş pillerini oluştururlar. SIS eklemler, fotovoltaik uygulamalar için onları geleneksel silisyum eş-eklemlere karşı çekici bir alternatif yapan bir çok özellik içermektedirler. Şekil 2.4'te ince film a-Si:H güneş pilinin şematik görünüşü yer almaktadır.

Güneş pilleri yansıtıcı olmayan kaplamalar: ITO ve TO bunları silisyum güneş pilleri yansıtıcı olmayan kaplama olarak kullanmada yararlı kılan 1,8 – 2,0 aralığında refraktif indekse sahiptirler [4].



Şekil 2.4: İnce film a-Si:H güneş pilinin şematik görünüşü [16]

2.5. SIÇRATMA (SPUTTERING)

Sıçratma, ince film biriktirme işleminde kullanılan en yaygın metotlardan birisidir. Sıçratmanın yaygın olarak kullanılması, içerdiği fiziksel proseslerin sadeliği, tekniğin kullanılmasındaki kolaylık, parametrelerin değişimindeki esneklik gibi birçok özelliğinden dolayıdır. Bu teknik, yarıiletken, fotovoltak, kayıt ve otomotiv endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Ayrıca bu biriktirme yöntemi sensör, dekoratif cam, optik cam gibi özel üretimlerde de uygulama alanı bulmaktadır [17].

Sıçratma, enerji yüklü partiküllerin yüzey bombardımanı sonucunda momentum transferi ile sıvı veya katı yüzeyinden malzemenin sökülerek fırlatılması prosesidir. Bu proseste vakum ortamında biriktirme yapılmaktadır. Hedef olarak isimlendirilen kaplama malzemesi kaynağı altlık ile birlikte bir vakuma yerleştirilir ve oda (chamber) boşaltılarak basınç, $5 \cdot 10^{-4}$ ila $5 \cdot 10^{-7}$ Torr arasında bir değere getirilir. Bombardıman ağır bir inert gaz ile yapılmaktadır. Argon, bu yöntemde tercih edilmekte olan en yaygın inert gazdır. Sıçratılmış malzeme en çok atomik formda dışarı fırlatılır. Sıçratılmış atomların akımı ile kesişmesi amacıyla altlıklar, hedefin önüne yerleştirilmektedir [18].

İyon bombardımanı oluşturma en yaygın yolu, boşaltılmış odayı inert gaz kullanarak, basıncı 1–100 mtorr arasında bir değere getirmek ve hedefe yakın bölgede kullanılan gazın iyonizasyonunu sağlamak amacıyla bir elektrik deşarjı oluşturmaktır. (Bu düşük basınçlı elektrik deşarjı *ışıltili deşarj* (glow discharge) olarak isimlendirilmektedir.) Yüzeyinin plazmadan gelen pozitif bombardıman edilmesi için hedef, negatif olarak yüklenmektedir. Plazma oluşumu ve hedefin iyon bombardımanını sağlamanın en yaygın yolu, hedefi elektrot deşarjının katodu veya negatif elektrotu yapmaktır. Hedef ile anot arasında uygulanan potansiyeller genellikle 500–5000 V arasında değişmektedir. Bu şekilde tasarlanan bir sıçratma aparatı diyot olarak isimlendirilmektedir.

Kaplama malzemesi, buhar fazına kimyasal veya termal prosesten ziyade mekanik olarak yani momentum transferi ile geçmektedir ve bu nedenle hemen her malzeme kaplama malzemesi olarak kullanılabilir. DC magnetron sistemi genellikle metallerin sıçratma işlemi için kullanılmaktadır.

Bombardıman iyon enerjileri tipik olarak 100–1000 eV arasındadır. Bir katı yüzeyindeki atomlar tipik olarak 2–10 eV enerji ile bağlıdır. Sıçratılmış atomların ortalama enerjileri 5 eV' tur. Argon için iyonizasyon enerjisi 15,76 eV' dir. Sıçratma

prosesi diğer proseslerle karşılaştırıldığında nispeten daha yüksek enerji gerektiren bir prosestir [18].

Sıçratma aparatları, uygulamaya bağlı olarak sınırsız farklı konfigürasyonda olabilmektedirler. En basiti 5–10 cm aralıkla karşılıklı yerleştirilen tipik olarak 10–30 cm çapındaki iki elektrottan ibarettir. Bu elektrotlardan bir tanesi hedef malzemedir, diğer elektrot ise altlığın yerleştirildiği tabladır. DC güç kaynağı ile çalışılırken altlığın olduğu elektrot anot yapılır. Son on yıl içerisinde planar diyotlar sıçratma teknolojisinin gelişiminde en önemli rolü oynamış olup en yaygın kullanılan aparat şeklidir.

Planar diyot sisteminde altlıklar plazma ile etkileşim halindedirler. Bu, sıçratma işlemi ile altlık temizleme ve sıçratma işlemlerinin nispeten daha kolay yapılabilmesini sağlamaktadır. Sıçratma teknolojisi üstün nitelikte yapışma elde etme özelliğine sahiptir. Bu ayırt edici özellik büyük olasılıkla büyük oranda altlık plazma bombardımanının sıçratma temizleme etkisi nedeniyle, fakat plazma ve elektron bombardımanından kaynaklanan ısınma, planar diyotların, termal hassasiyete sahip altlıkların kaplanmasında kullanılmasını engellemektedir.

Planar diyot elektrot geometrisinde şiddetli plazma deşarjını devam ettirmek zordur. Bu yüzden 20–75 Torr (3–10 Pa) 'da nispeten yüksek çalışma basınçları gereklidir ve akım yoğunlukları düşüktür ($\approx 1\text{mA/cm}^2$). Yüksek basınç hedeften altlığa kaplama malzemesi transferinin büyük oranda difüzyon ile sağlanmasına neden olmaktadır. Düşük akım yoğunlukları ile birleştirildiğinde bu genellikle biriktirme hızlarının 1000 Å/min olmasını sağlamaktadır. Magnetron olarak isimlendirilen *magnetik plazma hapsi* özelliğine sahip sıçratma prosesinin geliştirilmesi ile sıçratma prosesi daha da geliştirilmiştir.

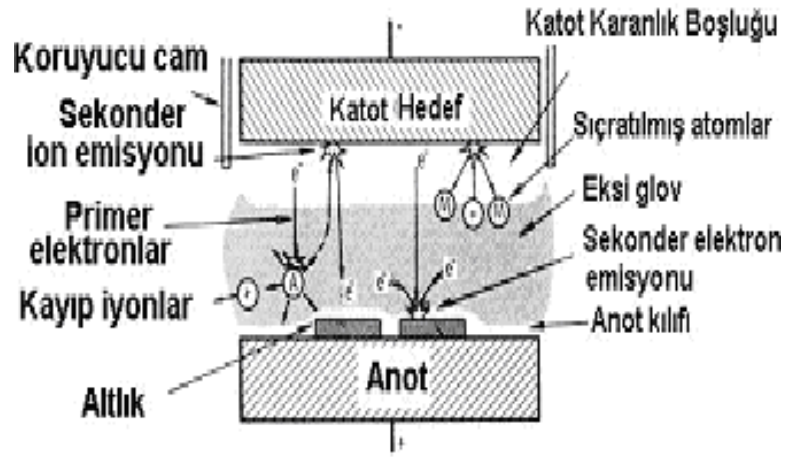
Sıçratma prosesi, her gelen partikülün fırlattığı hedef atomlarının sayısı ile ifade edilen sıçratma randımanı ile sayısal olarak gösterilmektedir. Randıman hedef ve bombardıman malzemesinin cinsine, enerjisine ve geliş açısına bağlıdır. Moleküler bombardıman malzemeleri sanki molekülün atomları ayrı ayrı molekülün hızı kendi sıçratmalarını gerçekleştirmiş gibi davranırlar. Randıman, bombardıman partikülleri hedef atomunun kütlesi, hedef atomlarınınki ile aynı büyüklükte veya daha büyük olduğunda en büyük değerdedir. Bununla ilgili olarak, malzemelerle olan kütle uyumu ve ucuzluğu nedeniyle genellikle argon gazı tercih edilmektedir [18].

Enerji yönünden sıçratma verimsiz bir tekniktir. Enerjinin büyük bir kısmı hedefin ısıtılması için harcanmaktadır. Bu nedenle de sıçratılacak hedefler su ile

soğutulmaktadır. Altlıklar, uygulamaya göre ısıtılabilmekte ya da soğutulabilmektedirler [19].

2.5.1. DOĞRU AKIMLA DİYOT SIÇRATMA

Bu teknik prensipte basit ve aynı zamanda yaygın kullanılan bir tekniktir. Katot (hedef taşıyıcı) çapı uygulamaya göre 25-300 mm arasındadır ve katot-anot arası mesafe 4-10 cm arasındadır. Bu yöntemde dikdörtgen şeklinde hedef malzemeler de kullanılabilir. Elektrik besleyici olarak doğru akım (DC) uygulanabileceği gibi radyo frekansı (RF) da uygulanabilmektedir. Şekil 2.5 'te Doğru akımın kullanıldığı bir uygulama görülmektedir [18].



Şekil 2.5: DC sıçratma yöntemi şematik görünüşü [18]

Katot taşıyıcı genellikle bakırdan olup su dolaşımı ile soğutulmaktadır. Katot taşıyıcı katodu yani hedefi (biriktirilecek malzemeyi) tutmalıdır, çünkü doğru akımla çalışıldığı için bu malzemenin metalik olma zorunluluğu vardır. Hedef terimi, argon iyonlarının bu malzeme üzerine doğru çekilmesinden ve altlık malzeme üzerine biriktirmek istenen malzemenin bu iyonlar tarafından bombardıman edilerek kopartılmasından ileri gelmektedir. Bu hedef gümüş tozu ile kaplanmış iletken bir plaka ile katot taşıyıcıya yapıştırılmış bir durumda olabileceği gibi lehimlenmiş de olabilir. Katota yakın bir ekran katotun etrafındaki ve arkasındaki parazit iyonizasyonları ortadan kaldırmak için kullanılmaktadır. Çünkü bu iyonizasyonlar, başka malzemelerin de sıçratılmasına neden olarak biriktirilen katmanın bozulmasına neden olmaktadır [18].

Vakum yapıldıktan ve argon gazının girişinden sonra doğru akım uygulanmaktadır. Dolayısıyla bir elektrik deşarjı meydana gelmekte ve argon plazması oluşmaktadır. Katoda uygulanan negatif doğru akım sonucunda bu plazmadan çıkan pozitif iyonlar, hedefi bombardıman ederler. Bu zaman zarfında elektronlar anoda (+ potansiyel) doğru hareket etmekte ve plazmanın devamlılığını sağlamaktadırlar. Katotun çevresindeki iyonlar ile elektronlar arasındaki hız farklılığından kaynaklanan ve gain adı verilen karanlık bir alan oluşur. Bu alanın çalışma koşullarına bağlı olarak 1-14 cm arasında değişen bir kalınlığı vardır. Bu kalınlığın cidarları arasında katoda yönelen iyonları hızlandıran önemli bir elektrik alanı oluşmaktadır. Bu iyonlar, hedefi bombardıman ettiklerinden yüzeyden atomları fırlatacak ve ikincil elektronlar oluşturulacaktır. Metalik bir hedefin argon iyonları ile bombardımanı sırasında yaklaşık 10 iyon için bir ikincil elektron oluşmaktadır. Bu elektronlar, karanlık bölgenin elektriksel alanı tarafından hızlandırılacak ve plazmaya girerek argon atomları ile çarpışmaları sonucunda plazmanın devamlılığına katkıda bulunacaklardır. Böyle bir deşarjın gerçekleşebilmesi için plazmanın her birincil elektronunun katottan bir ikincil elektron serbest kalması için yeterli olacak derecede iyon yaratması gerekmektedir [18].

Doğru akımla diyot sıçratma yapan bir cihazda çalışma basınçlarında iyonların karanlık alanı geçerken izledikleri yol boyunca gaz atomlarıyla olan çarpışmalardan doğan düzen bozuklukları söz konusu olmaktadır. Bu çarpışmalar neticesinde yük değişimi olma ihtimali çok yüksektir. Özellikle soy gazın iyonları ile aynı gazın atomları arasında bu olasılık çok yüksek olmaktadır. Yavaş atom yavaş iyon haline gelirken hızlı bir iyon, yavaş bir atomun bir elektronunu kaparak hızlı nötr bir atoma dönüşmektedir. Dolayısıyla katotun karanlık alanını geçerken oluşan potansiyel kaybına eşit miktarda enerjiye sahip olan bir iyon akımı ile bombardıman olmak yerine hedef malzeme gerçekte önemli miktarda partiküller (hızlı iyonlar, hızlı atomlar ve yavaş iyonlar) tarafından bombardıman edilmekte, fakat ortalama enerji uygulanan potansiyelin %10'undan çok olmamaktadır. Bu durum, gerçek sıçratma hızının katoda uygulanan gerilme değerleri temel alınarak yapılan hesaplarla öngörülen hızlardan düşük çıkmasının nedenini ortaya koymaktadır. Altlık üzerindeki biriktirme hızı ve hedeften fırlatılarak buraya ulaşan atomların ortalama enerjileri bu atomlar ile gaz atomlarının çarpışmaları sonucunda azalmaktadır. Doğru akım ile diyot sıçratma yapan bir cihazın çalışma prensibi aşağıdaki faktörlerden etkilenmektedir:

- Çarpışmadan kaynaklanan yavaş biriktirme hızı

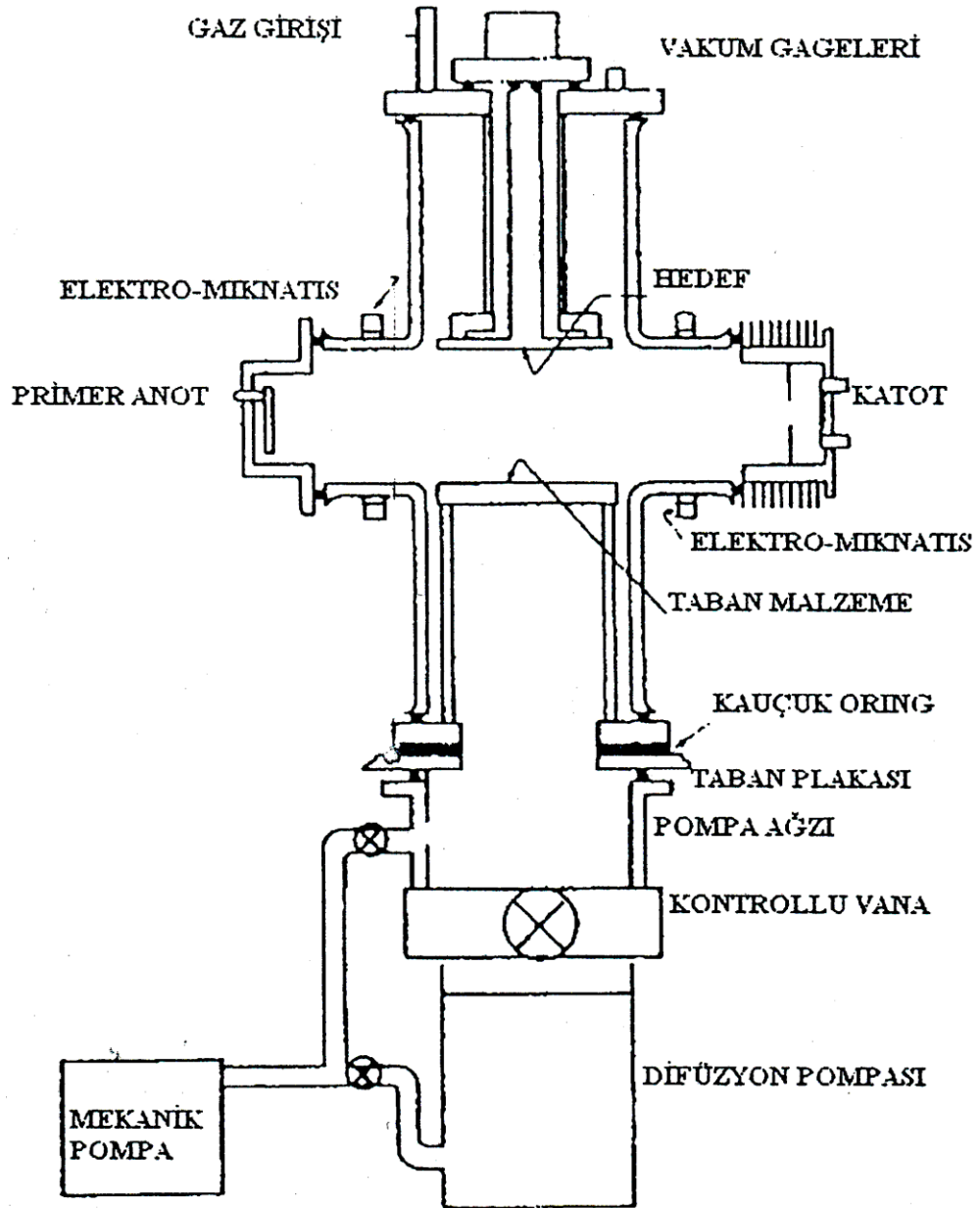
- Enerjili partiküller (elektronlar, atomlar, negatif iyonlar) tarafından bombardıman edilen altlığın ısınması
- Biriktirme yüzeyinin nispeten zayıf olması

Bununla beraber bu teçhizatlar basit olup bütün metaller üzerine biriktirme işlemi yapılmasında kullanılabilir [18].

2.5.2. TRIYOT SIÇRATMA

Elektrik alanın plazmayı oluşturduğu diyot sıçratmanın tersine triyot sıçratma ısıtılmış bir katotun elektronik emisyonunu kullanmaktadır. Katot parazit sıçratmaları engellemek amacıyla bir ekran tarafından korunan tungsten şeridinden oluşturulmaktadır. Katotun karşısına yerleştirilen bir birincil anot plazmanın oluşmasını sağlayan gazın iyonizasyon potansiyeline yakın bir potansiyele sahiptir. Bu şartlar altında daha düşük basınç değerlerinde dahi (10^{-3} Torr gibi) homojen bir plazma elde etmek mümkün olmaktadır. Eğer anot negatif bir potansiyele kaydırılırsa anot tarafından taşınan altlık plazmanın iyonları tarafından bombardıman edilmektedir. Bu teknik, plazmanın oluşmasında kullanılan gazın cinsine göre oluşturulan ince tabakalara değişik özellikler kazandırabilmektedir [18].

Şekil 2.6'da Triyot sıçratmanın şematik görünümü verilmiştir. Triyot sıçratmada temel sorun reaktif gazlar ile çalışmanın neden olduğu zorluktur. Çünkü reaktif gazlar kullanıldığında flamanın kullanım ömrü çok çabuk tükenmektedir, bu da ekonomik açıdan bakıldığında maliyetlerin artması demektir. Bu teknik kullanılarak basit bir teknoloji ile, düşük basınçlarda, hızlı (birkaç bin Å/dak' ya kadar) ve kaliteli bir biriktirme yapılabilir [20].

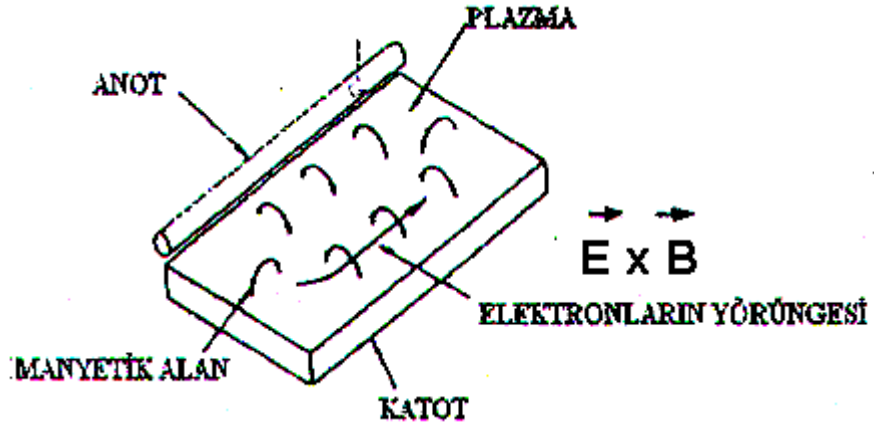


Şekil 2.6: Triyot sıçratmanın şematik görünümü [18]

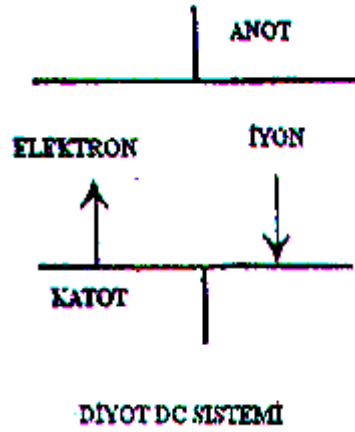
2.5.3. MAGNETRON KATOTLAR İLE DC SIÇRATMA

Magnetron katodu manyetik alanın bir elektron tuzağı oluşturarak ExB elektronik akımlarının birbirlerinin üzerine kapandığı diyot tipteki katotlar olarak tanımlamak mümkündür. Elektronların hareket doğrultusu aynı zamanda hem elektrik hem de manyetik alana diktir. Dolayısıyla bu yöntemde elektronlar doğru akımla çalışan diyot tekniğine göre daha büyük enerji elde etmekte ve çok daha fazla yol alabilmektedirler. İyonlaştırıcı çarpışmalar çok daha fazla sayıda olmakta ve bununla beraber hedef üzerindeki iyonik akım yoğunluğu da çok daha yüksek değerlere

çıkılmaktadır [2, 18]. Şekil 2.7’da Magnetron katotla sıçratma tekniği prensibi yer almaktadır.



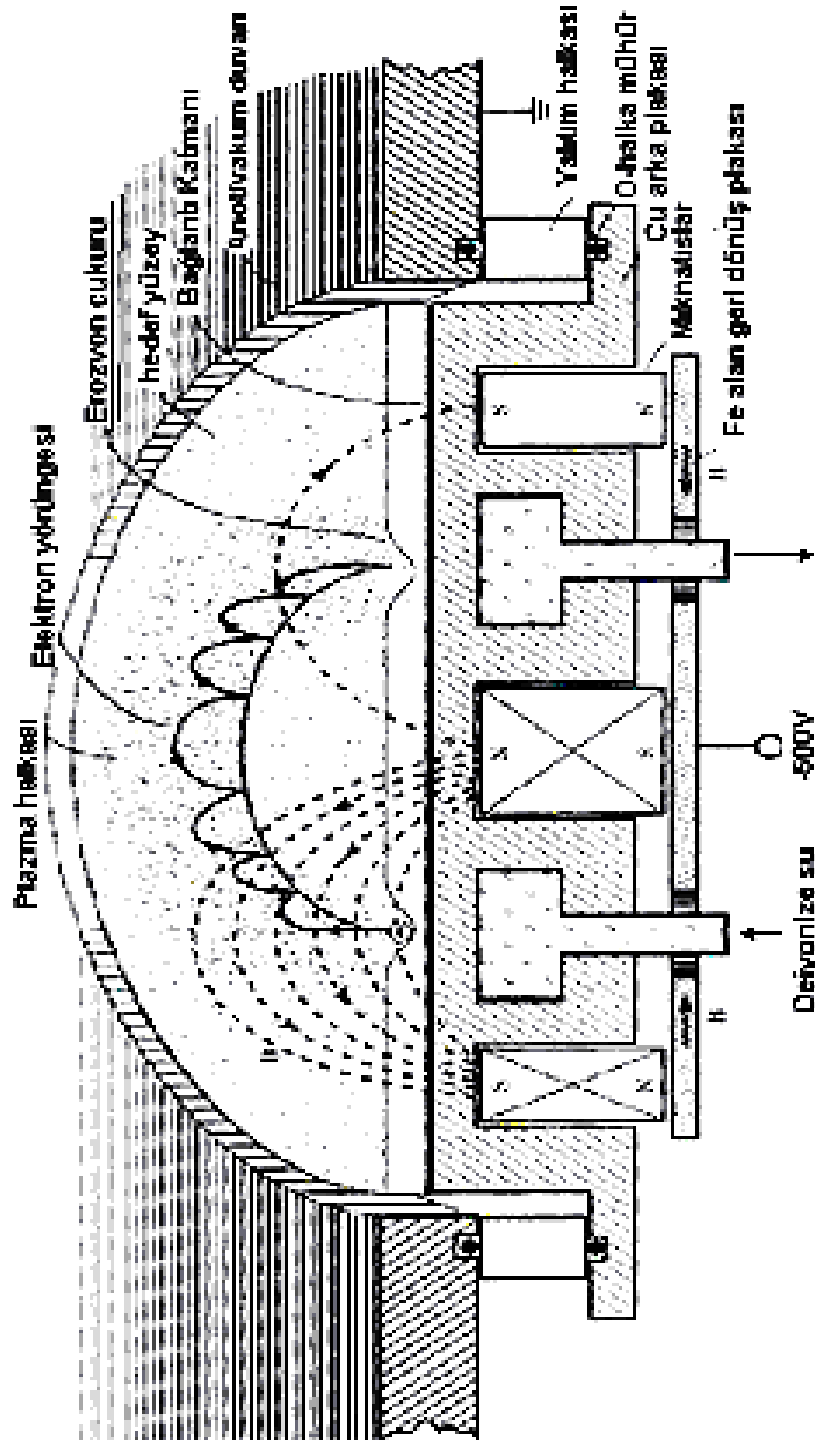
(a)



(b)

Şekil 2.7. a) Magnetron katotla sıçratma tekniği prensibinin 3 boyutta gösterimi
b) Magnetron katotla sıçratma prensibinin 2 boyutta gösterimi [20].

Bu şekilde oluşturulan yoğun plazmalar, düşük basınç altında yüksek sıçratma hızlarının elde edilmesini sağlamaktadır. Şekil 2.8’de planar magnetron yapısı ve mekanizması gösterilmektedir. Burada elektron yörünge çapı anlaşılması açısından gerçek boyutundan çok daha büyük gösterilmiştir [21]. Magnetron sıçratma kaynakları; magnetron olarak adlandırılan sıçratma kaynakları sınıfı hedef yüzeye paralel yaklaşık 50-500 gaussluk magnetik alana sahiptirler [20].

