

Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniđi ile Optik Filtre Tasarımı

Tuna Aydođmuş

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

Fizik Anabilim Dalı

Temmuz 2013

Optical Filter Design by Thermionic Vacuum Arc (TVA) Technique

Tuna Aydođmuş

**MASTER OF SCIENCE THESIS**

Department of Physics

July 2013

Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniđi ile Optik Filtre Tasarımı

Tuna Aydođmuş

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Lisansüstü Yönetmeliđi Uyarınca

Fizik Anabilim Dalı

Yüksek Enerji ve Plazma Fiziđi Bilim Dalında

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Olarak Hazırlanmıştır

Danışman: Prof. Dr. Naci EKEM

Temmuz 2013

## ONAY

Fizik Anabilim Dalı Yüksek Lisans öğrencisi Tuna Aydoğmuş'un YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladığı “Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniği ile Optik Filtre Tasarımı” başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

**Danışman** : Prof. Dr. Naci EKEM

**İkinci Danışman** : -

**Yüksek Lisans Tez Savunma Jürisi:**

**Üye** : Prof. Dr. Naci EKEM

**Üye** : Doç. Dr. Suat PAT

**Üye** : Yrd. Doç. Dr. Şadan KORKMAZ

**Üye** : Yrd. Doç. Dr. M. Zafer BALBAĞ

**Üye** : Yrd. Doç. Dr. Mehmet ÖZKAN

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun ..... tarih ve ..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Nimetullah BURNAK

Enstitü Müdürü

## ÖZET

Optik ince filmler, ince film kaplama çalışmalarının yapıldığı önemli uygulama alanlarından birisidir. Optik ince filmler hemen hemen bütün optik sistemler içinde ışıkla etkileşen tüm yüzeylerde kullanılmaktadır.

Bu tez çalışmasında ilk kez Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniği ile optik filtre tasarımı yapılmıştır. Bu tasarımda II-IV grubu yarıiletken bileşiklerinden olan Çinko sülfür (ZnS) ve toprak alkali metal florürlerinden olan Magnezyum florür ( $MgF_2$ ) bileşikleri çalışılmıştır. Bu bileşiklerin seçilmesinin sebebi ZnS bileşiğinin yüksek kırılma indisine,  $MgF_2$  bileşiğinin ise düşük kırılma indisine sahip olmasıdır. Filtre tasarımında yüksek kırılma indisli ve düşük kırılma indisli malzemeler birbirini tekrar etmek suretiyle çoklu katman olarak kaplanmaktadır. Bu çalışmada ilk kez bu malzemeleri kullanarak 8 katmanlı tek taraflı ve 4'er katmanlı çift taraflı olmak üzere ince filmler büyütülerek optik filtre tasarımı denenmiştir. Büyütülen ince filmlerin bazı fiziksel özellikleri, X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımı spektrometresi (EDS), atomik kuvvet mikroskobu (AFM), interferometri, UV-vis spektrofotometresi ve elipsometre cihazları kullanılarak incelenmiştir.

Elde edilen ince filmlerde yapılan analizler doğrultusunda her iki çalışmanın da kısmi bir optik filtre olarak kullanılabilceği görülmekle beraber, çift taraflı çok katmanlı (4-4 katman) numunenin, tek taraflı çok katmanlı (8 katman) numuneye göre daha iyi bir optik filtre özelliği gösterdiği saptanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Plazma, TVA, Optik Filtre, ZnS,  $MgF_2$

## SUMMARY

Optical thin films are one of the important application areas in which thin film deposition studies are conducted. Optical coatings are used on all the surfaces that interact with light in almost every optical systems.

In this study, the optical filter has been designed with Thermionic Vacuum Arc (TVA) technique for the first time. In this design, zinc sulfide (ZnS) which is one of the group II-IV semiconductor compounds and magnesium fluoride ( $\text{MgF}_2$ ) which belonging the earth alkaline metal fluorides family have been studied. The reason for choosing these compounds is the high and low refractive indexes of ZnS and  $\text{MgF}_2$ , respectively. In filter design high refractive index and low refractive index materials are coated in multiple layers by repeating each other. We have designed optical filters by growing 8 layered single sided, and 4 layered double sided thin films using these materials for the first time in this study. Physical properties of thin films manufactured have been characterized by using X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), Atomic Force Microscopy, (AFM), interferometry, UV-vis spectrophotometry and ellipsometer devices.