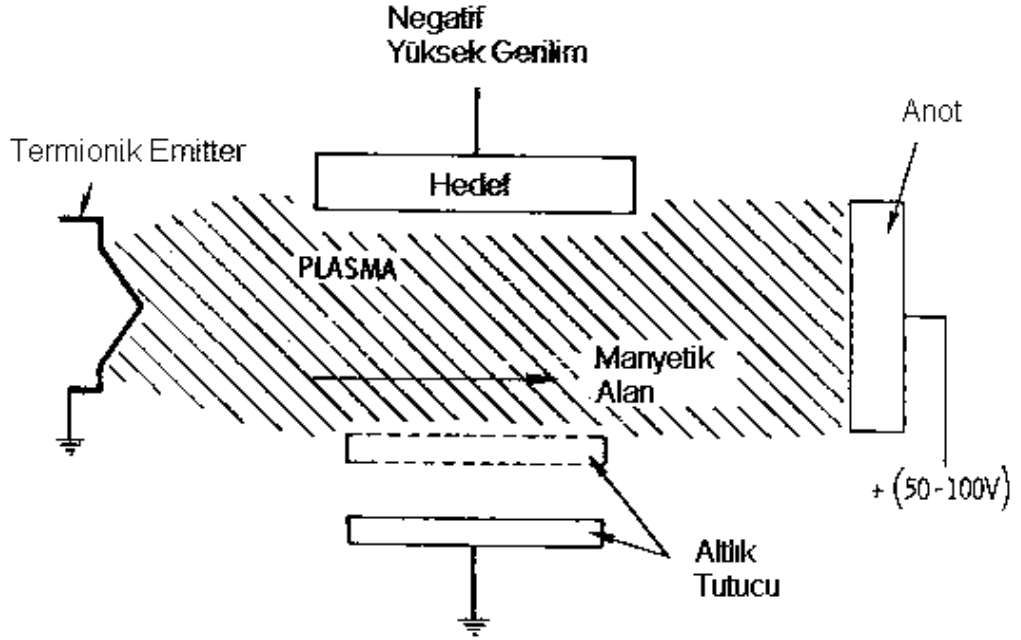


Şekil 2.8: Planar magnetron yapısı ve mekanizması [11].

2.5.4. RADYO FREKANSI KULLANILARAK SIÇRATMA

Katodu (hedef malzemeyi) polarize etmek için doğru akımların kullanıldığı metotlar, sadece iletken malzemeleri biriktirmek amacıyla kullanılabilirler. Çünkü bu

teknikte yükler, hedefin üzerine yığılmak suretiyle sıçratma işleminin çok çabuk sona ermesine neden olmaktadır. Bu zorluğu aşabilmek amacıyla radyo frekansı ile sıçratma adı verilen bir teknik kullanılmaktadır. Bu teknik, tek bir cihazla iletken, yarıiletken ve yalıtkan ince tabakaların biriktirilmesine olanak vermektedir. Örneğin bu teknik ile GaAs, GaN, AlN, CdSe, PbTe, SiC, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, SiO_2 , In_2O_3 , Al_2O_3 , ZnO gibi malzemeler kolaylıkla biriktirilebilmektedir. Birden fazla malzeme biriktirmek de bu yöntemle mümkün olabilmektedir. Şekil 2.9'da radyo frekansı ile sıçratma tekniği prensibi görülmektedir. Radyo frekansında gerilim uygulamak suretiyle, iyonlar ile elektronlar arasındaki hareket farklılığı sayesinde yüzeyde negatif bir polarizasyon gerçekleşmektedir [18].



Şekil 2.9: Radyo frekansı ile sıçratma tekniği prensibi [18]

Yalıtkan hedef, iki elektrot arasında bir kondansatör görevi görmektedir. Kullanılan frekansta (genellikle 13,56 MHz) iyonlar kütleleri nedeniyle radyo frekansın geçici değişimlerini takip edemezken elektronlar bunu yapabilmektedirler. Dolayısıyla bu durumu, az hareketli bir iyon denizinin ortasında bir elektrottan diğerine hareket eden bir elektron bulutu benzetmesiyle açıklamak mümkündür. Elektron bulutu, bir elektrota yaklaştığında diğer elektrotun etrafına iyon açısından zenginleştirmekte ve pozitif bir kazanım oluşturmaktadır. Doğru akımla çalışan diyot sıçratma yapan bir cihazın çalışma prensibinde olduğu gibi burada da bu kazanım uygulanan gerilemenin tamamına yakını absorbe etmektedir [18].

2.5.5. REAKTİF SIÇRATMA

Reaktif sıçratma tabakayı oluşturması planlanan bileşenlerden en az bir tanesinin biriktirme hücreğine gaz fazında girdiği bir tekniktir. Örneğin oksijen reaktif gaz olarak kullanılarak Al sıçratma ile Al_2O_3 ; Ti sıçratma TiO_2 , In sıçratma ile In_2O_3 elde edilebilmektedir. Bazı durumlarda istenilen kompozisyonda biriktirilecek malzemeyi temin etmek mümkün olmamaktadır, ancak; bu yöntem ile metal hedef ile reaktif gazın istenilen oranlarında altlık üzerinde biriktirilmesi mümkün olabilmektedir. Reaktif sıçratmanın temel avantajları şunlardır:

- Metal hedefler kullanılabilir [18].
- Metal hedefler, yüksek ısı iletkenliğine sahip oldukları için çatlak oluşmaksızın yüksek güç yoğunluklarında (50 W/cm^2) işlem yapmak mümkündür [23].
- Hazırlanması son derece basit olan metalik hedef malzemelerden tabakalar ve çok sayıda kompleks bileşik biriktirmek mümkündür.
- Doğru akımla çalışarak yalıtkan tabakalar biriktirmek mümkün olmaktadır.
- Reaktif gazın oranına müdahale edilerek değişik bileşimlere sahip tabakalar biriktirmek mümkündür

Reaktif sıçratma işleminin temel sakıncası kompleks bir yöntem olmasıdır. Reaksiyonlar hedef malzemenin yüzeyinde gerçekleşebileceği gibi gaz fazında fırlatılmış olan atomların altlığa ulaşması esnasında ve altlık üzerinde de gerçekleşebilmektedir [18].

Reaktif sıçratma ile üretilen en önemli bileşikler aşağıda özetlenmiştir.

1. Oksitler (oksijen): Al_2O_3 , In_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , Ta_2O_5
2. Nitrürler (Azot, Amonyum): TaN , TiN , AlN , Si_3N_4
3. Karbürler (metan, asetilen, propan): TiC , WC , SiC
4. Sülfatlar(H_2S): CdS , CuS , ZnS
5. Ti, Ta, Al ve Si' nin oksikarbür ve oksinitrürler: Ti, Ta, Al ve Si [24].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu bölümde kaplama işleminde kullanılan sistem, kaplamada kullanılan altlık malzeme, üretim parametreleri, karakterizasyonda kullanılan cihazlara ilişkin ayrıntılı bilgi verilecektir.

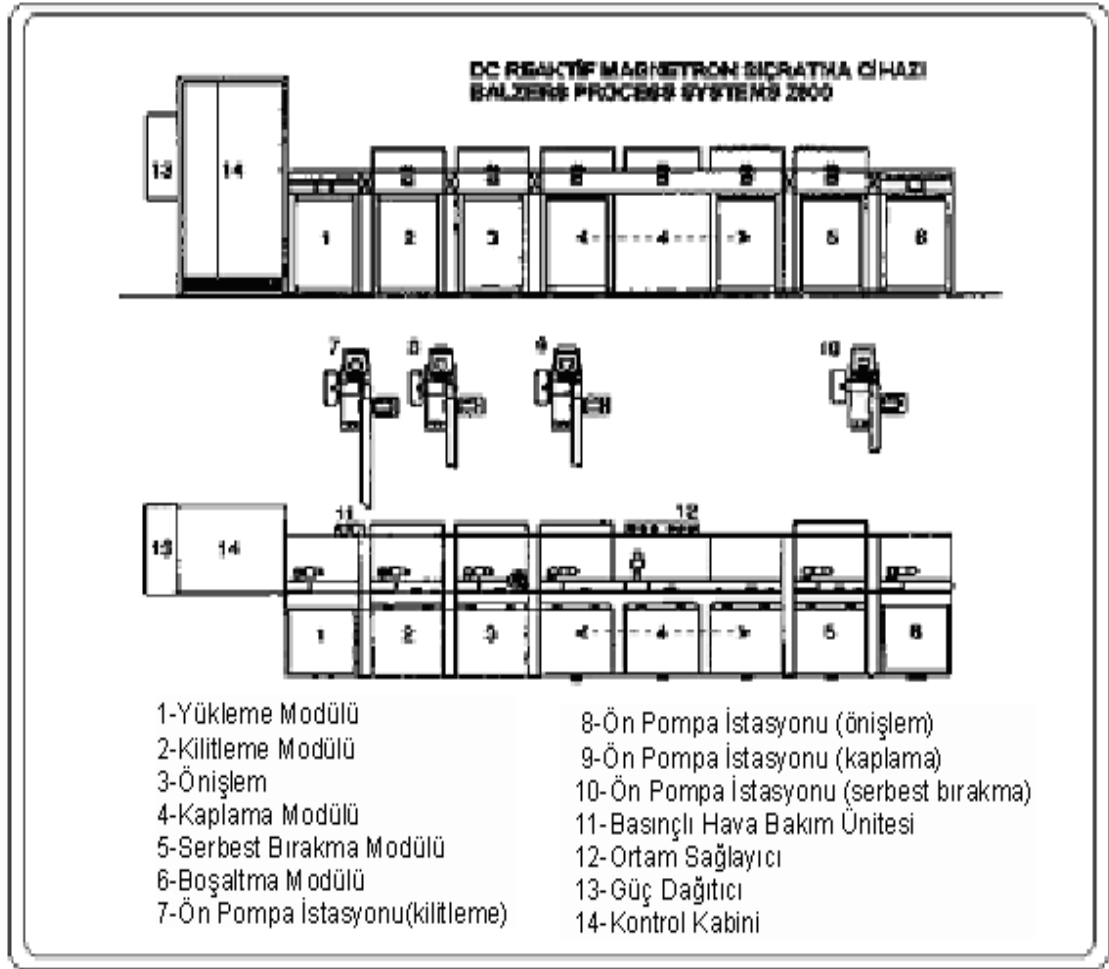
3.1. Numune Hazırlama

Reaktif DC magnetron sıçratma tekniği ile ince film numuneleri üretilmeden önce mükemmel bir yapışma eldesi için yıkama işlemi gerçekleştirilmektedir. Numuneler, kaplamadan önce Finnsonic W V-120/90 marka yıkama ünitesinde yıkama işlemine tabi tutulmaktadır.

Cam altlık yıkama ünitesi 6 tanktan oluşmaktadır. Kaplanacak numuneler metal sepetlere yerleştirildikten sonra ilk olarak 60°C sıcaklığa sahip konsantrasyonu %10 olan NaOH içeren bazik çözeltisinin bulunduğu 1 numaralı bazik temizleme tankında 9 dakika süreyle ultrasonik olarak temizlik işlemine tabi tutulmuş ve 2 numaralı saf su tankına daldırılarak durulanmıştır. Buradan tekrar 60°C sıcaklığa sahip konsantrasyonu %2-4 olan H₃PO₄ içeren asidik çözeltisinin bulunduğu 3 numaralı tankta ultrasonik olarak 9 dakika süreyle temizlenmiştir. İşlem sonucunda tanktan alınan sepet önce 2 numaralı saf su tankına ve sonrasında 4 numaralı deiyonize su tanklarına daldırılarak durulanmıştır. Yıkama işleminin bitmesi ile numune sepeti 5 ve 6 numaralı tanklardan oluşan kurutma ünitesine alınmıştır. Bu üniteye numunelere, 110°C sıcaklıkta 8-10 dakika süre ile kurutma işlemi uygulanarak kaplama öncesi numune hazırlama işlemi tamamlanmıştır.

3.2. ITO Filmlerin Biriktirilmesi

Yıkama ünitesinde ön işleme tabi tutulduktan sonra numuneler, DC-reaktif magnetron sıçratma tekniği ile Balzers Process Systems Z600 marka cihazda kaplanmıştır. Şekil 3.1’de kaplama cihazının şematik görünüşü yer almaktadır.



Şekil 3.1: DC-reaktif magnetron sıçratma cihazının şematik görünüşü [25].

Bu kaplama cihazı, altlığın katot sıçratma yöntemi ile vakum altında metalik veya metal oksit ve metal nitrür bileşiklerinin kaplanabilmesi amacıyla tasarlanmıştır. Cihaz birbiriyle düzlemsel olarak bağlantılı 5 modülden oluşmaktadır.

Yükleme modülünde iç ölçüleri 426x560 mm olan bir palet vardır. Altlığın diğer modüllere taşınması bu palet sayesinde olmaktadır. Homojen kaplama yapılabilecek maksimum altlık alanı 400x520 mm, maksimum altlık kalınlığı ise 10 mm'dir. Kaplanacak cam, paletin üzerine yerleştirilir ve modülün kapağı kapatılır.

Kilitleme modülü bir geçiş modülüdür. Burada dış ortam ile modül 3 ve 4 arasında bir basınç dengelenmesi sağlanır; palet kaplama yapmak üzere kaplama modülüne (Modül 4) doğru ilerlerken bu modülün basıncı atmosferik basınçtan (9.10^9 mbar) 5.10^{-6} mbar'a kadar düşer. Bu modülün kendine ait bir pompalama istasyonu vardır. Basınç eşitliği sağlanıp, 2 modülü bağlayan kapak açıldığında bu istasyon basınç farkını minimuma düşürmek ve o noktada sabitlemek için pompalamaya devam eder. Palet Modül 4'ten dışarı çıkarılacağı zaman Modül 2'nin basıncı

vakum basıncından atmosferik basınca getirilir. Bu işlem sırasında Modül 2'ye teknik saflıktaki (%99,6) azot gazı doldurulur.

Ön işlemler Modülü (Modül 3) ve kaplama modülü (Modül 4) aynı vakum basıncı altındadır ve bu iki modüle ait bir pompalama istasyonu mevcuttur. Ön işlemler modülünde gerek duyulduğunda palet ısıtılarak (maksimum 300°C'ye kadar) kaplamanın sıcak altlık üzerine kaplanması sağlanır.

Kaplama modülünde (Modül 4) vakum altında çalışan 4 adet DC (doğru akım) yüksek güçlü, maksimum çıkışı 5 kW katot-hedef sistemi mevcuttur. Sistemde argon sıçratmayı sağlayacak gaz olarak kullanılır. Bu gaz, katotlara gaz dağıtım kontrol sisteminden geçerek gelir. Gelen gaz daha sonra plazma bölgesindeki gaz duşlarına dağıtılır. Reaktif kaplama yapılacağı zaman reaktif gazlar da (oksijen ve azot) benzer gaz dağılımı sistemlerinden geçerek gaz duşlarına gelmektedir. Modül 4'te argon gazı ve diğer reaktif gazlar yardımıyla plazma oluşturuluyor. Magnetlerin oluşturduğu manyetik alan ile plazmanın dağılması engellenir ve uygulanan DC voltaj yardımıyla da sistemdeki gazlar iyonize olurlar. Bu iyonize olan hızlı partiküller hedef malzemeye çarpar ve buradan atom koparılırlar ve bu koparılan atomlar ortamdaki elektrik ve manyetik alan yardımıyla altlık malzemeye biriktirilirler ve böylece kaplama işlemi sona ermiş olur.

Salınım modülü (Modül 5), paletin salınımını sağlayan bölgedir. Hedef odaları birbirinden metal ayraçlarla ayrılmıştır. Her hedefin olduğu bölüme giren gaz sistemleri mevcuttur. Dört hedef bölümünde de metalik veya reaktif kaplama yapmak mümkündür.

Sıçratma prosesi sırasında palet daha önceden belirlenen hızlarda ve sayıda katotların altında hareket eder. Proses sırasında katotlar birbirlerinden bağımsız aktif duruma getirilebilir yani iki katodun aynı zamanda kaplama yapması mümkün değildir. Paletin daha önceden belirlenen katotların altında hareket etmesi ile bir veya çok katlı kaplamalar yapmak mümkündür ve kaplama prosesi bittiğinde palet yükleme modülüne geri döner.

Kaplamaların gerçekleştirildiği deney düzeneği ve parametreleri Tablo 3.1'de özetlenmiştir.

Tablo 3.1: Kaplamaların yapıldığı deney şartları

Teknik	DC Reaktif Magnetron Sıçratma
Sistem	Balzers Proses Z600 Sputter System
Hedef	ITO (In_2O_3 :%90Ağ., SnO_2 :%10Ağ.)
Altılık	Float Cam (40x40x2 mm)
Hedef-altılık mesafesi	3 cm
Kaplama Hızı	0,1-0,25 m/dak
Güç	0,5 kW
Altılık Durumu	Isıtma yok, Oda sıcaklığı
Kaplama Kalınlığı	1000-6000Å
Kullanılan Gazlar	Ar:50 sccm (saf)
	O ₂ :3 sccm (saf)
	N ₂ :0 sccm (saf)

Tablo 3.2, 3.3., 3.4 ve 3.5'te DC reaktif magnetron sıçratma ile elde edilen ITO ve ITO-metal-ITO ince film numunelerine ait deneysel veriler yer almaktadır.

Tablo 3.2: ITO numunelerine ait deneysel veriler

Numune Adı	Güç (kW)	Hız (m/dak)	Geçiş Sayısı
2020	0.4	0.25	4
2067	0.4	0.2	6
2018	0.45	0.25	4
2021	0.45	0.25	4
2019	0.5	0.25	4
2023	0.5	0.25	6
2060	0.5	0.25	6
2061	0.5	0.23	6
2062	0.5	0.2	6
2063	0.5	0.21	6
2064	0.5	0.15	6
2065	0.5	0.1	6
2068	0.6	0.2	6
2114	0.6	0.2	6
2115	0.6	0.22	6
2116	0.6	0.18	6
2117	0.6	0.24	6
2118	0.6	0.24	5
2123	0.6	0.18	4
2069	0.7	0.2	6
2070	0.7	0.2	6

Tablo 3.3, 3.4 ve 3.5'de ise ITO metal ITO çok tabakalı yapılara ait deneysel veriler yer almaktadır.

Tablo 3.3: ITO-CrNi-ITO numunelerine ait deneysel veriler

Numune Adı	Güç (ITO) (kW)	Güç (CrNi) (kW)	Hız (ITO) (m/dak)	Hız (CrNi) (m/dak)	Geçiş Sayısı (ITO)	Geçiş Sayısı (CrNi)
2119	0,6	0,15	0,18	2	6	1
2120	0,6	0,15	0,18	2	4	1
2121	0,6	0,15	0,18	2	4	1
2121-2	0,6	0,15	0,18	2	4	1
2124	0,6	0,1	0,18	2	4	1
2125	0,6	0,1	0,18	2	4	1
2126	0,6	0,1	0,18	2	4	1
2127	0,6	0,1	0,18	2	4	1

Tablo 3.4: ITO-Ag-ITO numunelerine ait deneysel veriler

Numune Adı	Güç (ITO) (kW)	Güç (Ag) (kW)	Hız (ITO) (m/dak)	Hız (Ag) (m/dak)	Geçiş Sayısı (ITO)	Geçiş Sayısı (Ag)
2128	0,6	0,57	0,18	2	4	1
2129	0,6	0,40	0,18	2	4	1
2130	0,6	0,35	0,18	2	4	1
2132	0,6	0,60	0,18	2	3	1
2132-2	0,6	0,60	0,18	2	3	1
2133	0,6	0,60	0,18	2	3	1
2135	0,6	0,35	0,18	2	3	1

Tablo 3.5: ITO-Cu-ITO numunelerine ait deneysel veriler

Numune Adı	Güç (ITO) (kW)	Güç (Cu) (kW)	Hız (ITO) (m/dak)	Hız (Cu) (m/dak)	Geçiş Sayısı (ITO)	Geçiş Sayısı (Cu)
2131	0,6	0,15	0,18	2	4	1
2134	0,6	0,25	0,18	2	4	1
2136	0,6	0,25	0,18	2	5	1
2137	0,6	0,25	0,18	2	5	1
2138	0,6	0,25	0,18	2	5	1

3.3. Karakterizasyon

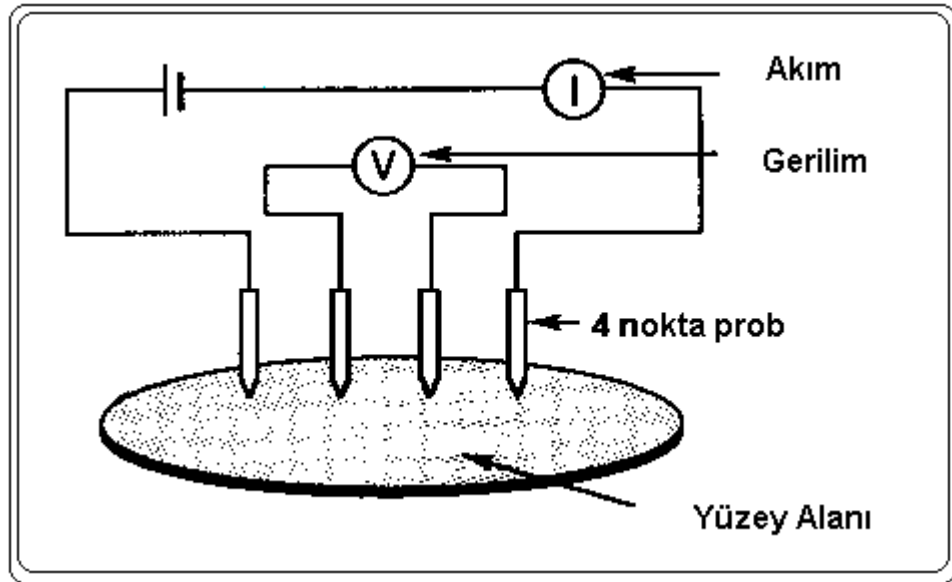
Kalay dop edilmiş indiyum oksit ince film numunelerinin elektriksel, optik özelliklerinin ve fazların ve kristal yapı oluşumunun belirlenmesinde aşağıdaki yöntemlerden yararlanılmıştır.

3.3.1. Yüzey Direncinin Ölçümü

Ölçüm sistemi Keithley Model 224 akım kaynağı, Keithley Model 2000 Multimetre ve Signatone Resistivity Probing System marka 4 Nokta Prob Direnç Ölçer cihazlarının birleşiminden oluşmaktadır. Şekil 3.2’de dört nokta prob yönteminin şematik görünüşü yer almaktadır.

Direnç ölçer belli bir basınçla, çok keskin ve ince uçlu olan nokta teması ile kontak kuran 4 noktadan yüzeye temas eder. İki dış nokta Keithley Model sabit akım kaynağına, iki iç nokta potansiyel farkı ölçmek üzere multimetreye bağlıdır. Akım kaynağı istenilen akım çıkışına programlanır ve sonlu bir plakada, logaritmik artan bir potansiyel gösterir. Böylece ölçülen numunenin direnci:

$P_s = 4.5324 \cdot V/I$ olarak hesaplanır.



Şekil 3.2: Dört nokta prob yöntemi [25]

3.3.2. Kaplama Kalınlığının Ölçümü

Kaplama kalınlığı ölçümünde Tencor Alpha Step 500 marka, bilgisayar kontrollü, yüksek hassaslıkta çalışan yüzey profil cihazı kullanılmaktadır.

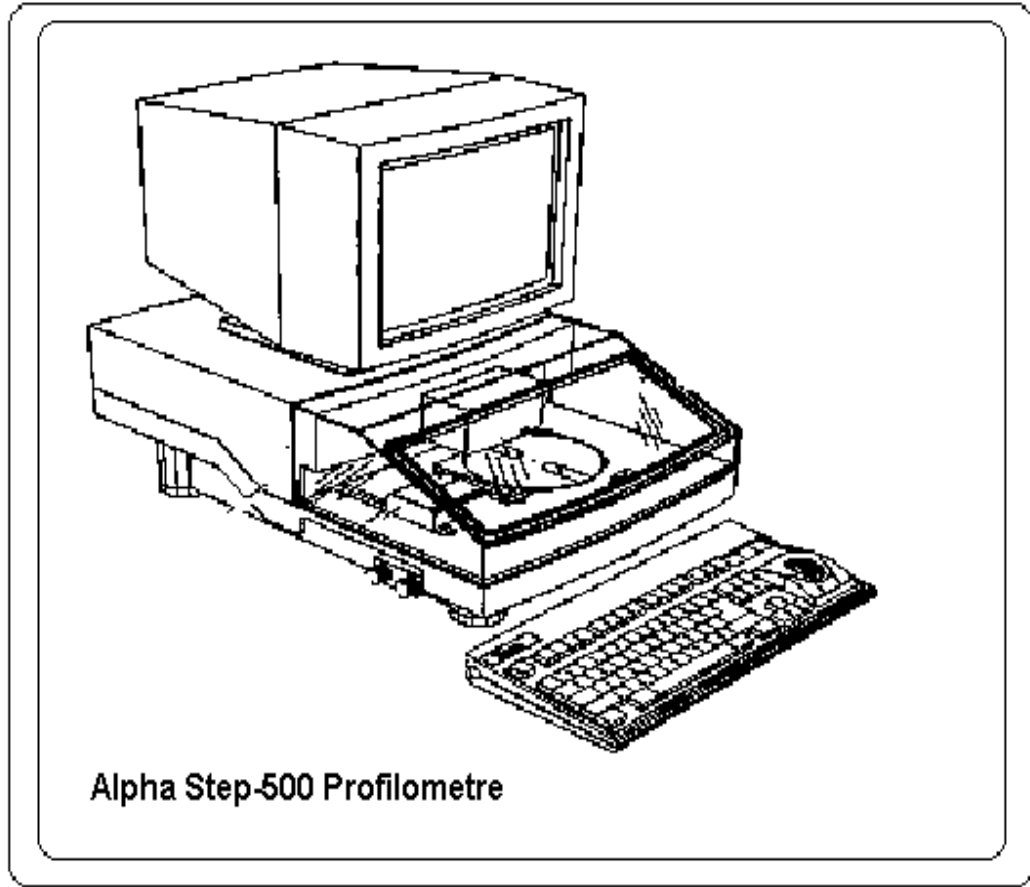
Değişik uygulamalara yönelik olarak, yüzey pürüzlülüğünü, yüzeydeki dalgalanmaları ve kaplamalı ile kaplamasız yüzeyler arasındaki adım yüksekliğinin belirlenmesinde kullanılabilir. Ana cihaz; monitör, klavye ve bilgisayar olmak üzere 4 ana birimden oluşmaktadır.

Sistemi yöneten bilgisayar ölçüm kontrolü ve data saklama ve analiz işlevlerini görür. Bu cihaz ile manyetik disklerin, yarıiletken waferların, hassas işlenmiş ve parlatılmış yüzeylerin, mikro-elektronik uygulamalarda kullanılan seramiklerin, düz gösterge panellerinde kullanılan camların ve optik yüzeylerin yüzey profilleri elde edilebilmektedir.

Sistemin çalışma prensibi bir iğne şeklindeki probun yüzey üzerinde yatay hareket ederek yüzeyin mekanik olarak izlemesi prensibine dayanmaktadır. Probon yatay ve aşağı yukarı hareketleri optik olarak izlenerek bilgisayarda değerlendirilmekte, gerek grafik gerekse de nümerik sonuçlar elde edilebilmektedir.

Numuneler kaplanmadan önce üzerlerine alkol ile silinebilir kalem ile 3 tane çizgi çizilip ve kaplama yapıldıktan sonra alkol ile bu çizgiler silinerek kaplanmamış yüzey elde edilmiştir. Numune cihaza yerleştirilmiş ve konik uç numuneye temas ettirilmiştir. Cihazın bu teması ile bir yüzey profili elde edilmiş ve bu profil yardımıyla kaplamanın kalınlığı tespit edilmiştir.

Şekil 3.3'te kaplama cihazının şematik görünüşü yer almaktadır.

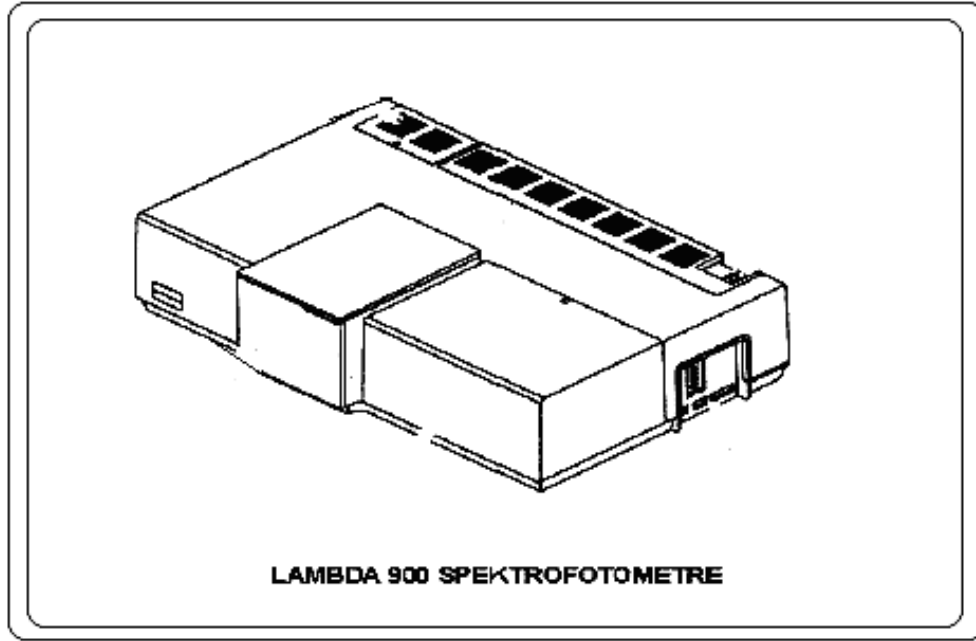


Şekil 3.3: Kalınlık ölçme cihazının şematik görünüşü [25]

3.3.3. Spektrofotometrik Ölçümler

Kaplamalı ve kaplamasız çeşitli cam türleri için spektrofotometrik ölçümler, PE Lambda 900 marka spektrofotometre cihazı ile yapılmaktadır. Spektrumun mor ötesi (UV), görünür bölge, yakın IR bölgelerde 185-3200 nm dalga boyu aralığında %ışık geçirgenliği, %film tarafı (r) ve %cam tarafı yansımaları (rr) ve % absorbsiyon ölçüm değerlerinin belirlenmesinde kullanılmaktadır. Bilgisayar kontrollü çift ışın, çift monokromatör bir spektrofotometredir.

Şekil 3.4'te spektrofotometrik ölçümlerin gerçekleştirildiği cihazın şematik görünüşü yer almaktadır.



Şekil 3.4: Spektrofotometre cihazının şematik görünüşü [25]

3.3.4. X-Işını Difraksiyon Ölçümleri

X-ışını difraksiyon ölçümleri, Philips PW 3710 marka X-ışınları difraktometresi ve ICDD veri tabanı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

ITO 2063 numunesine kaplama sonrası ve 350°C ve 400°C'lerde yapılan iki farklı ısıtım işlemi sonrası, ITO-CrNi-ITO 2126 numunesine ise 250°C ve 350°C'lerde iki farklı ısıtım işlemi sonrası ve ITO-Ag-ITO 2128 numunesine 500°C'de uygulanan ısıtım işlemi sonrası ince filmin kristal yapıdaki değişimi gözlemlemek ve fazları tanımlamak amacıyla XRD çalışması yapılmıştır. ITO-Cu-ITO 2138 numunesine uygulanan ısıtım işlemi sonrası sabit yüzey direnci alınamadığı için bu numune XRD çalışması yapılamamıştır.

3.3.5. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) İncelemeleri:

İnce filmlerin kesit görüntüsü, Jeol 5410 model taramalı elektron mikroskobu ile görüntülenmiştir. EDS analizleri de aynı cihazda Norvar su soğutmalı dedektörlü Noran 2100 EDS analiz sistemi yardımıyla gerçekleştirilmiştir.

ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X büyütmede, ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X

büyütmede ve ITO-Cu-ITO çok tabakalı 2138 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X büyütmede SEM görüntüsü alınmıştır.

ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinden EDS analizi alınmıştır.

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu bölümde kaplama işleminde kullanılan sistem, kaplamada kullanılan altlık malzeme, üretim parametreleri, karakterizasyonda kullanılan cihazlara ilişkin ayrıntılı bilgi verilecektir.

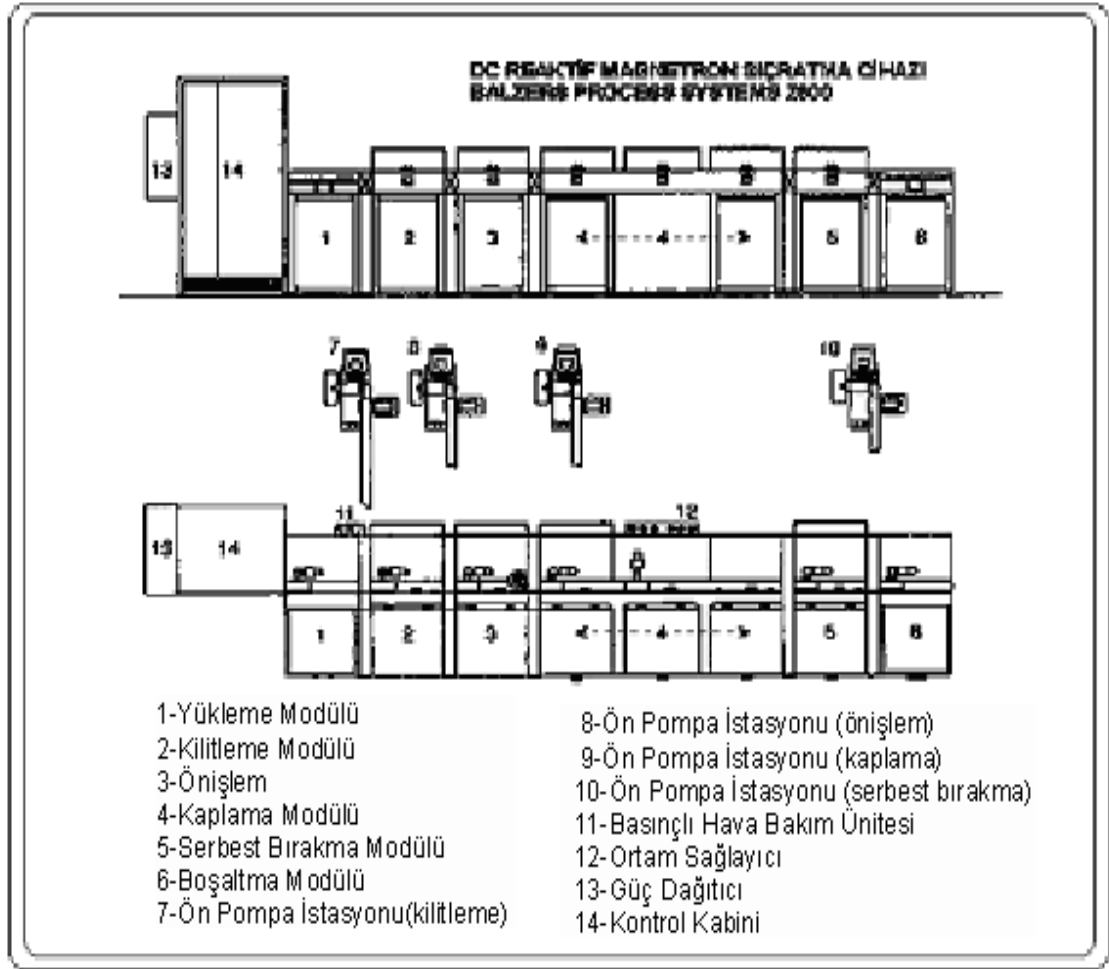
3.1. Numune Hazırlama

Reaktif DC magnetron sıçratma tekniği ile ince film numuneleri üretilmeden önce mükemmel bir yapışma eldesi için yıkama işlemi gerçekleştirilmektedir. Numuneler, kaplamadan önce Finnsonic W V-120/90 marka yıkama ünitesinde yıkama işlemine tabi tutulmaktadır.

Cam altlık yıkama ünitesi 6 tanktan oluşmaktadır. Kaplanacak numuneler metal sepetlere yerleştirildikten sonra ilk olarak 60°C sıcaklığa sahip konsantrasyonu %10 olan NaOH içeren bazik çözeltisinin bulunduğu 1 numaralı bazik temizleme tankında 9 dakika süreyle ultrasonik olarak temizlik işlemine tabi tutulmuş ve 2 numaralı saf su tankına daldırılarak durulanmıştır. Buradan tekrar 60°C sıcaklığa sahip konsantrasyonu %2-4 olan H₃PO₄ içeren asidik çözeltisinin bulunduğu 3 numaralı tankta ultrasonik olarak 9 dakika süreyle temizlenmiştir. İşlem sonucunda tanktan alınan sepet önce 2 numaralı saf su tankına ve sonrasında 4 numaralı deiyonize su tanklarına daldırılarak durulanmıştır. Yıkama işleminin bitmesi ile numune sepeti 5 ve 6 numaralı tanklardan oluşan kurutma ünitesine alınmıştır. Bu üniteye numunelere, 110°C sıcaklıkta 8-10 dakika süre ile kurutma işlemi uygulanarak kaplama öncesi numune hazırlama işlemi tamamlanmıştır.

3.2. ITO Filmlerin Biriktirilmesi

Yıkama ünitesinde ön işleme tabi tutulduktan sonra numuneler, DC-reaktif magnetron sıçratma tekniği ile Balzers Process Systems Z600 marka cihazda kaplanmıştır. Şekil 3.1’de kaplama cihazının şematik görünüşü yer almaktadır.



Şekil 3.1: DC-reaktif magnetron sıçratma cihazının şematik görünüşü [25].

Bu kaplama cihazı, altlığın katot sıçratma yöntemi ile vakum altında metalik veya metal oksit ve metal nitrür bileşiklerinin kaplanabilmesi amacıyla tasarlanmıştır. Cihaz birbiriyle düzlemsel olarak bağlantılı 5 modülden oluşmaktadır.

Yükleme modülünde iç ölçüleri 426x560 mm olan bir palet vardır. Altlığın diğer modüllere taşınması bu palet sayesinde olmaktadır. Homojen kaplama yapılabilecek maksimum altlık alanı 400x520 mm, maksimum altlık kalınlığı ise 10 mm'dir. Kaplanacak cam, paletin üzerine yerleştirilir ve modülün kapağı kapatılır.

Kilitleme modülü bir geçiş modülüdür. Burada dış ortam ile modül 3 ve 4 arasında bir basınç dengelenmesi sağlanır; palet kaplama yapmak üzere kaplama modülüne (Modül 4) doğru ilerlerken bu modülün basıncı atmosferik basınçtan (9.10^9 mbar) 5.10^{-6} mbar'a kadar düşer. Bu modülün kendine ait bir pompalama istasyonu vardır. Basınç eşitliği sağlanıp, 2 modülü bağlayan kapak açıldığında bu istasyon basınç farkını minimuma düşürmek ve o noktada sabitlemek için pompalamaya devam eder. Palet Modül 4'ten dışarı çıkarılacağı zaman Modül 2'nin basıncı

vakum basıncından atmosferik basınca getirilir. Bu işlem sırasında Modül 2'ye teknik saflıktaki (%99,6) azot gazı doldurulur.

Ön işlemler Modülü (Modül 3) ve kaplama modülü (Modül 4) aynı vakum basıncı altındadır ve bu iki modüle ait bir pompalama istasyonu mevcuttur. Ön işlemler modülünde gerek duyulduğunda palet ısıtılarak (maksimum 300°C'ye kadar) kaplamanın sıcak altlık üzerine kaplanması sağlanır.

Kaplama modülünde (Modül 4) vakum altında çalışan 4 adet DC (doğru akım) yüksek güçlü, maksimum çıkışı 5 kW katot-hedef sistemi mevcuttur. Sistemde argon sıçratmayı sağlayacak gaz olarak kullanılır. Bu gaz, katotlara gaz dağıtım kontrol sisteminden geçerek gelir. Gelen gaz daha sonra plazma bölgesindeki gaz duşlarına dağıtılır. Reaktif kaplama yapılacağı zaman reaktif gazlar da (oksijen ve azot) benzer gaz dağılımı sistemlerinden geçerek gaz duşlarına gelmektedir. Modül 4'te argon gazı ve diğer reaktif gazlar yardımıyla plazma oluşturuluyor. Magnetlerin oluşturduğu manyetik alan ile plazmanın dağılması engellenir ve uygulanan DC voltaj yardımıyla da sistemdeki gazlar iyonize olurlar. Bu iyonize olan hızlı partiküller hedef malzemeye çarpar ve buradan atom koparılırlar ve bu koparılan atomlar ortamdaki elektrik ve manyetik alan yardımıyla altlık malzemeye biriktirilirler ve böylece kaplama işlemi sona ermiş olur.

Salınım modülü (Modül 5), paletin salınımını sağlayan bölgedir. Hedef odaları birbirinden metal ayraçlarla ayrılmıştır. Her hedefin olduğu bölüme giren gaz sistemleri mevcuttur. Dört hedef bölümünde de metalik veya reaktif kaplama yapmak mümkündür.

Sıçratma prosesi sırasında palet daha önceden belirlenen hızlarda ve sayıda katotların altında hareket eder. Proses sırasında katotlar birbirlerinden bağımsız aktif duruma getirilebilir yani iki katodun aynı zamanda kaplama yapması mümkün değildir. Paletin daha önceden belirlenen katotların altında hareket etmesi ile bir veya çok katlı kaplamalar yapmak mümkündür ve kaplama prosesi bittiğinde palet yükleme modülüne geri döner.

Kaplamaların gerçekleştirildiği deney düzeneği ve parametreleri Tablo 3.1'de özetlenmiştir.

Tablo 3.1: Kaplamaların yapıldığı deney şartları

Teknik	DC Reaktif Magnetron Sıçratma
Sistem	Balzers Proses Z600 Sputter System
Hedef	ITO (In_2O_3 :%90Ağ., SnO_2 :%10Ağ.)
Altılık	Float Cam (40x40x2 mm)
Hedef-altılık mesafesi	3 cm
Kaplama Hızı	0,1-0,25 m/dak
Güç	0,5 kW
Altılık Durumu	Isıtma yok, Oda sıcaklığı
Kaplama Kalınlığı	1000-6000Å
Kullanılan Gazlar	Ar:50 sccm (saf)
	O ₂ :3 sccm (saf)
	N ₂ :0 sccm (saf)

Tablo 3.2, 3.3., 3.4 ve 3.5'te DC reaktif magnetron sıçratma ile elde edilen ITO ve ITO-metal-ITO ince film numunelerine ait deneysel veriler yer almaktadır.

Tablo 3.2: ITO numunelerine ait deneysel veriler

Numune Adı	Güç (kW)	Hız (m/dak)	Geçiş Sayısı
2020	0.4	0.25	4
2067	0.4	0.2	6
2018	0.45	0.25	4
2021	0.45	0.25	4
2019	0.5	0.25	4
2023	0.5	0.25	6
2060	0.5	0.25	6
2061	0.5	0.23	6
2062	0.5	0.2	6
2063	0.5	0.21	6
2064	0.5	0.15	6
2065	0.5	0.1	6
2068	0.6	0.2	6
2114	0.6	0.2	6
2115	0.6	0.22	6
2116	0.6	0.18	6
2117	0.6	0.24	6
2118	0.6	0.24	5
2123	0.6	0.18	4
2069	0.7	0.2	6
2070	0.7	0.2	6

Tablo 3.3, 3.4 ve 3.5'de ise ITO metal ITO çok tabakalı yapılara ait deneysel veriler yer almaktadır.

Tablo 3.3: ITO-CrNi-ITO numunelerine ait deneysel veriler

Numune Adı	Güç (ITO) (kW)	Güç (CrNi) (kW)	Hız (ITO) (m/dak)	Hız (CrNi) (m/dak)	Geçiş Sayısı (ITO)	Geçiş Sayısı (CrNi)
2119	0,6	0,15	0,18	2	6	1
2120	0,6	0,15	0,18	2	4	1
2121	0,6	0,15	0,18	2	4	1
2121-2	0,6	0,15	0,18	2	4	1
2124	0,6	0,1	0,18	2	4	1
2125	0,6	0,1	0,18	2	4	1
2126	0,6	0,1	0,18	2	4	1
2127	0,6	0,1	0,18	2	4	1

Tablo 3.4: ITO-Ag-ITO numunelerine ait deneysel veriler

Numune Adı	Güç (ITO) (kW)	Güç (Ag) (kW)	Hız (ITO) (m/dak)	Hız (Ag) (m/dak)	Geçiş Sayısı (ITO)	Geçiş Sayısı (Ag)
2128	0,6	0,57	0,18	2	4	1
2129	0,6	0,40	0,18	2	4	1
2130	0,6	0,35	0,18	2	4	1
2132	0,6	0,60	0,18	2	3	1
2132-2	0,6	0,60	0,18	2	3	1
2133	0,6	0,60	0,18	2	3	1
2135	0,6	0,35	0,18	2	3	1

Tablo 3.5: ITO-Cu-ITO numunelerine ait deneysel veriler

Numune Adı	Güç (ITO) (kW)	Güç (Cu) (kW)	Hız (ITO) (m/dak)	Hız (Cu) (m/dak)	Geçiş Sayısı (ITO)	Geçiş Sayısı (Cu)
2131	0,6	0,15	0,18	2	4	1
2134	0,6	0,25	0,18	2	4	1
2136	0,6	0,25	0,18	2	5	1
2137	0,6	0,25	0,18	2	5	1
2138	0,6	0,25	0,18	2	5	1

3.3. Karakterizasyon

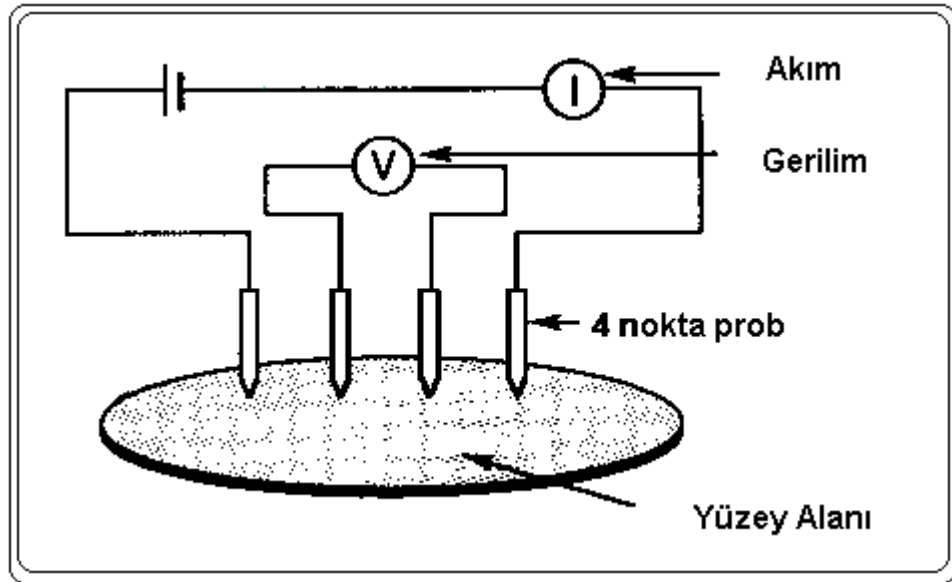
Kalay dop edilmiş indiyum oksit ince film numunelerinin elektriksel, optik özelliklerinin ve fazların ve kristal yapı oluşumunun belirlenmesinde aşağıdaki yöntemlerden yararlanılmıştır.

3.3.1. Yüzey Direncinin Ölçümü

Ölçüm sistemi Keithley Model 224 akım kaynağı, Keithley Model 2000 Multimetre ve Signatone Resistivity Probing System marka 4 Nokta Prob Direnç Ölçer cihazlarının birleşiminden oluşmaktadır. Şekil 3.2’de dört nokta prob yönteminin şematik görünüşü yer almaktadır.

Direnç ölçer belli bir basınçla, çok keskin ve ince uçlu olan nokta teması ile kontak kuran 4 noktadan yüzeye temas eder. İki dış nokta Keithley Model sabit akım kaynağına, iki iç nokta potansiyel farkı ölçmek üzere multimetreye bağlıdır. Akım kaynağı istenilen akım çıkışına programlanır ve sonlu bir plakada, logaritmik artan bir potansiyel gösterir. Böylece ölçülen numunenin direnci:

$P_s = 4.5324 \cdot V/I$ olarak hesaplanır.



Şekil 3.2: Dört nokta prob yöntemi [25]

3.3.2. Kaplama Kalınlığının Ölçümü

Kaplama kalınlığı ölçümünde Tencor Alpha Step 500 marka, bilgisayar kontrollü, yüksek hassaslıkta çalışan yüzey profil cihazı kullanılmaktadır.

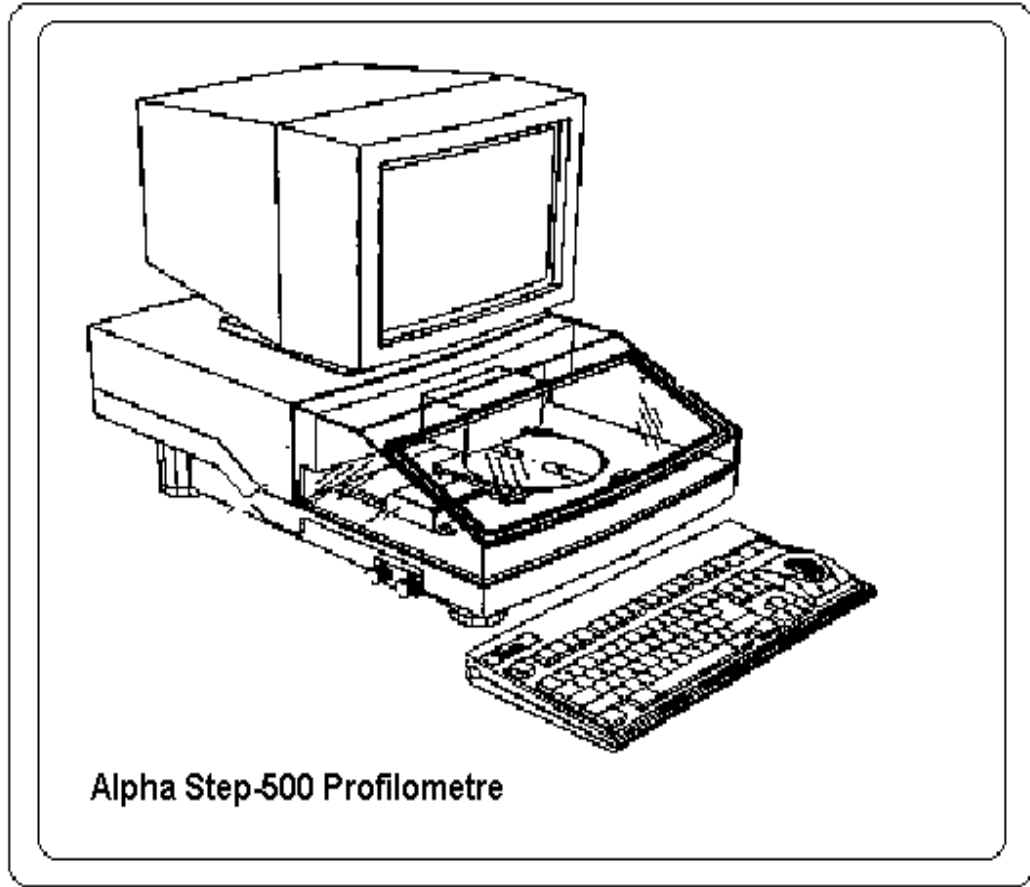
Değişik uygulamalara yönelik olarak, yüzey pürüzlülüğünü, yüzeydeki dalgalanmaları ve kaplamalı ile kaplamasız yüzeyler arasındaki adım yüksekliğinin belirlenmesinde kullanılabilir. Ana cihaz; monitör, klavye ve bilgisayar olmak üzere 4 ana birimden oluşmaktadır.

Sistemi yöneten bilgisayar ölçüm kontrolü ve data saklama ve analiz işlevlerini görür. Bu cihaz ile manyetik disklerin, yarıiletken waferların, hassas işlenmiş ve parlatılmış yüzeylerin, mikro-elektronik uygulamalarda kullanılan seramiklerin, düz gösterge panellerinde kullanılan camların ve optik yüzeylerin yüzey profilleri elde edilebilmektedir.

Sistemin çalışma prensibi bir iğne şeklindeki probun yüzey üzerinde yatay hareket ederek yüzeyin mekanik olarak izlemesi prensibine dayanmaktadır. Probon yatay ve aşağı yukarı hareketleri optik olarak izlenerek bilgisayarda değerlendirilmekte, gerek grafik gerekse de nümerik sonuçlar elde edilebilmektedir.

Numuneler kaplanmadan önce üzerlerine alkol ile silinebilir kalem ile 3 tane çizgi çizilip ve kaplama yapıldıktan sonra alkol ile bu çizgiler silinerek kaplanmamış yüzey elde edilmiştir. Numune cihaza yerleştirilmiş ve konik uç numuneye temas ettirilmiştir. Cihazın bu teması ile bir yüzey profili elde edilmiş ve bu profil yardımıyla kaplamanın kalınlığı tespit edilmiştir.

Şekil 3.3'te kaplama cihazının şematik görünüşü yer almaktadır.