As a result of analyses on the thin films processed, it has been found that, although both thin films are suitable for partial optical filter applications, double sided multi layered (4-4 layers) sample exhibits a better optical filter property compared to single sided multi layered (8 layers) sample.

**KeyWords:** Plasma, TVA, Optical Filter, ZnS,  $\text{MgF}_2$

## TEŞEKKÜR

Yüksek lisans çalışmam süresince, gerek derslerimde ve gerekse deneysel çalışmalarında, bana danışmanlık ederek beni yönlendiren, ulusal ve uluslararası bilimsel aktivitelerde yer almamız için her türlü imkânı sağlayıp, ilgisini esirgemeyen danışmanım, çok değerli hocam, Sayın Prof. Dr. Naci EKEM' e teşekkür ederim.

Deneysel ve teorik çalışmalarında her türlü yardım, ilgi, bilgi ve arkadaşlıklarını esirgemeyen çok değerli hocalarım Sayın Doç. Dr. Suat PAT ve Sayın Yrd. Doç. Dr. Şadan KORKMAZ'a teşekkür ederim.

“201021043 numaralı Alüminyum Nitrit ince filmlerin RF saçırma yöntemiyle üretilmesi ve bazı fiziksel özelliklerinin incelenmesi” isimli bilimsel araştırma projesi kapsamında alınan Spectroquest Unico UV 4802 cihazı ile geçirgenlik ve absorbands değerlerinin ölçülmesini sağlayan değerli hocam, Sayın Yrd. Doç. Dr. M. Zafer BALBAĞ'a teşekkür ederim.

Çalışmalarım esnasında her zaman bana yardımcı olan ve destekleyen değerli arkadaşlarım Sayın Saliha ELMAS, Sayın Murat NEBİ ve Sayın Sami PEKDEMİR'e teşekkür ederim.

Her zaman yanımda olan, zor günlerimde beni destekleyen, yardım eden, moral veren, çok değerli dostum Sayın Sinan TEMEL'e teşekkür ederim.

Her zaman bana destek olan, beni büyütüp yetiştiren Sevgili Anneme ve Babama; bana her zaman destek ve yardımcı olan canımdan çok sevdiğim Sevgili Kardeşim Fatma AYDOĞMUŞ'a sonsuz teşekkür ederim.

Tuna AYDOĞMUŞ

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET.....	V
SUMMARY.....	VI
TEŞEKKÜR .....	VII
İÇİNDEKİLER.....	VIII
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	XI
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	XIV
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	XV
<b>1. BÖLÜM: GİRİŞ.....</b>	<b>1</b>
<b>2. BÖLÜM: İNCE FİLM.....</b>	<b>3</b>
<b>3. BÖLÜM: İNCE FİLM KAPLAMA MALZEMELERİ.....</b>	<b>7</b>
3.1. Cam.....	7
3.2. Çinko Sülfür (ZnS).....	7
3.3. Magnezyum Florür (MgF <sub>2</sub> ).....	8
<b>4. BÖLÜM: KULLANILAN CİHAZLAR.....</b>	<b>9</b>
4.1. UV-Vis Spektrometre Cihazı.....	9
4.2. İnterferometrik Ölçüm Cihazı.....	10
4.3. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM).....	13
4.4 X-ışını Kırınımı (XRD).....	15
4.5 Spektroskopik Elipsometre.....	17
<b>5. BÖLÜM: DENEYSEL ÇALIŞMALAR ve ANALİZLERİ.....</b>	<b>18</b>
5.1. Giriş .....	18
5.2. Deneysel Sistem .....	19