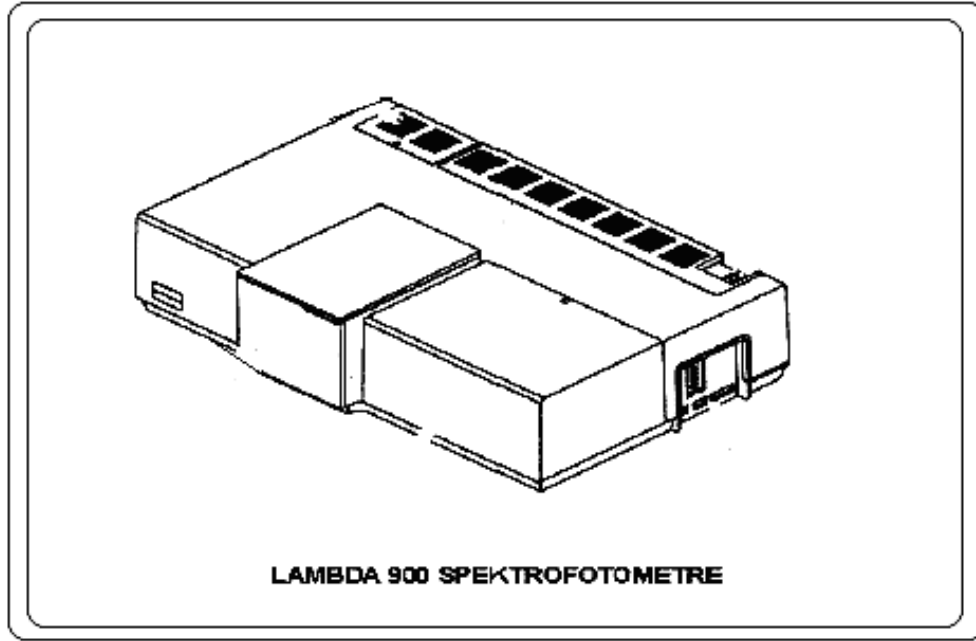


Şekil 3.3: Kalınlık ölçme cihazının şematik görünüşü [25]

3.3.3. Spektrofotometrik Ölçümler

Kaplamalı ve kaplamasız çeşitli cam türleri için spektrofotometrik ölçümler, PE Lambda 900 marka spektrofotometre cihazı ile yapılmaktadır. Spektrumun mor ötesi (UV), görünür bölge, yakın IR bölgelerde 185-3200 nm dalga boyu aralığında %ışık geçirgenliği, %film tarafı (r) ve %cam tarafı yansımaları (rr) ve % absorbsiyon ölçüm değerlerinin belirlenmesinde kullanılmaktadır. Bilgisayar kontrollü çift ışın, çift monokromatör bir spektrofotometredir.

Şekil 3.4'te spektrofotometrik ölçümlerin gerçekleştirildiği cihazın şematik görünüşü yer almaktadır.



Şekil 3.4: Spektrofotometre cihazının şematik görünüşü [25]

3.3.4. X-Işını Difraksiyon Ölçümleri

X-ışını difraksiyon ölçümleri, Philips PW 3710 marka X-ışınları difraktometresi ve ICDD veri tabanı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

ITO 2063 numunesine kaplama sonrası ve 350°C ve 400°C'lerde yapılan iki farklı ısıtılma işlemi sonrası, ITO-CrNi-ITO 2126 numunesine ise 250°C ve 350°C'lerde iki farklı ısıtılma işlemi sonrası ve ITO-Ag-ITO 2128 numunesine 500°C'de uygulanan ısıtılma işlemi sonrası ince filmin kristal yapıdaki değişimi gözlemlemek ve fazları tanımlamak amacıyla XRD çalışması yapılmıştır. ITO-Cu-ITO 2138 numunesine uygulanan ısıtılma işlemi sonrası sabit yüzey direnci alınamadığı için bu numune XRD çalışması yapılamamıştır.

3.3.5. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) İncelemeleri:

İnce filmlerin kesit görüntüsü, Jeol 5410 model taramalı elektron mikroskobu ile görüntülenmiştir. EDS analizleri de aynı cihazda Norvar su soğutmalı dedektörlü Noran 2100 EDS analiz sistemi yardımıyla gerçekleştirilmiştir.

ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X büyütmede, ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X

büyütmede ve ITO-Cu-ITO çok tabakalı 2138 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X büyütmede SEM görüntüsü alınmıştır.

ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinden EDS analizi alınmıştır.

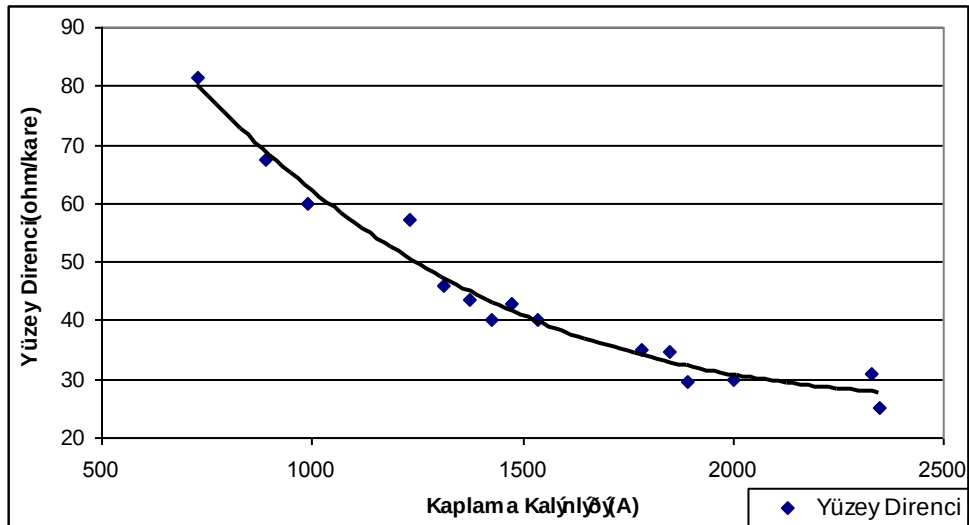
4. DENEY SONUÇLARI VE İRDELEME

4.1. ITO Kaplamalar

Bu grup deneylerde, 40x40x2 mm boyutlarına sahip float cam üzerine reaktif DC magnetron sıçratma tekniği ile çeşitli kalınlıklarda kalay dop edilmiş indiyum oksit (ITO) filmler biriktirilmiştir. Elde edilen çeşitli kalınlıklara sahip ITO filmlerde yüzey direnci, % ışık geçirgenliği (T), % film tarafı (r) ve % cam tarafı (rr) ışık yansıma değerleri ölçülmüştür.

4.1.1. ITO Numunelerinde Kaplama Kalınlığı- Yüzey Direnci İlişkisi

ITO film kalınlığının yüzey direnci ile ilişkisini belirlemek amacıyla çeşitli kalınlıklarda kaplamalar yapılmıştır. Bu filmlerin biriktirimi sırasında farklı güç ve hız miktarları kullanılmıştır. Şekil 4.1' de ITO numunelerinde kalınlık-yüzey direnci ilişkisi görülmektedir.



Şekil 4.1: ITO numunelerinde kaplama kalınlığı-yüzey direnci ilişkisi

Tablo 4.1’de çeşitli kalınlıklara sahip ITO numunelerin yüzey direnci ölçüm sonuçları yer almaktadır. Bu ölçüm sonuçlarına ilişkin deneysel veriler bir önceki bölümde Tablo 3.2’de verilmiştir.

Tablo 4.1: ITO numunelerinin kaplama kalınlığı-yüzey direnci ölçüm sonuçları

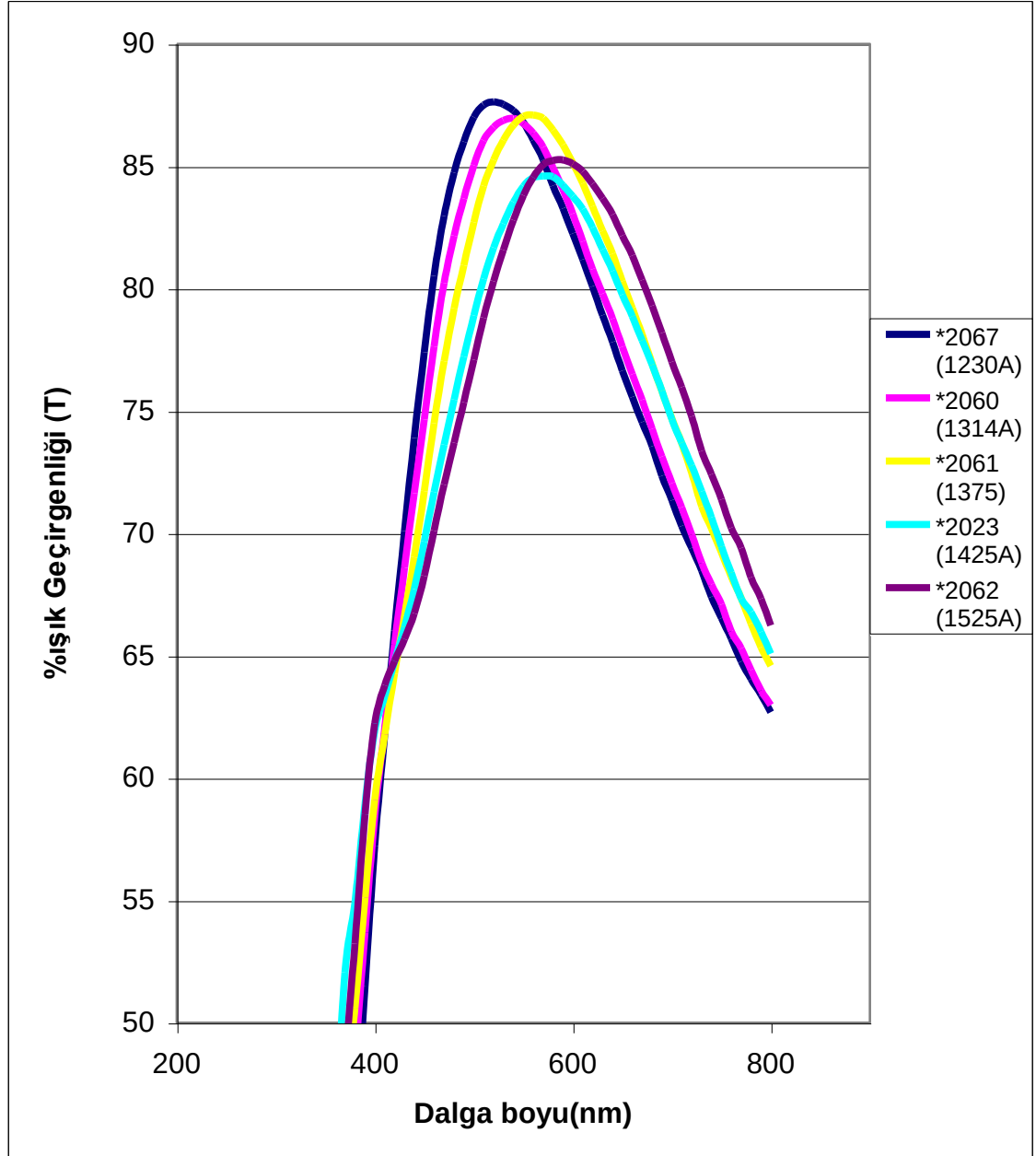
Numune Adı	Kaplama Kalınlığı (Å)	Yüzey Direnci ($\Omega/\square$)
2020	730	81.3
2021	890	67.5
2019	990	60
2067	1230	57.2
2060	1314	45.8
2061	1375	43.6
2023	1425	40
2063	1475	43
2062	1535	40
2064	1785	35
2114	1850	34.6
2117	1890	29.5
2115	2000	30
2065	2330	31
2116	2350	25

Tablodan açıkça görüleceği gibi kalınlığın artmasıyla dirençte azalma olmaktadır.

Şekildeki noktaların sapma göstermeleri, kaplamalarda uygulanan farklı güç ve hız değerlerinden kaynaklanmaktadır. Şekilden de açıkça görüldüğü üzere float camın üzerine yapılan kaplamanın yüzey direnci, kaplama kalınlığı arttıkça azalmaktadır. Dolayısıyla daha düşük yüzey direnci elde etmek için 2500 Å ve daha yüksek kaplama kalınlığı değerlerinde daha iyi sonuç elde edilecektir. Bunun yanında, uygulanan reaktif gazın ve güç miktarlarının farklı konfigürasyonları ile daha ince kaplama kalınlıkları ve daha düşük yüzey dirençleri eldesi hedeflenmektedir.

4.1.2. ITO Numunelerinde Dalga boyu-%Işık Geçirgenliği İlişkisi

Bu grup deneylerde 300-800 nm dalga boyu aralığında filmlerin % ışık geçirgenliği değerleri saptanarak grafik haline getirilmiştir. Şekil 4.2’de çeşitli ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında %ışık geçirgenliklerinin birbirleri ile karşılaştırılmaları görülmektedir.

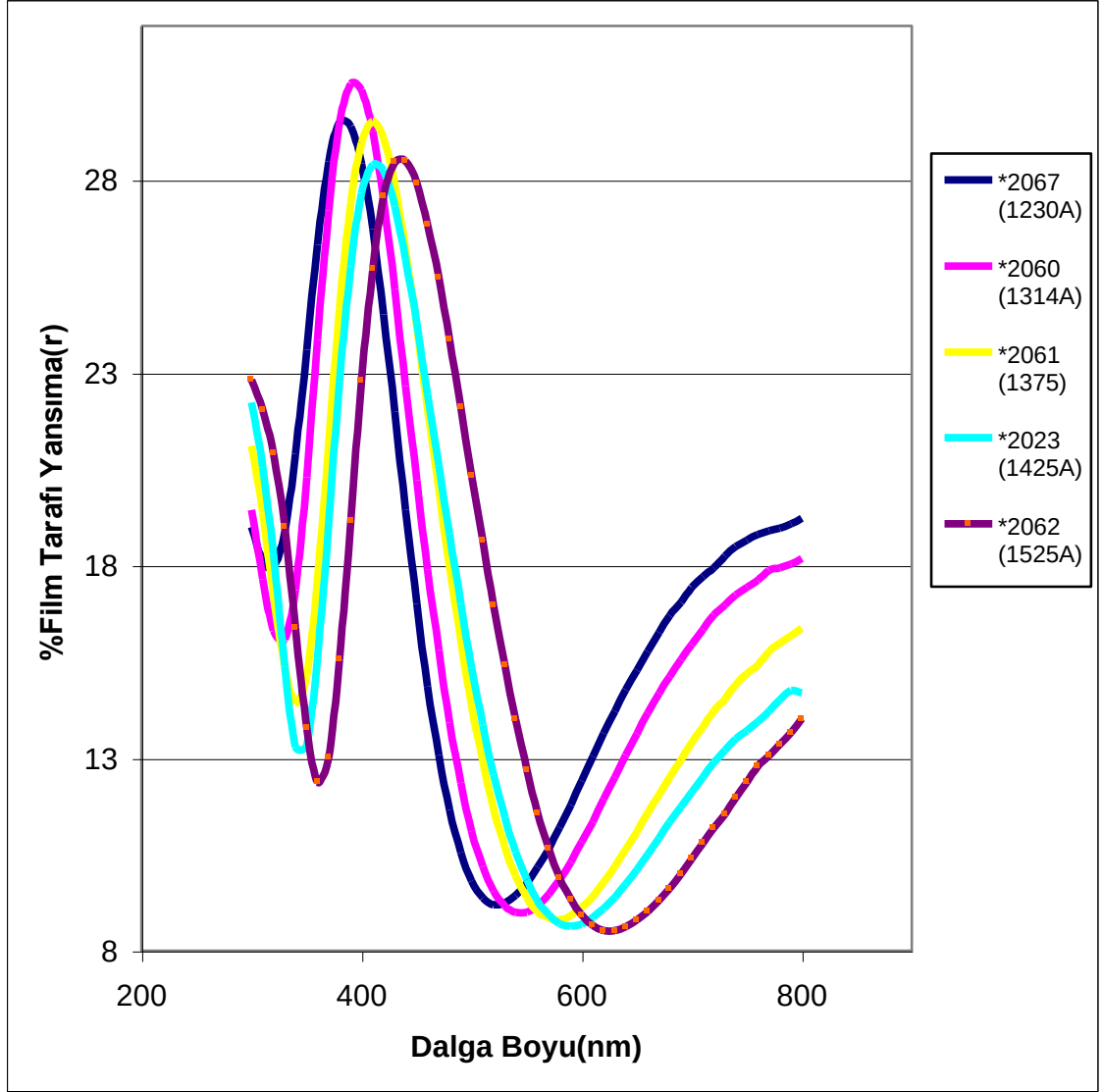


Şekil 4.2: Çeşitli ITO numunelerinin dalga boyu - %ışık geçirgenliğinin birbirleri ile karşılaştırılmaları

Şekilde parantez içinde yazılan değerler o numunelerin kalınlığını göstermektedir. Kalınlıklar küçükten büyüğe doğru sıralanmıştır. Şekilden de açıkça görüldüğü üzere kalınlık arttıkça ITO filmlerin %ışık geçirgenliği değerlerinde bu dalga boyu aralığında düşüş görülmektedir. Işık geçirgenliğinin maksimum olduğu değer daha yüksek dalga boylarına kaymaktadır yani daha kalın kaplamalar daha yüksek dalga boylu ışıktaki en fazla geçirirler. Oksidasyon ve kaplama yoğunluğu farklılığı ince bir filmi daha az geçirgen yapabilir. Oksit filmde oksidasyon yüzeyi arttıkça maksimum sağa kayar.

4.1.3. ITO Numunelerinde Dalga Boyu-%Film tarafı ve %Cam Tarafı Yansım İlişkisi

Bu grup deneylerde 300-800 nm dalga boyu aralığında filmlerin % film tarafı ve %cam tarafı yansım değerleri saptanarak grafik haline getirilmiştir. Şekil 4.3'de çeşitli ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında % film tarafı yansım değerlerinin birbirleri ile karşılaştırılması görülmektedir.

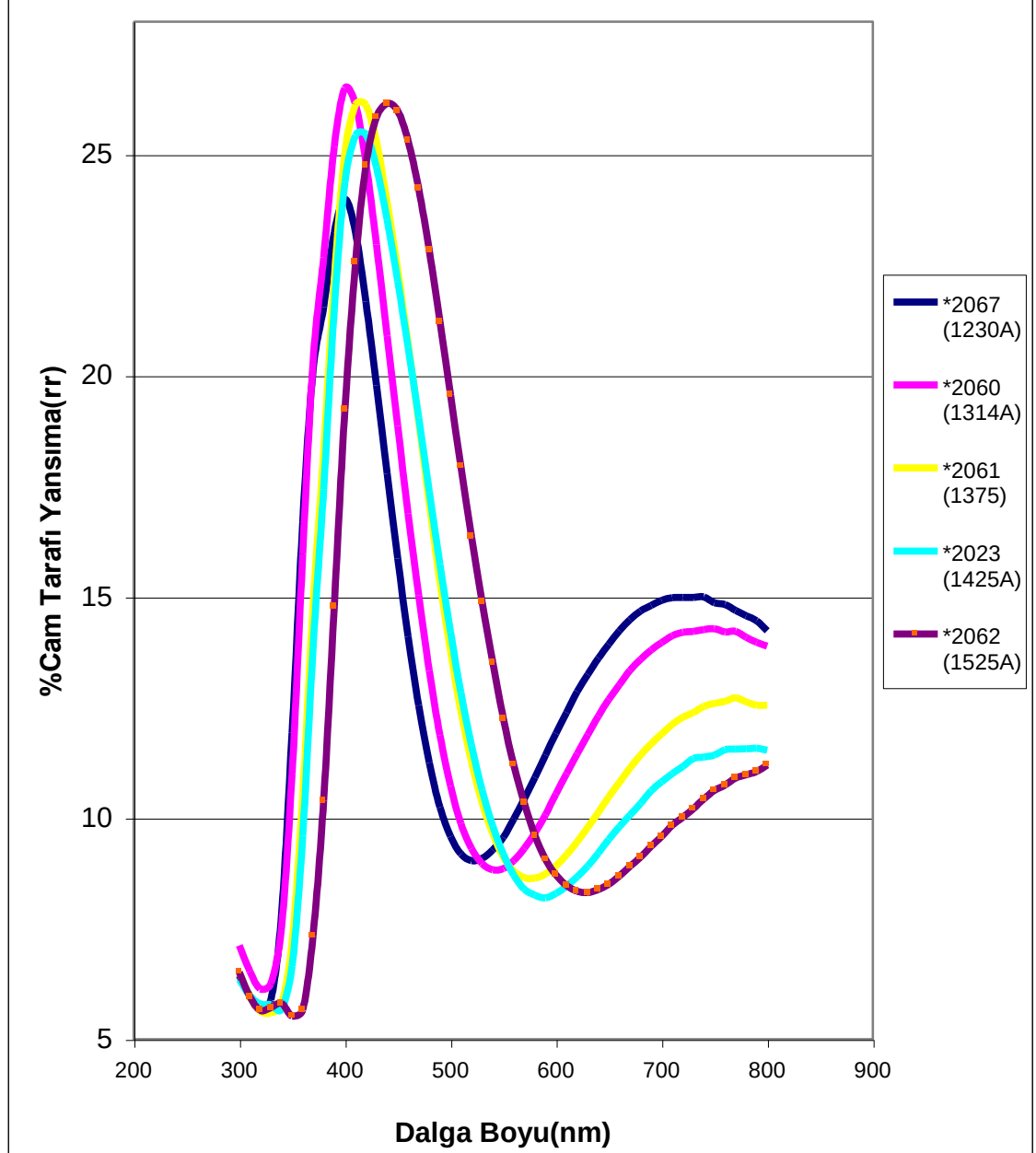


Şekil 4.3: Çeşitli ITO numunelerinin dalga boyu - %film tarafı yansım grafiği

Şekilden de açıkça görüldüğü üzere kalınlık arttıkça numunelerin verdiği pikler sağa doğru ötelenmektedir. Ayrıca kalınlık artışı ile beraber ITO filmlerin bu dalga boyu

aralıklarında %film tarafı yansımaların maksimum noktalarında küçük bir azalma olmaktadır.

Şekil 4.4'de çeşitli ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında % cam tarafı yansıma değerlerinin birbirleri ile karşılaştırılması görülmektedir.

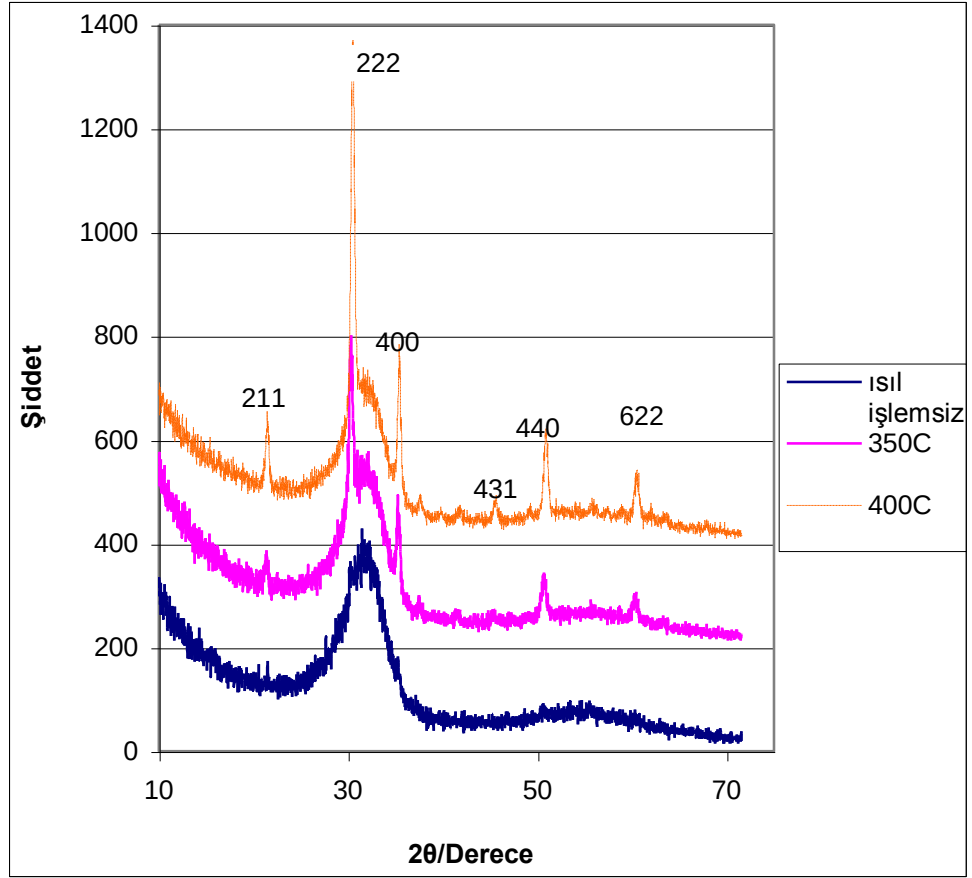


Şekil 4.4: Çeşitli ITO numunelerinin dalga boyu - %cam tarafı yansıma eğrileri

Şekilden de açıkça görüldüğü üzere kalınlık arttıkça numunelerin verdiği pikler sağa doğru ötelenmektedir. Bu durumun sebebi kalın filmler, ince filmlere göre yansıttıkları dalga boylarının daha yüksek olmasıdır.

4.1.4. ITO Numunelerinde Isıl İşlemin Kristal Yapıya Etkisi

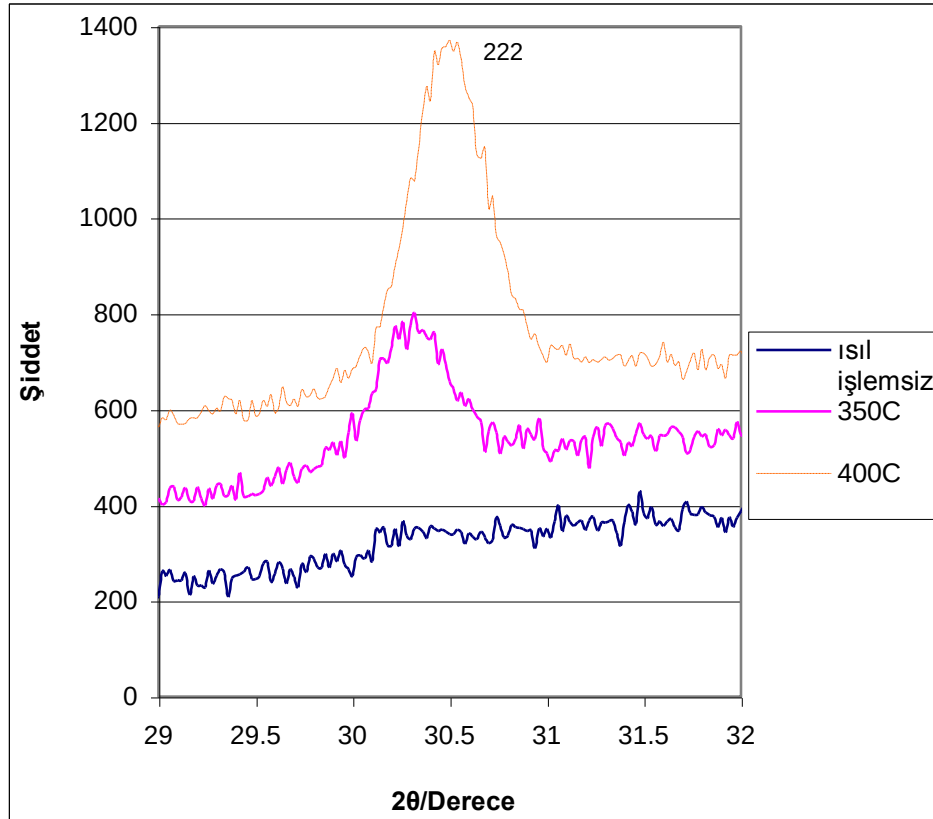
Bu grup deneylerde ısıtıl işlemin ITO filmin yapısına etkisinin incelenmesi amacıyla 1475 Å kalınlığına sahip 2063 numunesinde ısıtıl işlem uygulaması yapılmıştır. Bu numunede ısıtıl işlem öncesi 43 Ω/ kare yüzey direnci elde edilmiştir. 350 ve 400 °C'de hava atmosferinde yapılan iki ayrı ısıtıl işlem sonrasında 35 Ω/ edle icnerid yezüy kil' ف edilmiştir. Bu numunenin yapısındaki kristalizasyon aşamalarını gözlemlemek amacıyla XRD çalışması yapılmıştır. Şekil 4.5'te 2063 numunesinde ısıtıl işlem öncesi, 350 °C ve 400 °C sıcaklıklarında 1,5 saatlik bir ısıtıl işlem sonrasında elde edilen difraksiyon paternleri yer almaktadır.



Şekil 4.5: 2063 numunesinde ısıtıl işlem öncesi, 350 °C ve 400 °C sıcaklıklarda yapılan ısıtıl işlem sonrasında elde edilen XRD paternlerinin birbiriyle kıyaslanması

Şekilden görüldüğü üzere ısıtma işlemi görmemiş numune amorf yapıdadır. 350 °C'de yapılan ısıtma işlemi sonucunda yapının amorf'tan kristalin yapıya dönüştüğü görülmektedir. 400 °C'de yapılan ikinci ısıtma işlemi ile de kristalleşmenin daha da arttığı görülmektedir. Isıtma işlemi görmüş numunelerin paternleri 06-0416, 44-1087 referans kodlu iki farklı In_2O_3 'ün difraksiyon paterni ile karşılaştırıldığında aynı paterne sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bu difraksiyon paternlerinin In_2O_3 paterni olmaları, literatür ile uyum içersindedir. %90 In_2O_3 - %10 SnO_2 bileşimli oksit esaslı hedef malzeme ile yapılmış kaplamalardan sadece In_2O_3 'e ait difraksiyon paterninin elde edilmesi literatürde de gözlemlenmekte olup, kalayın yapıda amorf olarak bulunduğu sonucunu doğurmaktadır [26].

Şekil 4.6'da 2063 numunesinde ısıtma işlemi öncesi, 350 °C ve 400 °C sıcaklıklarda yapılan ısıtma işlemi sonrasında elde edilen difraksiyon paternlerinin $2\theta=29-32$ dereceleri arasındaki pik şiddet değerlerinin birbiriyle kıyaslanması yer almaktadır.



Şekil 4.6: 2063 numunesinde ısıtma işlemi öncesi, 350 °C ve 400 °C sıcaklıklarda yapılan ısıtma işlemi sonrasında elde edilen difraksiyon paternlerinin $2\theta=29-32$ dereceleri arasındaki şiddet değerlerinin birbiriyle kıyaslanması

Şekilde açıkça görüldüğü üzere ısıtma işlem sıcaklığının artışı ile $2\theta=29-32$ derece arasındaki piklerin şiddetlerinin artışından kristalleşmenin arttığı ve piklerin sağa doğru ötelendiği belirlenmiştir. Bu durum, ısıtma işlem ile yapıda meydana gelen tane büyümesinin neden olduğu iç gerilmelerin artışından kaynaklanmaktadır [26].

4.2. ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı Yapılar

Bu grup deneylerde ITO film tabakaları arasına ince CrNi tabakası biriktirilerek elde edilen çok tabakalı yapılarda; yüzey direnci, %ışık geçirgenliği, %film tarafı ve %cam tarafı yansıma değerleri ölçülmüştür. Ayrıca ITO-CrNi-ITO çok tabakalı sistemine ısıtma işlem uygulanmıştır. Isıtma işlem uygulanan numunede %ışık geçirgenliği, %film tarafı ve %cam tarafı yansıma değerleri ölçülmüştür. Fazların tanımlanması amacı ile XRD çalışması yapılmış, kırık yüzeye SEM çalışması yapılarak film görüntülenmiştir.

4.2.1. ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Kaplama Kalınlığı-Yüzey Direnci İlişkisi

ITO-CrNi-ITO çok tabakalı sistemleri çeşitli tabaka sayısında biriktirilerek yüzey dirençleri ölçülmüştür. Tablo 4.2'te ITO-CrNi-ITO çok tabakalı sistemlerden elde edilen deney sonuçları yer almaktadır. Bu ölçüm sonuçlarına ilişkin deneysel veriler bir önceki bölümde Tablo 3.3'de verilmiştir.

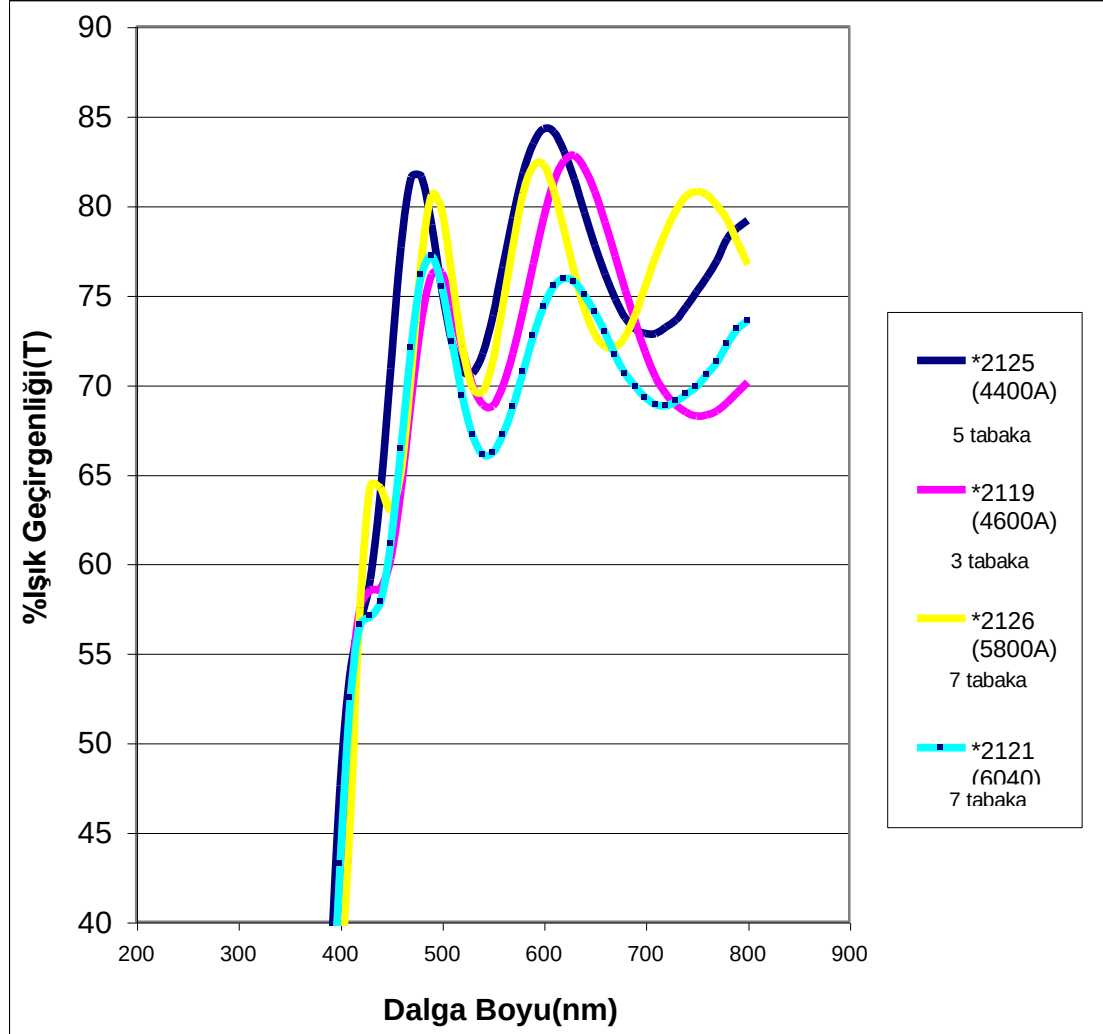
Tablo 4.2: ITO-CrNi-ITO numunelerinin kaplama kalınlığı-yüzey direnci ölçüm sonuçları

Numune Adı	Kaplama Kalınlığı (Å)	Tabaka Sayısı	Yüzey Direnci ($\Omega/\square$)
2127	2775	3	25.5
2124	2900	3	16.1
2120	3100	3	17.6
2125	4400	5	12
2119	4600	3	18.6
2126	5800	7	9
2121-2	6040	7	8.5

Tablodan görüleceği üzere kaplama kalınlığı ile yüzey direnci arasında lineer bir ilişki görülmemektedir. Lineer bir ilişkinin elde edilememiş olmasının nedeninin numunelerin farklı tabaka sayısına sahip olmaları ve farklı biriktirim şartlarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.2.2. ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga boyu-%Işık Geçirgenliği İlişkisi

Bu grup deneylerde 300-800 nm dalga boyu aralığında filmlerin % ışık geçirgenlik değerleri saptanarak grafik haline getirilmiştir. Şekil 4.6'da çeşitli ITO-CrNi-ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında %ışık geçirgenliklerinin birbirleriyle karşılaştırılması görülmektedir.



Şekil 4.7: ITO-CrNi-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %ışık geçirgenliğinin birbirleriyle karşılaştırılması

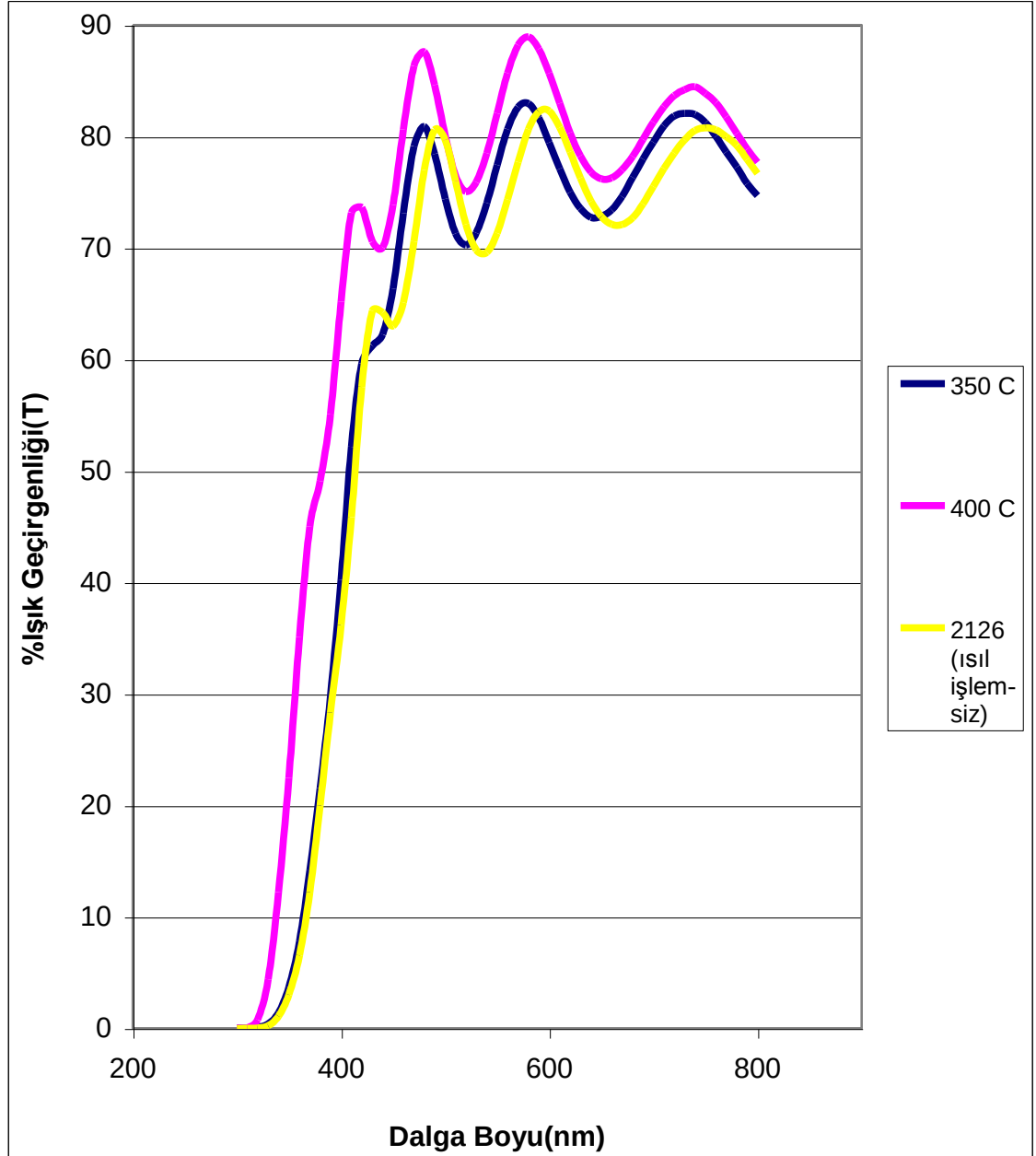
Şekilde görülen çok tabakalı kaplamalar sırasıyla 5-3-7-7 tabakaya sahiptir. Şekildeki maksimum ve minimum piklerinin görülmesi, katlı yansımalarından dolayı görülen girişim etkisi nedeniyledir. 2121 numunesi bu dalga boyu aralığında ışık geçirgenliği oranı en düşük numunedir. 2126 (7 tabaka) ve 2121 (7 tabaka) numunelerinde, CrNi tabakasının 2121 numunesinde daha yüksek bir güç değeri ile biriktirilmesinden kaynaklanan metalik tabaka kalınlığının daha yüksek olması nedeni ile olduğu düşünülmektedir.

Tabaka sayılarının farklılığının, kaplama sistemini tümüyle değiştirmesi nedeniyle, farklı tabaka sayılarına sahip sistemler arasında bir ilişki kurulamamaktadır. Bu grup deneylerde en iyi geçirgenlik değerlerini 2125 numunesi vermiş olup bu sistemin parametrelerinin yeniden optimizasyonu ile daha ince kaplama kalınlıkları ile daha iyi optik ve malzeme özelliklerine ulaşmak amaçlanmaktadır.

Isıl işlemin ITO-CrNi-ITO filmin %ışık geçirgenliğine etkisinin gözlenmesi amacıyla 2126 numunesinin farklı sıcaklıklarda uygulanan ısıl işlemler sonrası %ışık geçirgenliği ölçülmüştür.

Şekil 4.8’de de çeşitli sıcaklıklarda ısıl işlem görmüş ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesine ait dalga boyu - %ışık geçirgenliği eğrileri yer almaktadır.

Şekilden görüldüğü üzere ısıl işlem uygulanması numunenin %ışık geçirgenliği değerini arttırmıştır. Bu durum, ısıl işlem sıcaklığının yükselmesiyle beraber artan oksidasyonun yol açtığı yapıdaki şeffaflığın artmasının bir sonucudur.

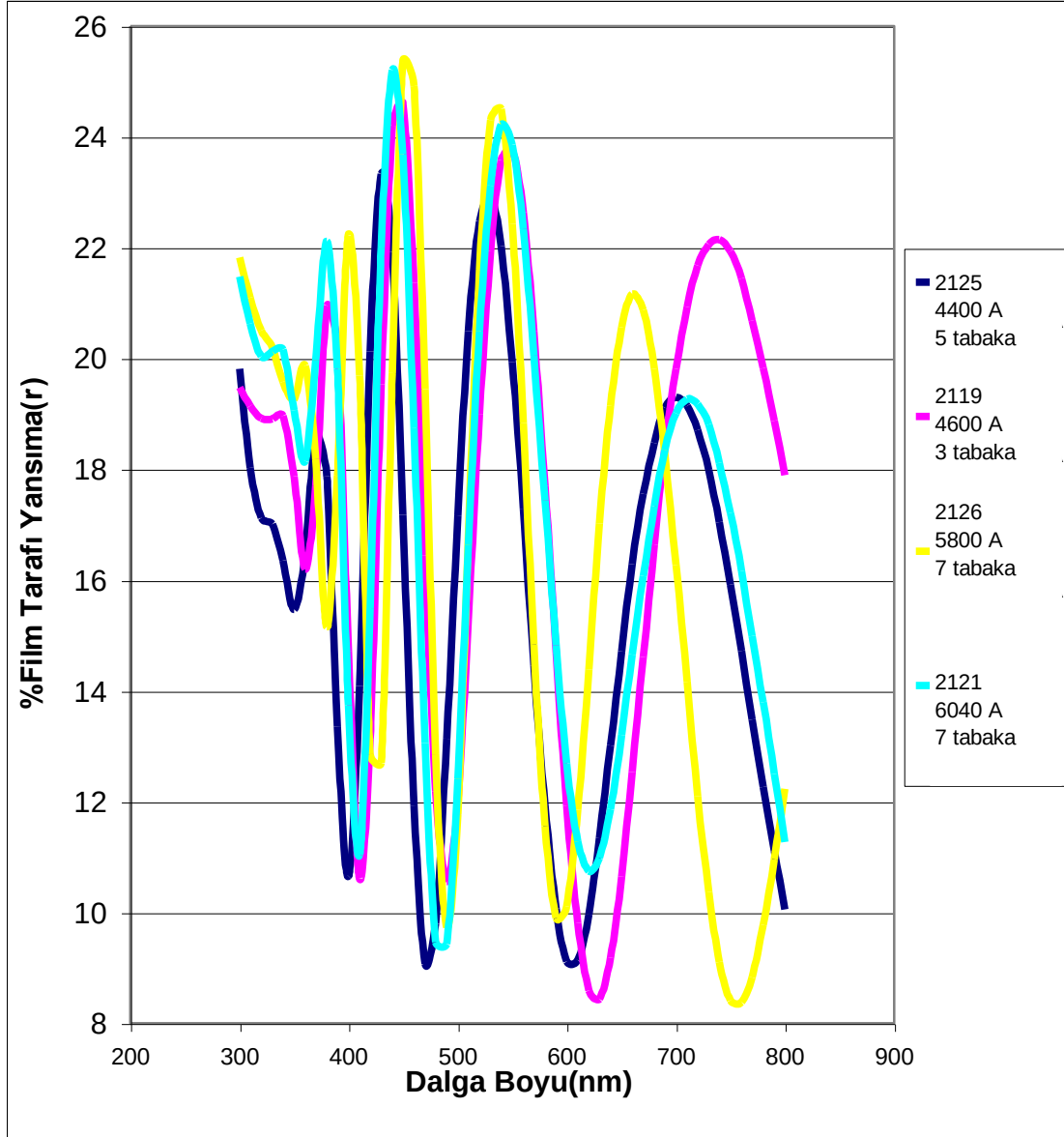


Şekil 4.8: ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinin iki farklı sıcaklıkta ısıl işlem görmesi sonucu ölçülen dalga boyu - % ışık geçirgenliğinin ısıl işlem görmemiş haliyle karşılaştırılması

4.2.3. ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga Boyu-%Film tarafı ve %Cam Tarafı Yansımaya İlişkisi

Bu grup deneylerde 300-800 nm dalga boyu aralığında filmlerin % film tarafı ve %cam tarafı yansımaya değerleri saptanarak grafik haline getirilmiştir. Şekil 4.9'da çeşitli ITO-

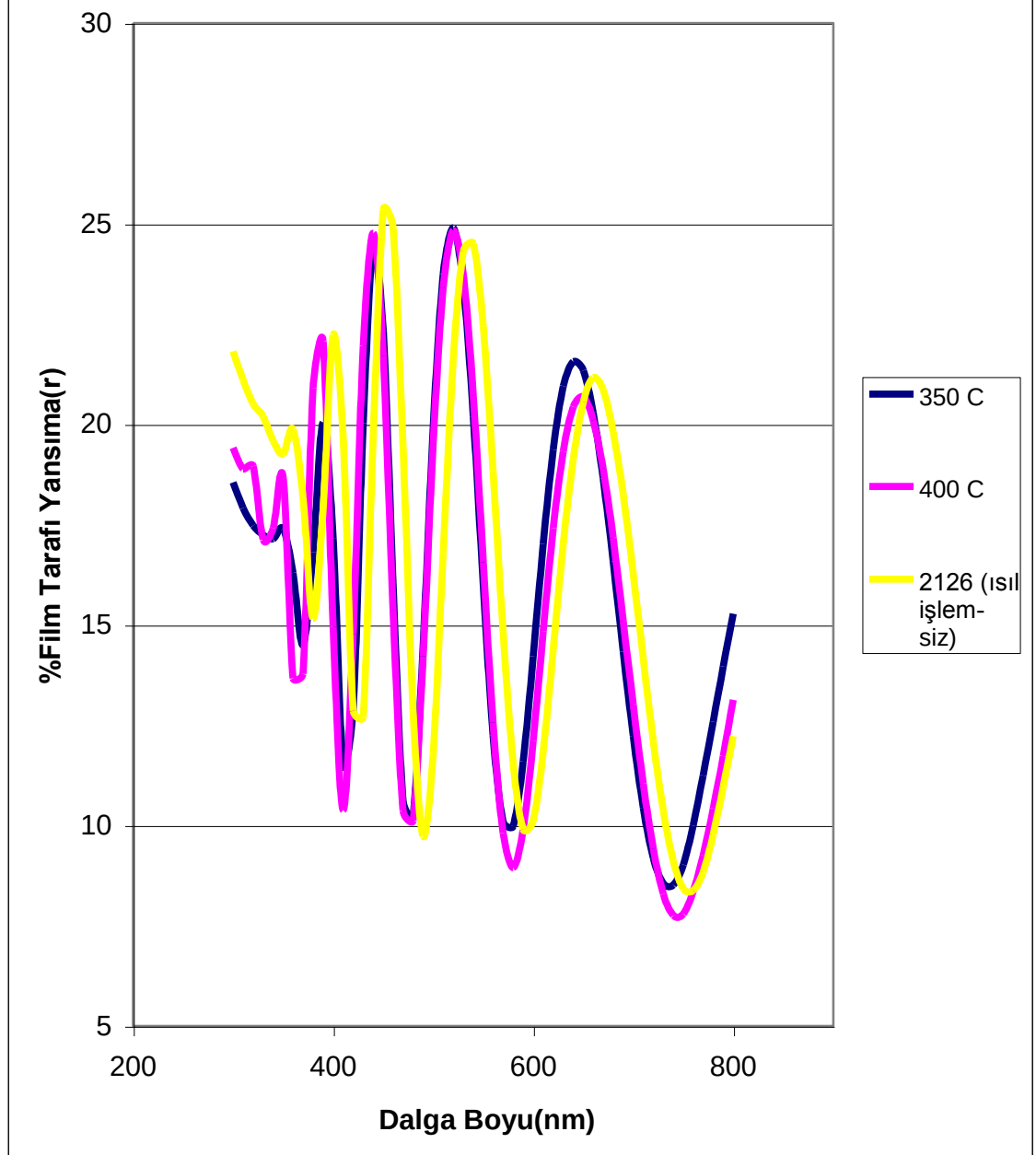
CrNi-ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında % film tarafı yansımaları değerlerinin birbirleriyle karşılaştırılması görülmektedir.



Şekil 4.9: ITO-CrNi-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %film tarafı yansımaları eğrileri

Deney parametreleri ve tabaka sayıları farklı olduğu için bu numunelerin dalga boyu-%film tarafı yansımaları eğrileri arasında net bir ilişki kurmak mümkün olmamaktadır. Bu durumun nedeni biriktirme parametrelerinin ve tabaka sayılarının birbirlerinden farklı olması nedeniyledir.

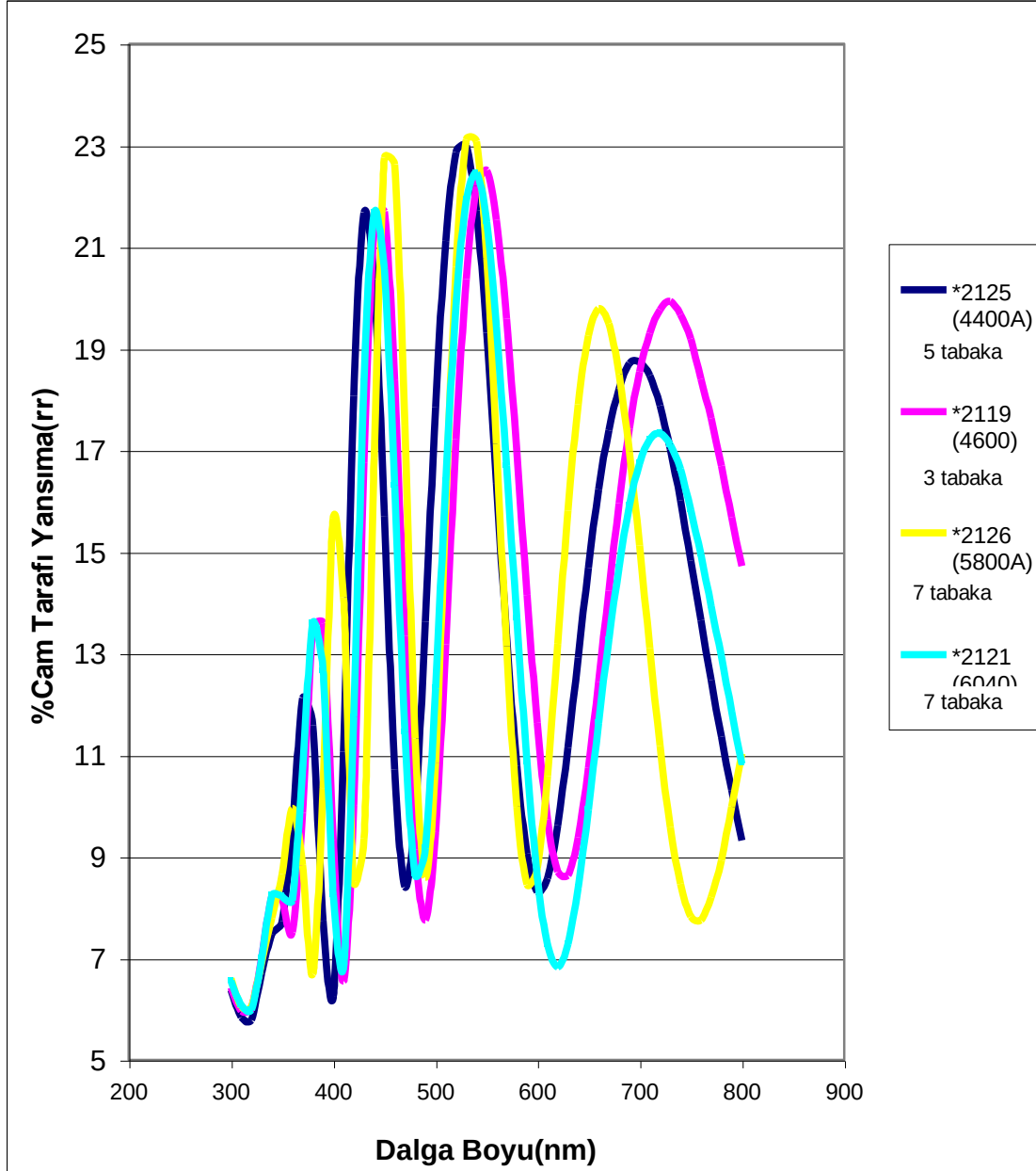
Isıl işlemin ITO-CrNi-ITO filmin %film tarafı yansımaya etkisinin gözlenmesi amacıyla 2126 numunesinin farklı sıcaklıklarda uygulanan ısıtma işlemi sonrası % film tarafı yansımaya değerleri ölçülmüştür. Şekil 4.10'da ısıtma işlemi görmüş ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesine ait dalga boyu - % film tarafı yansımaya eğrileri yer almaktadır.