5.2.1	TVA Sistemi .....	19
5.2.1.1.	Vakum odası.....	22
5.2.1.2.	Doğrudan ısıtmalı katot.....	22
5.2.1.3.	Anot materyali potası.....	23
5.2.1.4.	Katot akımı güç kaynağı.....	23
5.2.1.5.	Anot potansiyeli güç kaynağı.....	23
5.2.1.6.	Pompa sistemleri.....	24
5.2.1.7.	Vakum ölçüm sistemleri.....	24
5.2.1.8.	Ampermetre ve voltmetre sistemleri.....	25
5.2.1.9.	İnce film kalınlık ölçüm sistemleri.....	25
5.2.1.10.	Soğutma sistemleri.....	25
5.2.2	TVA Deşarj.....	26
5.2.3	TVA tekniği ile üretilen ince filmlerin özellikleri.....	27
5.3.	Deneyin Yapılışı.....	30
5.3.1	Cam Alttaş Üzerine Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin Büyütülmesi .....	30
5.3.1.1	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin XRD Analizleri .....	31
5.3.1.2	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin SEM Analizleri .....	33
5.3.1.3	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin EDS Analizleri.....	34
5.3.1.4	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin AFM Analizleri.....	35
5.3.1.5	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin Yüzey Pürüzlülüğü .....	36
5.3.1.6	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin İnterferometrik Metot ile Kalınlık Ölçümleri.....	36
5.3.1.7	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin UV-Vis Geçirgenlik Sonuçları.....	37
5.3.1.8	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin UV-Vis Absorbans Sonuçları.....	41
5.3.1.9	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin Spektroskopik Elipsometre Ölçüm Sonuçları .....	46
5.3.2	Cam Alttaş Üzerine Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin Büyütülmesi.....	47
5.3.2.1	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin XRD Analizleri.....	48
5.3.2.2	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin SEM Analizleri.....	49
5.3.2.3	Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı	

(4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin EDS Analizleri.....	51
5.3.2.4 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin AFM Analizleri.....	52
5.3.2.5 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin Yüzey Pürüzlülüğü.....	55
5.3.2.6 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin İnterferometrik Metot ile Kalınlık Ölçümleri.....	55
5.3.2.7 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin UV-Vis Geçirgenlik Sonuçları.....	56
5.3.2.8 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin UV-Vis Absorbans Sonuçları.....	60
5.3.2.9 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmlerinin Spektroskopik Elipsometre Ölçüm Sonuçları.....	65
<b>6. BÖLÜM: TARTIŞMA ve SONUÇ .....</b>	<b>68</b>
<b>7. BÖLÜM: KAYNAKLAR.....</b>	<b>69</b>

## ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 İnce film büyütme işlemleri (a) Adacık (Island) tipi , (b) Tabaka (Layer) tipi ve (c) Karışık (Stranski –Krastanov) tipi (Chopra, 1983) .....	6
4.1 UV-Vis-4802 spektrometresi.....	9
4.2 Spektrofotometrenin şematik gösterimi.....	10
4.3 İnterferometre cihazın şematik gösterimi.....	11
4.4 Dalgalanma ile kırılma spektrumunun örneği .....	12
4.5 Kullanılan Atomik Kuvvet Mikroskobu.....	13
4.6 AFM mikroskobuna ait şematik gösterim .....	14
4.7 XRD saçılma geometrisi.....	16
4.8 XRD cihazının şematik resmi.....	16
5.1 TVA sisteminin şematik çizimi.....	21
5.2 TVA sisteminin fotoğrafı.....	21
5.3 Doğrudan ısıtılmalı katodun şematik gösterimi .....	22
5.4 Doğrudan ısıtılmalı katodun (elektron tabancası) fotoğrafı.....	23
5.5 Katot akımı güç kaynağı ve anot potansiyeli güç kaynağı panosu .....	24
5.6 Ampermetre ve voltmetre sistemleri a) Anot katot arası iyon akımı ve ateşleme potansiyeli ölçümü için ampermetre ve voltmetre, b) Flaman akımını kontrol etmek için kullanılan askı ampermetre.....	25
5.7 TVA’ da gaz haline geçen materyalin elektron bombardımanın devam etmesiyle plazma haline geçmesi.....	27
5.8 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filmlerinin XRD analizi.....	32
5.9 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filmlerinin SEM görüntüsü.....	33
5.10 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filmlerinin kesit alanından alınmış SEM görüntüsü.....	34
5.11 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin 3 boyutlu AFM görüntüsü.....	35
5.12 1. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.....	37