Şekil 4.10: Isıtma işlemi görmüş ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesine ait dalga boyu - % film tarafı yansımaya eğrileri

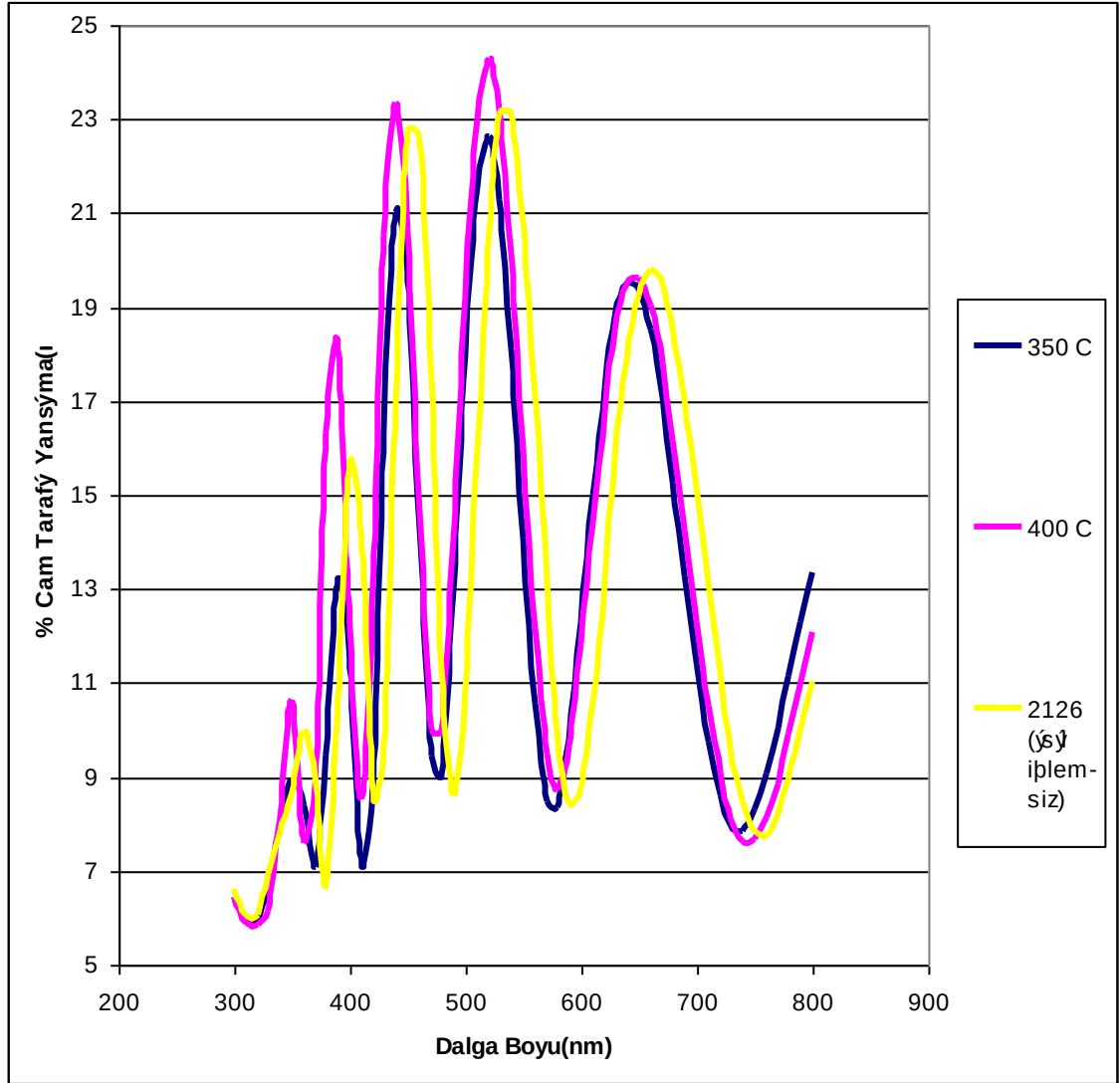
Şekilden görüldüğü üzere ısıtıl işlem uygulanması numunelerin yansımada değerlerinde dikkat çekici bir değişim gözlenmemektedir. Yansımada değerlerine oranla bu numunelerin ışık geçirgenliklerinde bir miktar artış olduğundan absorpsiyonun arttığı düşünülmektedir.

Şekil 4.11'de ITO-CrNi-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %cam tarafı yansımada eğrilerinin birbirleri ile karşılaştırılmaları yer almaktadır.



Şekil 4.11: ITO-CrNi-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %cam tarafı yansımada eğrilerinin birbirleri ile karşılaştırılmaları

Şekilde görülen maksimum ve minimum yansımalar katlı yansımalarla kaynaklanan girişim etkisi nedeniyledir. Deney parametreleri ve tabaka sayıları farklı olduğu için bu numunelerin dalga boyu-%cam tarafı yansımalar eğrileri arasında net bir bağlantı kurmak mümkün olmamaktadır. Isıl işlemin ITO-CrNi-ITO çok tabakalı numunelerinde %film tarafı yansımalarına etkisini belirlemek amacıyla 2126 numunesinin farklı sıcaklıklarda uygulanan ısıl işlem sonrası % cam tarafı yansımalar değeri ölçülmüştür. Şekil 4.12’de ısıl işlem görmüş ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinin 350°C ve 400°C’de ısıl işlem uygulanmış dalga boyu - % cam tarafı yansımalar eğrileri yer almaktadır.

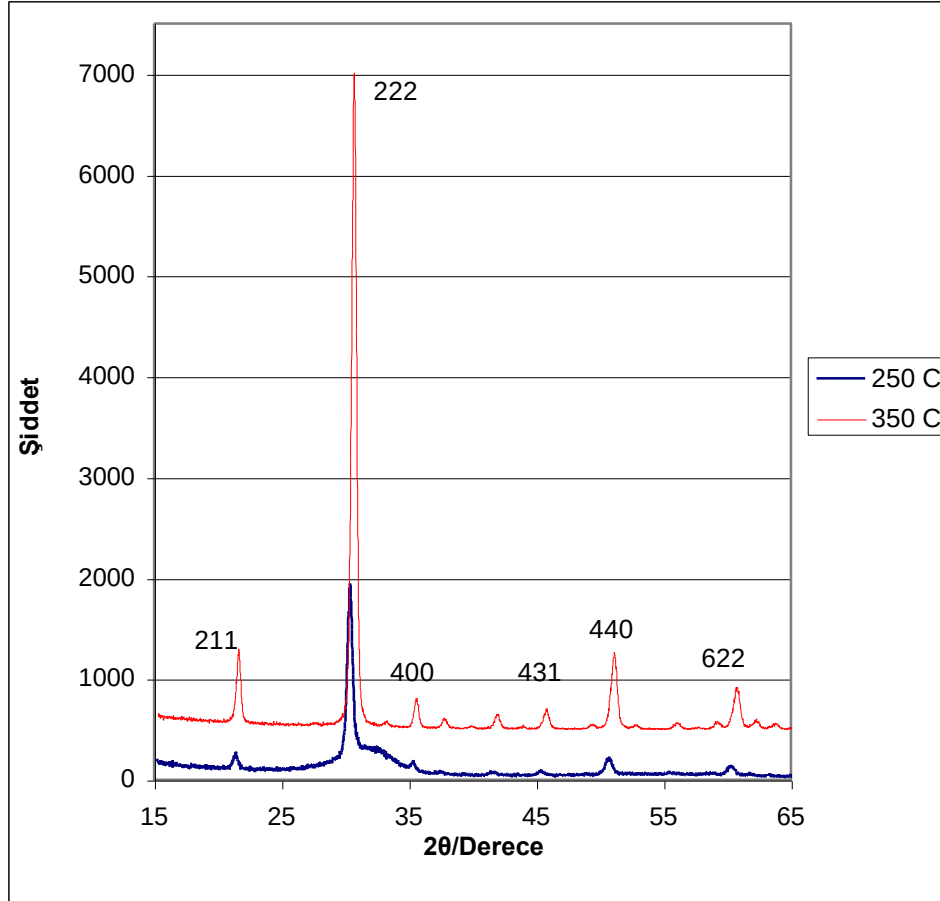


Şekil 4.12: Isıl işlem görmüş ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinin 350°C ve 400°C’de ısıl işlem uygulanmış dalga boyu - % cam tarafı yansımalar eğrileri

Isıl işlem görmüş numunelerin %cam tarafı yansıma değerlerinde dikkate değer bir değişim olmamıştır, ancak bu numunelerin %ışık geçirgenliği değerlerinde artış olduğu için absorbsiyonun azalmış olduğu düşünülmektedir.

4.2.4. ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı Yapıda XRD ve SEM Çalışması

Bu grup çalışmada, ITO-CrNi-ITO çok tabakalı filmlerde fazların tanımlanması amacı ile XRD çalışması yapılmış ve kırık yüzeyden taramalı elektron mikroskobu ile 10.000X büyütmede görüntü alınmıştır. Ayrıca, EDS analizi ile filmin elementel analizi yapılmıştır. Şekil 4.13'de ısıtılmış 2126 numunesine ait XRD paternleri yer almaktadır.

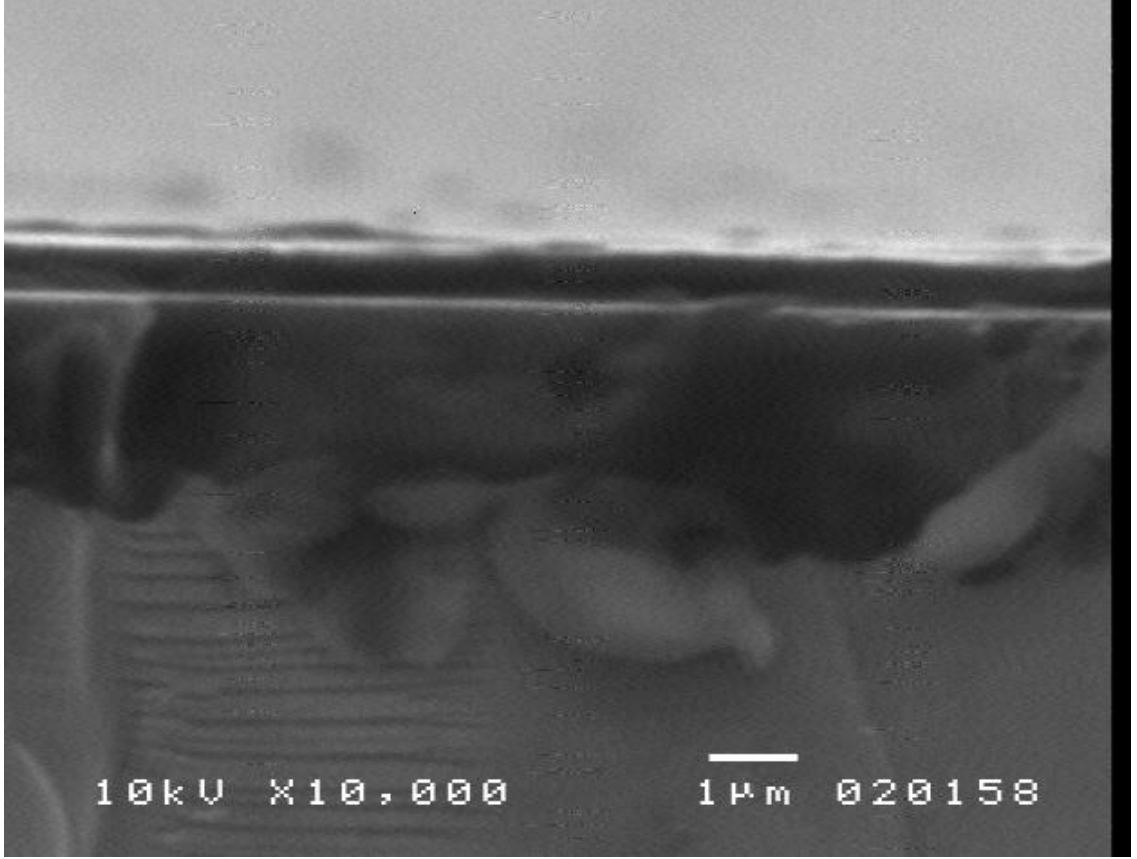


Şekil 4.13: ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı 2126 numunesinde farklı ısıtım sıcaklıklarında elde edilen piklerin birbiriyle kıyaslanması

Isıl işlem sıcaklığının artışı kristallenmenin oluşumunu teşvik etmektedir. Isıl işlem sıcaklığı 250°C'den 350°C'ye artırıldığında piklerin şiddeti artmakta ve iç gerilmelerin

artışından ötürü sağa doğru ötelenmektedir(29). Isıl işlem görmüş numunelerin difraksiyon paternleri 06-0416, 44-1087 referans kodlu In_2O_3 difraksiyon paternleri ile karşılaştırıldığında aynı difraksiyon paternini verdiği gözlenmiştir.

ITO-CrNi-ITO çok tabakalı kaplamalarının kırık yüzeyine SEM çalışması yapılarak film görüntülenmiştir Şekil 4.14'de ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinde 10.000X büyütmede SEM görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 4.14: ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X büyütmede alınmış SEM görüntüsü

Fotoğrafın üst bölümündeki koyu renk şerit ITO-CrNi-ITO filmidir. Altlık malzeme olan cam fotoğrafta filminden ayrı olarak ayırt edilebilmektedir.

Elementel kompozisyonu belirlenmek amacı ile ITO-CrNi-ITO çok tabakalı 2126 numunesinin yüzeyinden EDS analizi alınmıştır.Tablo 4.3'de ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı 2126 numunesine ait EDS analizi sonuçları yer almaktadır.

Tablo 4.3: ITO-CrNi-ITO Çok Tabakalı 2126 numunesine ait EDS analizi sonuçları

Bileşenler	Atomsal%	Ağırlıkça%
O-K	40	8.49
In-L	53.64	81.62
Sn-L	6.29	9.89
Cr-L	0	0
Ni-L	0	0

Tabloda Cr ve Ni değerlerinin 0 olduğu görülmektedir. EDS analizinde %1'in altında element içermesi durumunda sonuç alınamamaktadır. EDS analizinde Sn yaklaşık %10 düzeyinde bulunduğu halde XRD' de Sn pikine rastlanmamasının nedeni Sn' nin yapıda amorf halde bulunmasıdır.

4.3. ITO-Ag-ITO Çok Tabakalı Yapılar

Bu grup deneylerde ITO film tabakaları arasına ince Ag tabakası biriktirilerek elde edilen çok tabakalı yapılarda; yüzey direnci, %ışık geçirgenliği, %film tarafı ve %cam tarafı yansımaya değerleri ölçülmüştür. Ayrıca ITO-Ag-ITO çok tabakalı sistemine ısıtma işlemi uygulanmıştır. Isıtma işlemi uygulanan numunede %ışık geçirgenliği, %film tarafı ve %cam tarafı yansımaya değerleri ölçülmüştür. Fazların tanımlanması amacı ile XRD çalışması yapılmış, kırık yüzeye SEM çalışması yapılarak film görüntülenmiştir.

4.3.1. ITO-Ag-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Kaplama Kalınlığı- Yüzey Direnci İlişkisi

Bu grup çalışmada ITO-Ag-ITO çok tabakalı sistemleri çeşitli tabaka sayısında biriktirilerek yüzey dirençleri ölçülmüştür.

Tablo 4.4'de ITO-Ag-ITO çok tabakalı sistemlerden elde edilen deney sonuçları yer almaktadır. Bu ölçüm sonuçlarına ilişkin deneysel veriler bir önceki bölümde Tablo 3.4'de verilmiştir.

Tablo 4.4: ITO-Ag-ITO numunelerinin kaplama kalınlığı-yüzey direnci ölçüm sonuçları

Numune Adı	Kaplama Kalınlığı (Å)	Tabaka Sayısı	Yüzey Direnci ($\Omega/\square$)
2132	1953	5	25.5
2130	1976	3	16.1
2129	2705	3	11.5
2128	2800	3	8.9
2133	2880	7	16.5
2135	3700	7	17.8

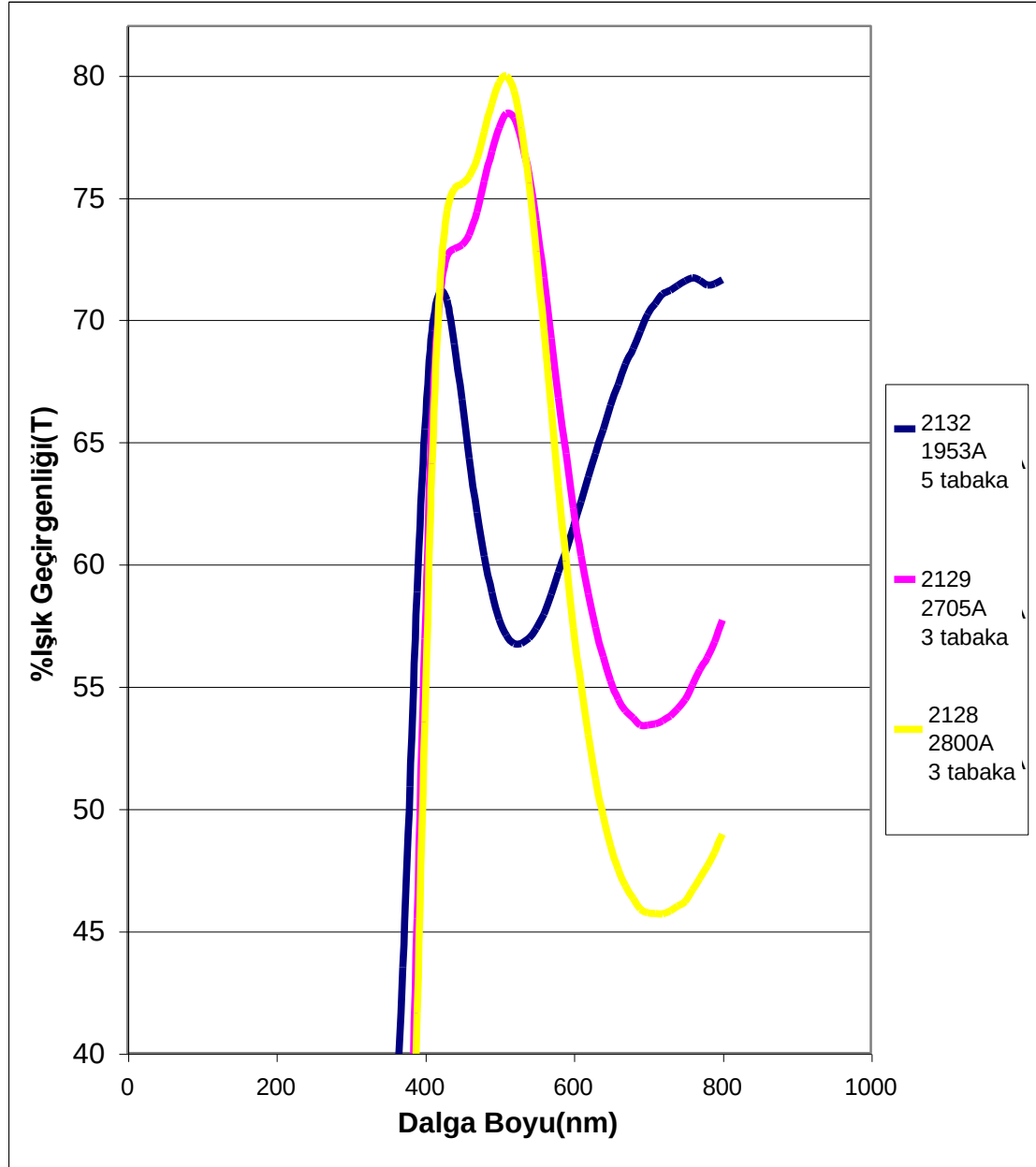
Tablodan görüleceği üzere kaplama kalınlığı ile yüzey direnci arasında lineer bir ilişki görülmemektedir. Lineer bir ilişkinin elde edilememiş olmasının nedeninin numunelerin farklı tabaka sayısına sahip olmaları ve farklı biriktirim şartlarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.3.2 ITO-Ag-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga boyu-%Işık Geçirgenliği İlişkisi

Bu grup deneylerde 300-800 nm dalga boyu aralığında filmlerin % ışık geçirgenlik değerleri saptanarak grafik haline getirilmiştir. Şekil 15'de çeşitli ITO-Ag-ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında %ışık geçirgenliklerinin birbirleriyle karşılaştırılmaları görülmektedir.

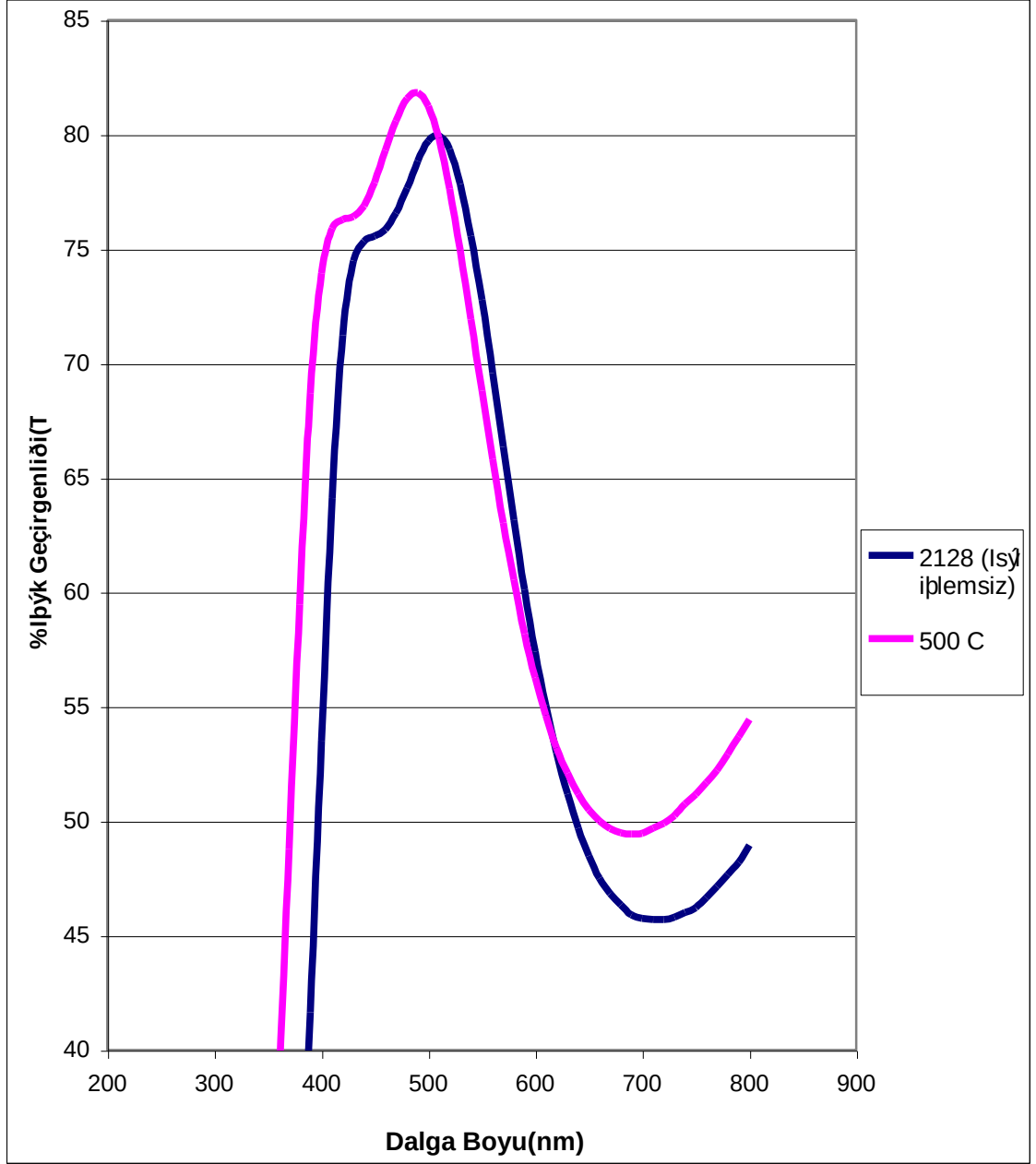
Şekilde 2128 ve 2129 numuneleri 3, 2132 numunesi ise 5 tabakadan oluşmuştur. 2128 ve 2129 numunelerinin ITO-Ag-ITO geçiş sayıları 4/1/4 olup, 2132 numunesinin geçiş sayısı 3/1/3 şeklindedir. Ayrıca bu 3 sistemden Ag en yüksek güç değeri ile 2132 numunesinde biriktirilmiştir. 2128 ve 2129 numunelerinin biriktirme parametreleri birbirine daha yakın olup benzer geçirgenlik eğrileri verdikleri görülmektedir. 2132 numunesi ise farklı tabaka sayısına sahip olduğu için diğer iki kaplama ile kıyaslanamamaktadır. Bu deneylerde en iyi ışık geçirgenliğine sahip olan kaplama 2128 numunesi olup, optik ve elektriksel özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmaktadır.

Isıl işlem görmüş ITO-Ag-ITO filmin %ışık geçirgenliğine ısıtılmanın etkisinin gözlenmesi amacıyla 2128 numunesinin uygulanan ısıtılma sonrası % film tarafı yansımaları ölçülmüştür.



Şekil 4.15: ITO-Ag-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %ışık geçirgenliğinin birbirleriyle karşılaştırılmaları

Şekil 4.16'da ısıtılmış ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin dalga boyu - % film tarafı yansıması ısıtılmamış haliyle karşılaştırılması yer almaktadır.

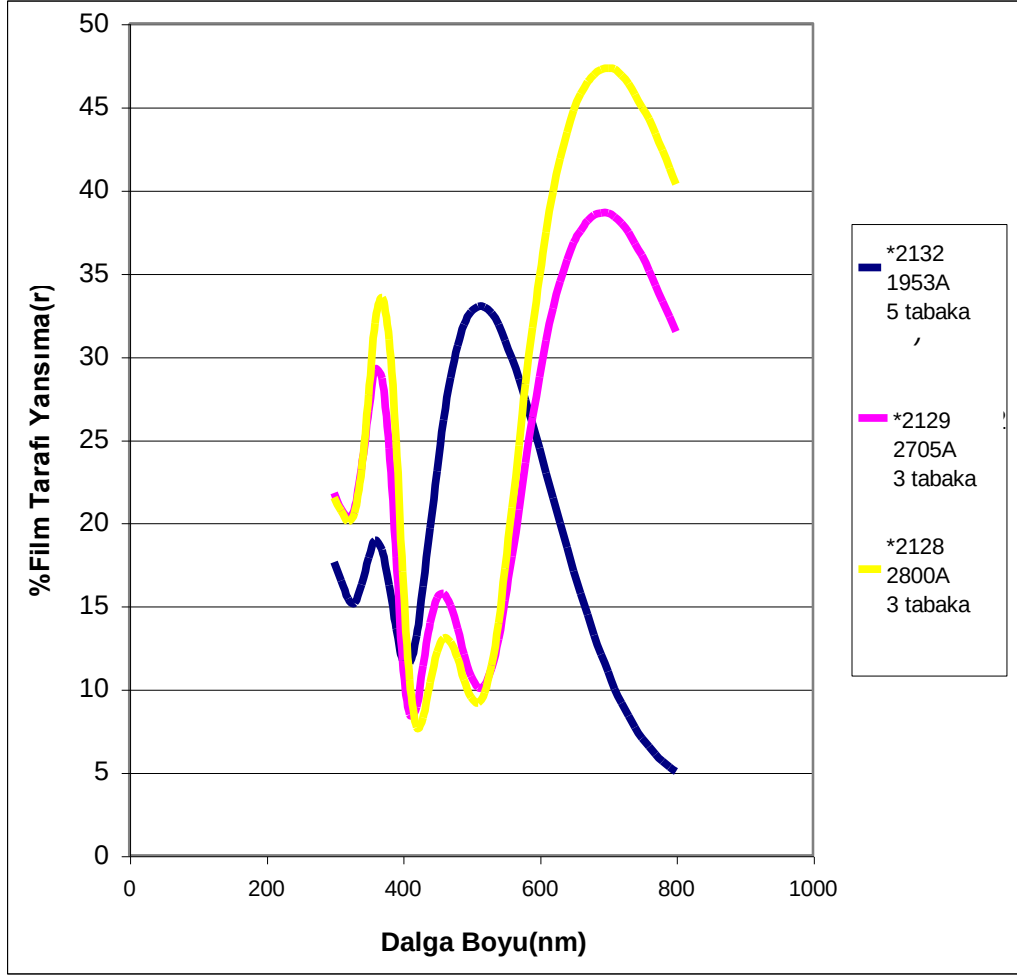


Şekil 4.16: ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin ısıtılma işlemi sonucu ölçülen dalga boyu - % ışık geçirgenliği eğrisinin ısıtılma işlemi görmemiş haliyle karşılaştırılması

Şekilden ışık geçirgenliğinin arttığı ve maksimum geçirgenliğin olduğu dalga boyunun daha küçük değerlere kaymış olduğu görülmektedir. Işık geçirgenliğinin artışının nedeni ısıtılmanın yol açtığı oksidasyon sonucu şeffaflaşmadır.

4.3.3. ITO-Ag-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga Boyu-%Film tarafı ve %Cam Tarafı Yansımaya İlişkisi

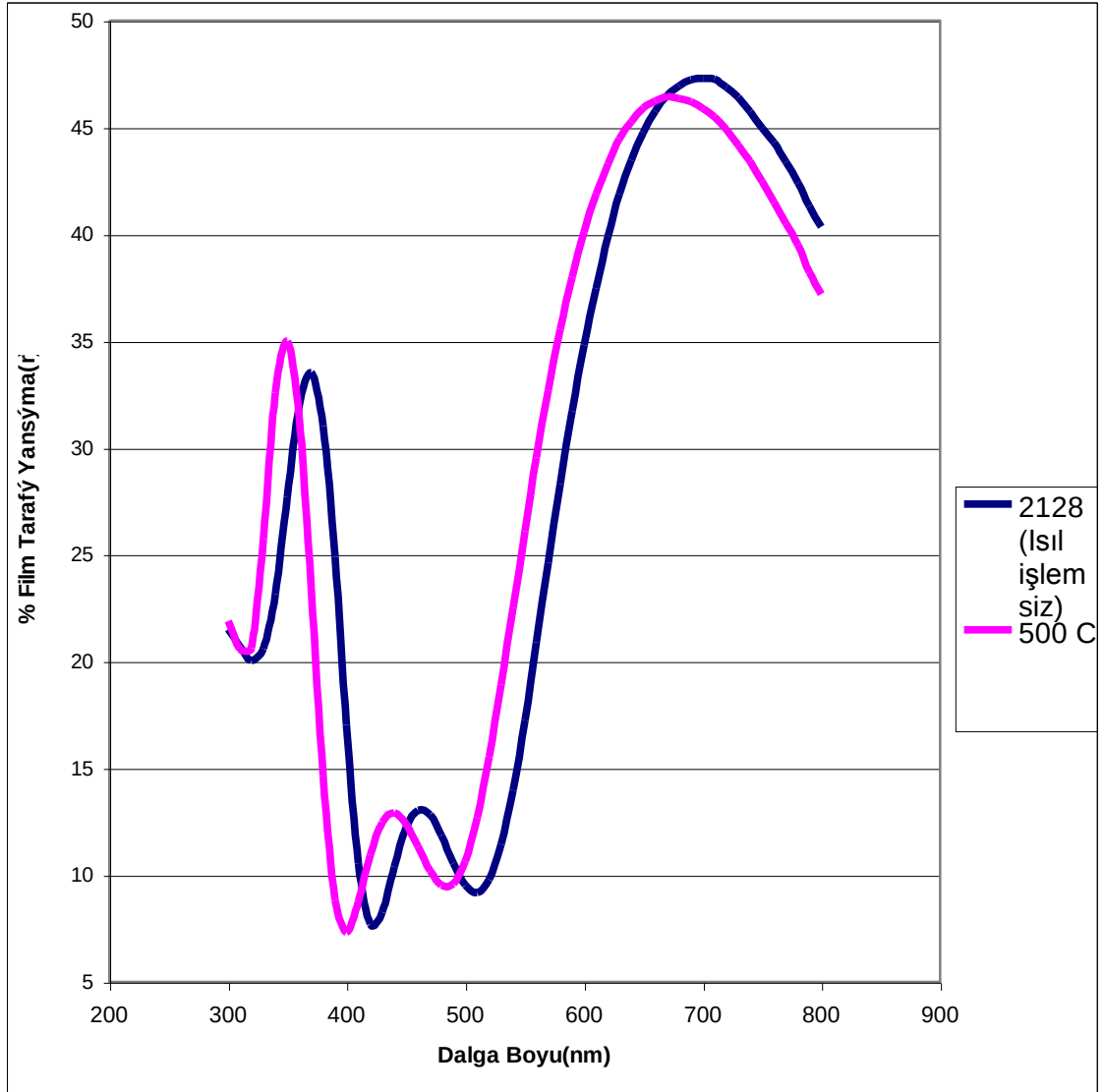
Bu grup deneylerde 300-800 nm dalga boyu aralığında filmlerin % film tarafı ve %cam tarafı yansımaya değerleri saptanarak grafik haline getirilmiştir. Şekil 4.17’de çeşitli ITO-Ag-ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında % film tarafı yansımaya değerlerinin birbirleriyle karşılaştırılmaları görülmektedir.



Şekil 4.17: ITO-Ag-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %film tarafı yansımaya karşılaştırmaları

Şekilden de görüldüğü üzere 2128 ve 2129 numuneleri benzer biriktirme parametreleri ve yakın kalınlıklarda olduklarından yansımaya eğrileri benzerlik göstermektedir. 2132 numunesi ise 5 tabakalı yapıda olduğu için farklı bir yansımaya vermekte olup diğer iki numunenin yansımaya eğrileri ile kıyaslanması mümkün olmamaktadır.

Isıl işlem görmüş ITO-Ag-ITO filmin %ışık geçirgenliğine ısıtılmanın etkisinin gözlenmesi amacıyla 2128 numunesinin uygulanan ısıtılma sonrası % film tarafı yansıması ölçülmüştür. Şekil 4.18’da ısıtılma görmüş ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin dalga boyu - % film tarafı yansıması ısıtılma görmemiş haliyle karşılaştırılması yer almaktadır.

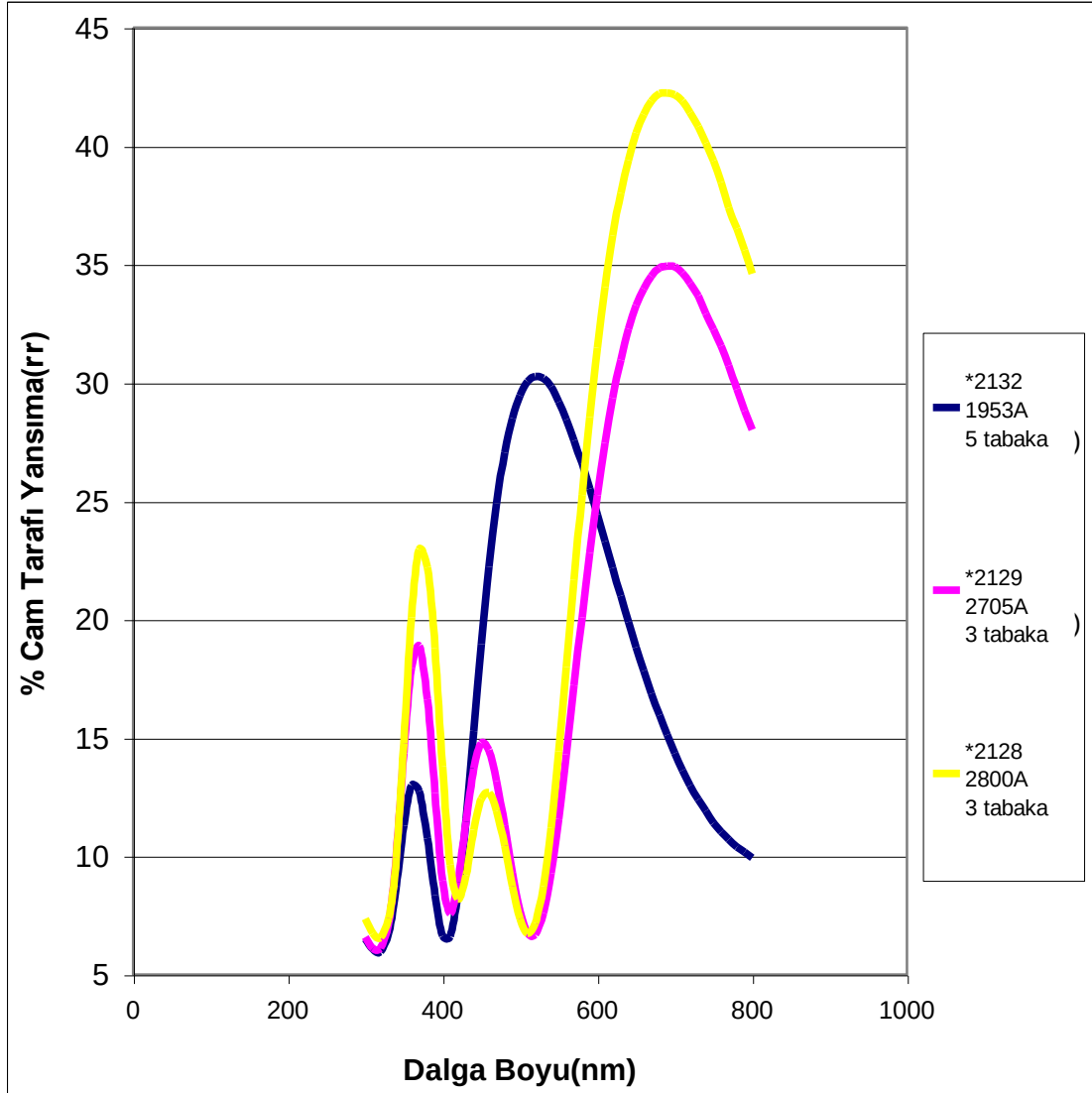


Şekil 4.18: ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin ısıtılma görmesi sonucu ölçülen dalga boyu - % film tarafı yansıma eğrisinin ısıtılma görmemiş haliyle karşılaştırılması

Şekilden görüldüğü üzere ısıtılma uygulanması yansıma değerlerinde dikkate değer bir değişime neden olmamakla birlikte yansıyan ışığın dalga boyunu daha küçük dalga boyuna gerilettiği görülmektedir. Isıl işlem sonucu %ışık geçirgenliğinin artmış

olmasına rağmen yansılarda fazla bir değişimin olmaması absorpsiyonun azaldığı görülmektedir.

Şekil 4.19'da çeşitli ITO-Ag-ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında % cam tarafı yansıma değerlerinin birbirleriyle karşılaştırılması görülmektedir.

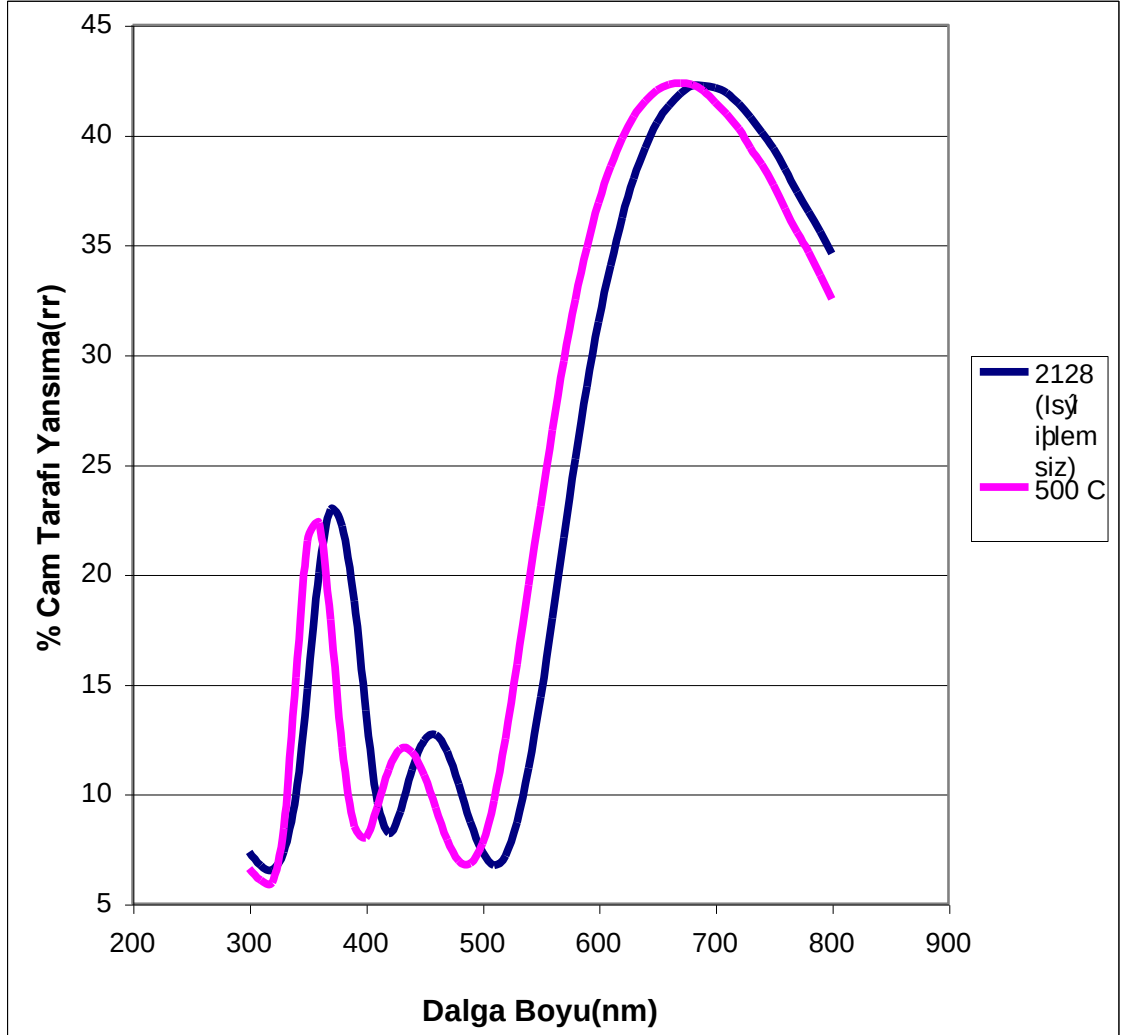


Şekil 4.19: ITO-Ag-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - % cam tarafı yansıma birbirleriyle karşılaştırılması

Şekilde katlı yansımaların neden olduğu maksimum ve minimum pikleri görülmektedir. Şekilden de görüldüğü üzere 2128 ve 2129 numuneleri benzer biriktirme parametreleri ve yakın kalınlıklarda olduklarından yansıma eğrileri benzerlik göstermektedir. 2132

numunesi ise 5 tabakalı yapıda olduğu için farklı bir yansımaya vermekte olup diğer iki numunenin yansımaya eğrileri ile kıyaslanması mümkün olmamaktadır.

Isıl işlem görmüş ITO-Ag-ITO filmin %ışık geçirgenliğine ısıtılmanın etkisinin gözlenmesi amacıyla 2128 numunesinin uygulanan ısıtılma sonrası % cam tarafı yansımaya ölçülmüştür. Şekil 4.20’de ısıtılma görmüş ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin dalga boyu - % cam tarafı yansımaya ısıtılma görmemiş haliyle karşılaştırılması yer almaktadır.



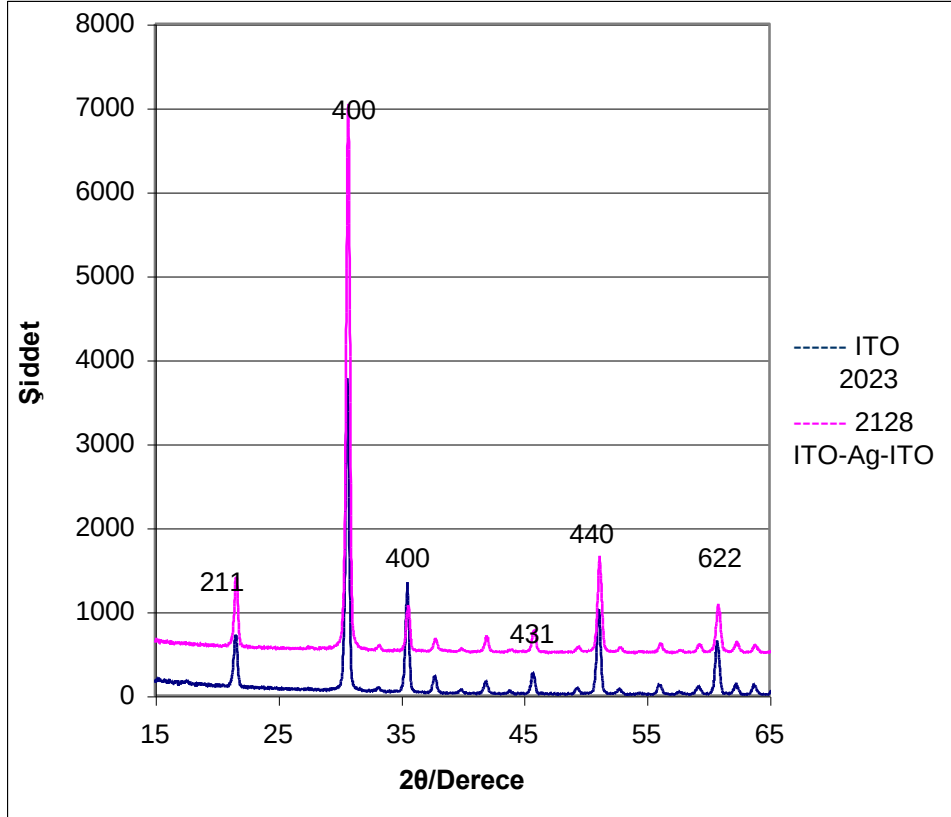
Şekil 4.20: ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin ısıtılma sonrası sonucu ölçülen dalga boyu - % cam tarafı yansımaya eğrisinin ısıtılma görmemiş haliyle karşılaştırılması

Şekilden görüldüğü üzere ısıtılma uygulanması yansımaya değerlerinde dikkate değer bir değişime neden olmamakla birlikte yansıyan ışığın dalga boyunu daha küçük dalga

boyuna gerilettiği görülmektedir. Isıl işlem sonucu %ışık geçirgenliğinin artmış olmasına rağmen yansılarda fazla bir değişimin olmaması absorbsiyonun azaldığı görülmektedir.

4.3.4. ITO-Ag-ITO Çok Tabakalı Yapıda XRD ve SEM Çalışması

Bu grup çalışmada, ITO-Ag-ITO çok tabakalı yapılarda fazların tanımlanması amacı ile XRD çalışması yapılmış ve kırık yüzeyden taramalı elektron mikroskobu ile 10.000X büyütmede görüntü alınmıştır. Bu numunelere, 2126 ITO-NiCr-ITO numunesine uygulanan EDS analizi sonuçları göz önünde bulundurularak EDS analizi yapılmasına gerek duyulmamıştır. Şekil 4.21’de ısıl işlem uygulanmış 2128 numunesine ait XRD paterni yer almaktadır.

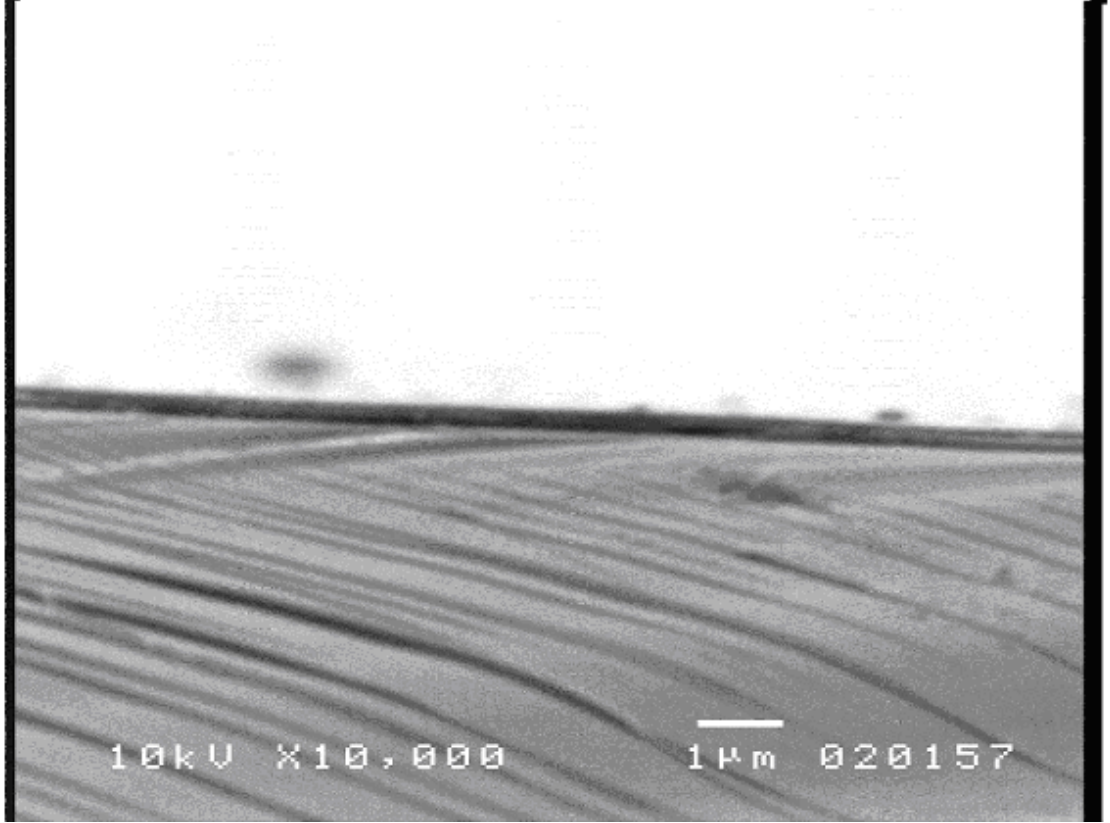


Şekil 4.21: Isıl işlem uygulanmış 2128 numunesine ait XRD paternleri

Isıl işlem sıcaklığının artışı kristallenmenin oluşumunu teşvik etmektedir. Isıl işlem 500°C’de gerçekleştirilmiştir. Sıcaklık artırıldığında piklerin şiddeti artmaktadır. Piklerin sağa doğru ötelenmeleri Ag ilavesinin ve ısıl işlemin iç gerilmeleri arttırmasından

dolayıdır(29). Isıl işlem görmüş numunelerin difraksiyon paternleri 06-0416, 44-1087 referans kodlu In_2O_3 difraksiyon paternleri ile karşılaştırıldığında aynı difraksiyon paternini verdiği gözlenmiştir.

ITO-Ag-ITO çok tabakalı kaplamalarının kırık yüzeyine SEM çalışması yapılarak film görüntülenmiştir Şekil 4.22'de ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinde 10.000X büyütmede SEM görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 4.22: ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2128 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X büyütmede alınmış SEM görüntüsü

Fotoğrafın ortasındaki koyu renk şerit ITO-Ag-ITO filme aittir. Film, numunenin kırılması esnasında bir miktar kalkmış; bu nedenle altlığın bir miktar gerisinden başlamış gibi görünmektedir. Çizgiler camın kırılma izleridir.

4.4. ITO-Cu-ITO Çok Tabakalı Yapılar

Bu grup deneylerde ITO film tabakaları arasına ince Cu tabakası biriktirilerek elde edilen çok tabakalı yapılarda; yüzey direnci, %ışık geçirgenliği, %film tarafı ve %cam tarafı yansıma değerleri ölçülmüştür. Kırık yüzeye SEM çalışması yapılarak film görüntülenmiştir.

4.4.1. ITO-Cu-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Kaplama Kalınlığı- Yüzey Direnci İlişkisi

Bu grup çalışmada ITO-Cu-ITO çok tabakalı sistemleri çeşitli tabaka sayısında biriktirilerek yüzey dirençleri ölçülmüştür. Tablo 4.5'te ITO-Cu-ITO çok tabakalı sistemlerden elde edilen deney sonuçları yer almaktadır. Bu ölçüm sonuçlarına ilişkin deneysel veriler bir önceki bölümde Tablo 3.5'te verilmiştir.

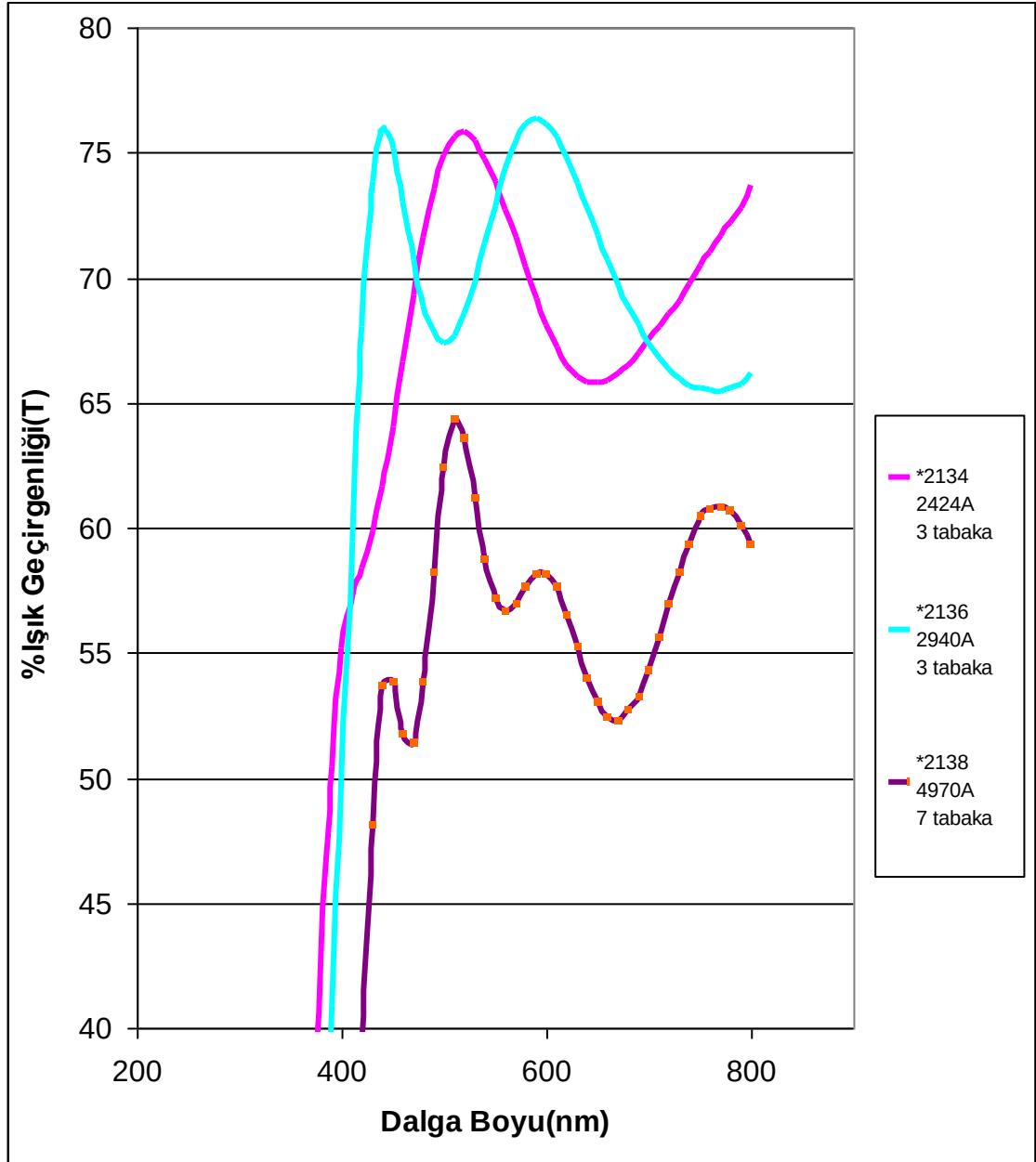
Tablo 4.5: ITO-Cu-ITO numunelerinin kaplama kalınlığı-yüzey direnci ölçüm sonuçları

Numune Adı	Kaplama Kalınlığı (Å)	Tabaka Sayısı	Yüzey Direnci ($\Omega/\square$)
2134	2424	3	23.4
2131	2700	3	4.5
2136	2940	3	18.5
2138	4970	7	9.4

Tablodan görüleceği üzere kaplama kalınlığı ile yüzey direnci arasında lineer bir ilişki görülmemektedir. Lineer bir ilişkinin elde edilememiş olmasının nedeninin numunelerin farklı tabaka sayısına sahip olmaları ve farklı biriktirim şartlarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.4.2. ITO-Cu-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga boyu-%ışık Geçirgenliği İlişkisi

Bu grup deneylerde 300-800 nm dalga boyu aralığında filmlerin % ışık geçirgenlik değerleri saptanarak grafik haline getirilmiştir. Şekil 4.23'de çeşitli ITO-Cu-ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında %ışık geçirgenliklerinin birbirleriyle karşılaştırılmaları görülmektedir.



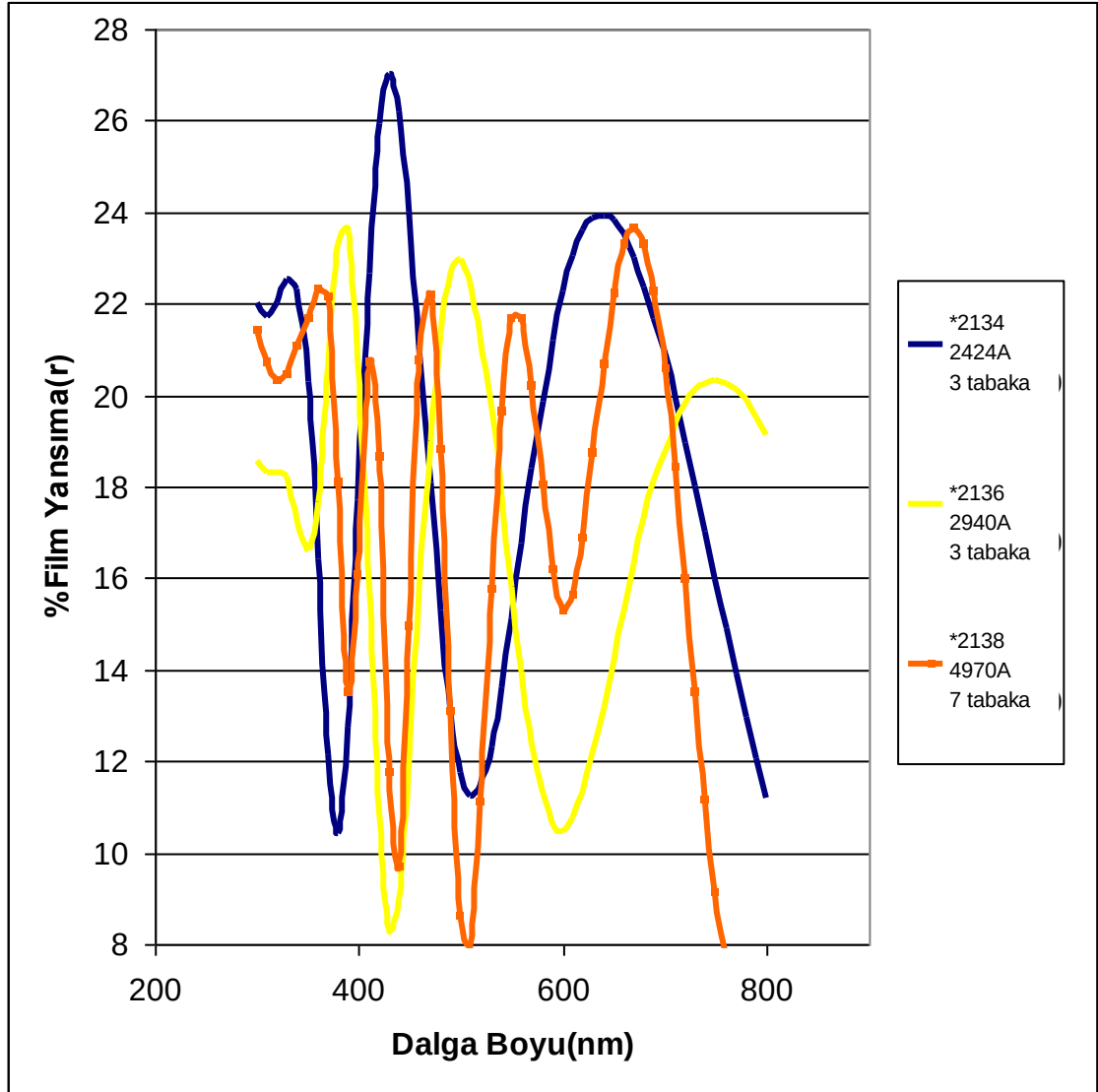
Şekil 4.23: ITO-Cu-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %ışık geçirgenliğinin birbirleri ile karşılaştırılmaları

Şekilde katlı yansımaların neden olduğu maksimum ve minimum pikleri görülmektedir. 2134 ve 2136 numuneleri 3 tabakalı 2138 numunesi ise 7 tabakalıdır. Bu yapılar ITO kaplamaların geçiş sayıları sırasıyla 4-5-5 şeklindedir. 2134 ve 2136 numunelerinin farklı dalga boyu aralıklarında maksimum piki verme nedenlerinin kalınlığa bağlı kayma olduğu düşünülmektedir. 2138 numunesi ise tabaka sayısının farklı oluşu nedeniyle tamamiyle farklı karakteristiklere sahip olup diğer iki numune ile karşılaştırılması mümkün olmamaktadır. Bu grup deneylerde 2134 ve 2136

numunelerinin kaplama parametreleri optimize edilerek daha ince tabakalı yapılar ile daha yüksek optik özelliklerin eldesi hedeflenmektedir.

4.4.3. ITO-Cu-ITO Çok Tabakalı Numunelerinde Dalga Boyu-%Film tarafı ve %Cam Tarafı Yansım İlişkisi

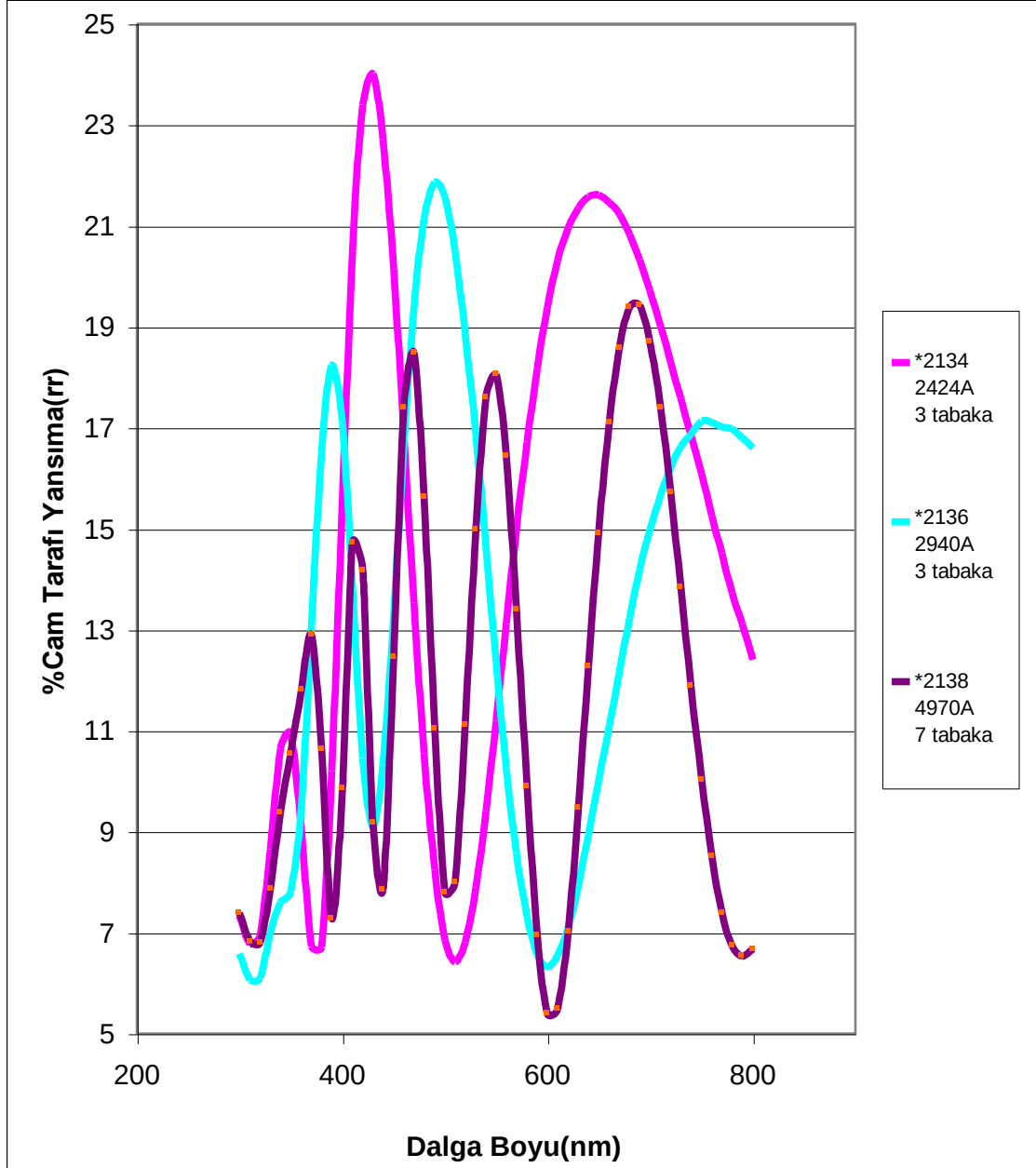
Bu grup deneylerde 300-800 nm dalga boyu aralığında filmlerin % film tarafı ve %cam tarafı yansım değerleri saptanarak grafik haline getirilmiştir. Şekil 4.24'de çeşitli ITO-Cu-ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında % film tarafı yansım değerlerinin birbirleriyle karşılaştırılmaları görülmektedir.



Şekil 4.24: ITO-Cu-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - %film tarafı yansım karşılaştırmaları

Deney parametreleri ve tabaka sayıları farklı olduğu için bu numunelerin dalga boyu-%cam tarafı yansımaya eğrileri arasında net bir bağlantı kurmak mümkün olmamaktadır.

Şekil 4.25’de çeşitli ITO-Cu-ITO numunelerinin 300-800 nm dalga boyu aralığında % cam tarafı yansımaya değerlerinin birbirleriyle karşılaştırılmaları görülmektedir.

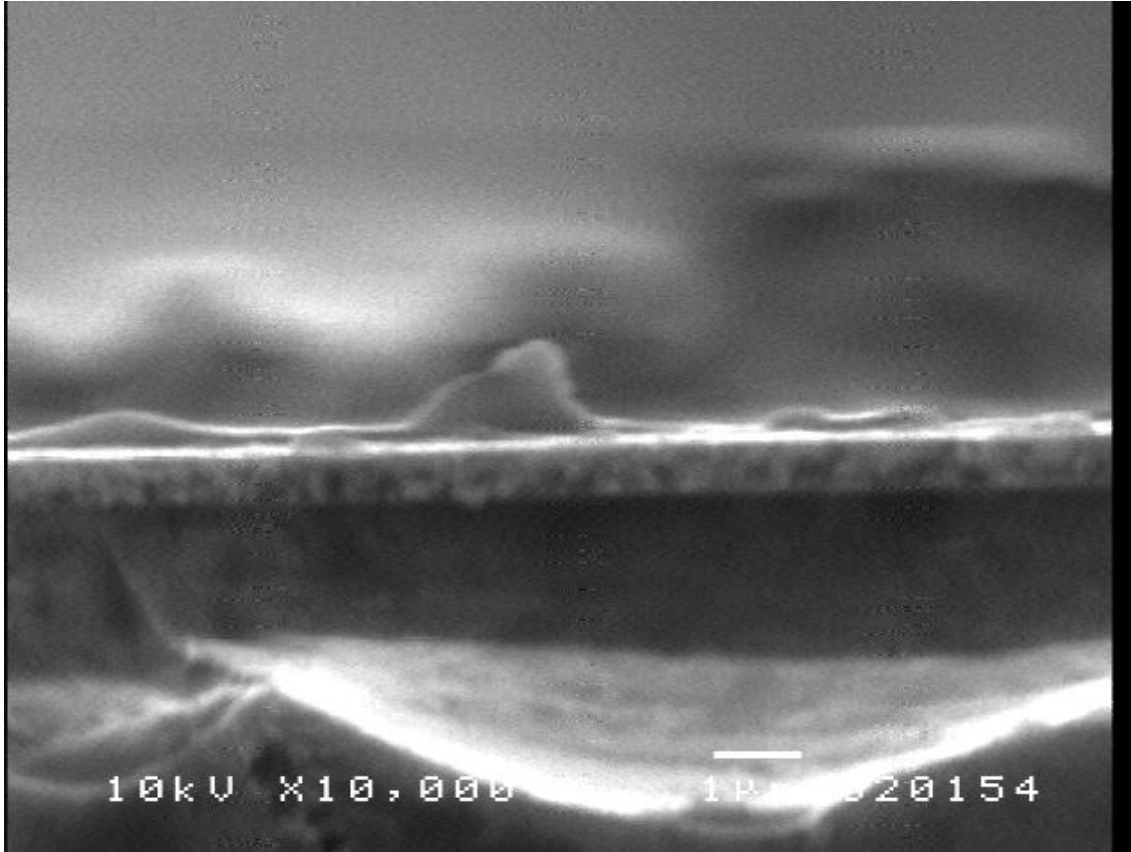


Şekil 4.25: ITO-Cu-ITO çok tabakalı numunelerinin dalga boyu - % cam tarafı yansımaya birbirleri ile karşılaştırılmaları

Deney parametreleri ve tabaka sayıları farklı olduğu için bu numunelerin dalga boyu-%cam tarafı yansıma eğrileri arasında net bir bağlantı kurmak mümkün olmamaktadır.

4.4.4. ITO-Cu-ITO Çok Tabakalı Yapıda SEM Çalışması

Bu grup çalışmada, ITO-Cu-ITO çok tabakalı yapılarda fazların tanımlanması amacı ile XRD çalışması yapılmış ve kırık yüzeyden taramalı elektron mikroskobu ile 10.000X büyütmede görüntü alınmıştır. Şekil 4.26'da ısıtılmış ITO-Ag-ITO çok tabakalı 2138 numunesinde 10.000X büyütmede SEM görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 4.26: Isıl işlem görmüş 2138 numunesinin kırık yüzeyinden 10.000X büyütmede alınmış SEM görüntüsü

Şeklin ortasında yer alan hat kaplamaya ait bir görüntüdür. Bu hattın pürüzlü olmasının nedeni, ısıtılmanın yol açtığı amorf yapıdan kristal yapıya geçmesidir. Taramalı elektron mikroskobunda amorf yapı pürüzsüz görüntülenirken kristalin yapılar daha az pürüzsüz görüntülenmektedir.

5. GENEL SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında DC reaktif magnetron sıçratma tekniği ile ITO ince filmler ve ITO-CrNi-ITO, ITO-Ag-ITO, ITO-Cu-ITO çok tabakalı yapılar üretilmiştir. Deneyler Şişecam Topkapı Araştırma Merkezi'nde gerçekleştirilmiş olup ITO ve ITO-metal-ITO çok tabakalı yapıların kalınlık - direnç ilişkisi ve görünür dalga boyu aralığında %ışık geçirgenlik (T), %film tarafı(r) ve %cam tarafı(rr) yansımaya değerleri ölçülmüştür. Bu ince filmlerin güneş pillerinde kullanılması düşünüldüğü ve bu nedenle ısıtma işlemi tabi tutulacağı için çeşitli sıcaklıklarda ısıtma işlemleri uygulanmış ve bu numunelerin ısıtma işlemi sonrası %ışık geçirgenlik (T), %film tarafı(r) ve %cam tarafı(rr) yansımaya ölçümleri tekrarlanmıştır. Ayrıca bu numunelerde ısıtma işleminin etkisini gözlemlemek amacı ile XRD çalışması da yapılmıştır.

Elde edilen sonuçlar ışığında,

- ITO filmlerde kalınlık artışı ile birlikte yüzey dirençlerinde bir azalma olmaktadır.
- ITO filmlerde ve diğer üç tür ITO-metal-ITO çok tabakalı yapılarda kalınlık artışı ile birlikte %ışık geçirgenlik (T), %film tarafı(r) ve %cam tarafı(rr) yansımaya eğrilerindeki pikler giderek sağa doğru kaymaktadır. Kalınlık artışı ile beraber ışık geçirgenlikleri azalmakta ve yansımalar ise fazla değişmemektedir.
- ITO-metal-ITO çok tabakalı sistemlerinde en az % ışık geçirgenliği kaybı 2126 numaralı ITO-CrNi-ITO numunesinden alınmıştır. Bu numunenin film kalınlığının diğer numunelerin film kalınlıkları ile kıyaslandığında daha fazla bir film kalınlığına sahip olmasına karşın %ışık geçirgenliği kaybının az olmasının nedeni CrNi tabakasının Ag ve Cu' ya göre çok daha ince kaplanabilir olması ve bunun yanında Ag, Cu ve NiCr' nin kırılma indisleri ile ilintilidir.
- Isıtma işlemi sonrası ince filmlerin %ışık geçirgenlik (T) değerlerinin arttığı gözlenmiştir. Bu durum, ısıtma işlemi sonucu oksidasyonun artışı nedeniyle. % film tarafı(r) ve %cam tarafı(rr) değerlerinin ise fazlaca değişmediği

gözlenmiştir. Sonuç olarak ısıtıl işlem sonucu yansılarda dikkate değer bir değişim olmazken ışık geçirgenliği artmış, absorpsiyon ise azalmıştır.

- Elde edilen X-ışınları diyagramında ITO 2063 numunesinin kısmen amorf yapıya sahip olduğu ancak ısıtıl işlem ile kristalin yapıya dönüştüğü ve bu numuneden alınan paternin 44-1087 ve 06-0416 referans numaralı In_2O_3 paternleri ile uyum içerisinde olduğu gözlenmiştir.
- ITO ve ITO-metal-ITO çok tabakalı yapılardan elde edilen X ışınları paternleri 44-1087 ve 06-0416 referans numaralı In_2O_3 paternleri ile uyum içinde olduğu görülmüştür. X-ışınları diyagramında kalay pikine rastlanmaması kalayın, sistemde amorf halde bulunması nedeniyledir. Çok tabakalı yapılarda kullanılan CrNi, Ag ve Cu' a ait herhangi bir pike rastlanmamasının nedeni sistemdeki bu metallerin ağırlıkça oranının %3'ün çok altında olması nedeniyledir.
- Üretilen ince filmlerin XRD çalışmasında amorf olarak yer alması nedeniyle pik vermeyen kalay, EDS analizi sonucunda ağırlıkça %10 olarak saptanmıştır. CrNi, Ag ve Cu miktarının sistemde %1' in çok altında olması nedeniyle EDS analizi sonucunda bu bileşenlerin varlığı saptanmamıştır.

KAYNAKLAR

- [1] **Bach, H., Krause, D.** 1997. Thin Films on Glass, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York
- [2] **Ohring, M.**, 1992. The Materials Science of Thin Films, Academic Press, U.S.A
- [3] **Pulker, H.K.**, Coatings on Glass, Thin Films Science And Technology, 6, Elsevier 1984
- [4] **Chopra, K.L., Major, S., Pandya, D.K.**, 1982, Transparent Conductors, a Status Review, Elsevier Sequoia/Printed in The Netherlands
- [5] **Han, Y., et al.**, 2001, Tin-doped indium oxide (ITO) "In deposition by ion beam sputtering, *Solar Energy Materials & Solar Cells* 65, 211-218
- [6] **Huang, J.L.**, 2000. Electromagnetic Shielding Effectiveness of indium tin oxide films, *Ceramic International* 27 2001) 363-365
- [7] **Deng, W., et al.**, 2001., Development of conductive transparent indium tin oxide thin films deposited by direct current (DC) magnetron sputtering for photon-STM applications, *Applied Physics A*, 72.595-601
- [8] **Meng, L., et al.**, 1995., Study of annealed indium tin oxide films prepared by rf reactive magnetron sputtering, *Vacuum*/vol.46, num:7/p.673-680
- [9] **Suzuki, T., et al.**, 2000., DSC of silver-added indium-tin-oxide(ITO) transparent conductive materials, *Thermochimica Acta* 352-353, 87-90
- [10] **Morikawa, H., Fujita, M.**, 1999., Crystallization and decrease in resistivity on heat treatment of amorphous indium tin oxide thin films prepared by d.c.magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, 339, p.309-313
- [11] **Smith, D.L.**, 1995. Thin Film Deposition, Mc-Graw-Hill, Inc.
- [12] **Richardt, A., Durand A. M.**, 1994, LE VIDE Les couches minces Les couches dures, Editions IN FINE, Paris, France
- [13] **Klöppel, A., et al.**, 2000., Dependence of the electrical and optical behaviour of ITO-silver-ITO multilayers on the silver properties, *Thin Solid Films* 365, 139-146
- [14] **Wulff, H.**, 1999., Investigation of plasma-deposited ITO films by GIXR and GIXRD, *Thin Solid Films*, 355-356, p.395-400

- [15] **Klöppel, A., et al.** 2001., Influence of substrate temperature and sputtering atmosphere on electrical and optical properties of double silver layer systems, Thin Solid Films, 392, 311-314
- [16] <http://www.cerac.com/pubs/proddata/ito.htm>
- [17] Handbook of thin film process Technology, A3.0 Sputtering, 1995 IOP Publishing Ltd.
- [18] **Bushes R. F.**, 1982, Deposition technologies for films and coatings
- [19] Metals Handbook, Ninth Edition(1982) Volume 5, Surface Cleaning, Finishing and Coating, p.414
- [20] **Tavşanoğlu, T.**, 2001. Reaktif DC Magnetron Sıçratma / PECVD Hibrit Tekniğiyle Biriktirilen Ti/Ti_xC_y/DLC İnce Film Kaplamaların Üretim Koşullarının Belirlenmesi ve Karakterizasyonu, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [21] **Bender, M., et al.**, 1998., Dependence of oxygen flow on optical and electrical properties of DC-magnetron sputtered ITO films, Thin Solid Films, 326, 72-77
- [22] **Löbl, H.P., et al.**, 1996., ITO films for antireflective and antistatic tube coatings prepared by d.c.magnetron sputtering, 1996., Surface and Coating Technology 82, 90-98
- [23] **Robert Parson**, Thin Film processes II, II-4 sputter deposition processes
- [24] İ.T.Ü. Bilişim Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Yüksek Lisans Programı Modern Surface Modification Techniques Ders Notları, 2001
- [25] Use and Technical Data 1996, Deneylerin Gerçekleştirildiği Cihazların Kullanım Kılavuzları, Şişecam Araştırma Merkezi İnce Film Laboratuvarı
- [26] **Smith, F.W.**, Çeviren ve Uyarlayan: Kınikoğlu, N.,G.,2001., Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, 109-158

ÖZGEÇMİŞ

1973 yılında Bandırma’da dünyaya geldi. İlk, orta ve lise öğrenimini Bandırma’da tamamladı. 1993 yılında girdiği İTÜ Kimya Metalurji Fakültesi Metalurji Mühendisliği Bölümü’nden 1998 yılında metalurji mühendisliği unvanını alarak mezun oldu. 1999 yılında İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Seramik Programında okumaya hak kazandı. 1999-2000 öğretim yılında İTÜ Dil ve İnkılap Bölümünde İngilizce Hazırlık okuduktan sonra, 2000-2001 öğretim yılında yüksek lisans derslerini verdi. Halen aynı programda tez aşamasında öğrenimini sürdürmektedir.