## ŞEKİLLER DİZİNİ (Devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
5.13 2. katmanın (MgF <sub>2</sub> ) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.....	38
5.14 3. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.....	38
5.15 4. katmanın (MgF <sub>2</sub> ) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.....	39
5.16 5. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.....	39
5.17 6. katmanın (MgF <sub>2</sub> ) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.....	40
5.18 7. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.....	40
5.19 8. katmanın (MgF <sub>2</sub> ) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.....	41
5.20 1. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.....	42
5.21 2. katmanın (MgF <sub>2</sub> ) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.....	42
5.22 3. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.....	43
5.23 4. katmanın (MgF <sub>2</sub> ) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.....	43
5.24 5. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.....	44
5.25 6. katmanın (MgF <sub>2</sub> ) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.....	44
5.26 7. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.....	45
5.27 8. katmanın (MgF <sub>2</sub> ) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.....	45
5.28 Çok katmanlı tek taraflı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin dalgaboyuna karşılık $\psi$ değişimi.....	46
5.29 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filmlerinin XRD analizi.....	49
5.30 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filmlerinin SEM görüntüsü.....	50
5.31 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filmlerinin kesit alanından alınmış SEM görüntüsü.....	51
5.32 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin ön yüzeyinin 3 boyutlu AFM görüntüsü.....	53
5.33 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin arka yüzeyinin 3 boyutlu AFM görüntüsü.....	54
5.34 Ön Yüzey 1. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.....	56

### ŞEKİLLER DİZİNİ (Devam)

5.35	Arka Yüzey 1. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.....	57
5.36	Ön Yüzey 2. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.....	57
5.37	Arka Yüzey 2. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.....	58
5.38	Ön Yüzey 3. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.....	58
5.39	Arka Yüzey 3. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.....	59
5.40	Ön Yüzey 4. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.....	59
5.41	Arka Yüzey 4. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.....	60
5.42	Ön Yüzey 1. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.....	61
5.43	Arka Yüzey 1. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.....	61
5.44	Ön Yüzey 2. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.....	62
5.45	Arka Yüzey 2. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.....	62
5.46	Ön Yüzey 3. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.....	63
5.47	Arka Yüzey 3. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.....	63
5.48	Ön Yüzey 4. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.....	64
5.49	Arka Yüzey 4. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.....	64
5.50	Çok katmanlı çift taraflı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin ön yüzeyinin dalgaboyuna karşılık $\psi$ değişimi.....	65
5.51	Çok katmanlı çift taraflı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin arka yüzeyinin dalgaboyuna karşılık $\psi$ değişimi.....	66
5.52	Optik filtreler üretilirken çalışılan bazı dalgaboyları.....	67

## ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Bazı ince film biriktirme yöntemleri.....	3
5.1 Deney parametreleri.....	31
5.2 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filmlerinin EDS analizleri.....	34
5.3 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filmlerinin interferometrik metot ile kalınlık ölçüm sonucu.....	36
5.4 Çok katmanlı tek taraflı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin katman katman kalınlıkları.....	47
5.5 Çok katmanlı tek taraflı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin kalınlığının karşılaştırmalı tablosu.....	47
5.6 Deney parametreleri.....	48
5.7 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filmlerinin EDS analizi.....	52
5.8 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filmlerinin interferometrik metot ile kalınlık ölçüm sonuçları.....	55
5.9 Çok katmanlı çift taraflı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin ön yüzeyinin katman katman kalınlıkları.....	66
5.10 Çok katmanlı çift taraflı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin arka yüzeyinin katman katman kalınlıkları.....	67
5.11 Çok katmanlı çift taraflı ZnS-MgF <sub>2</sub> ince filminin ön yüzeyinin kalınlığının karşılaştırmalı tablosu.....	67

**SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ**

<b><u>Simgeler</u></b>	<b><u>Açıklamalar</u></b>
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
Dk	Dakika
MgF <sub>2</sub>	Magnezyum florür
Mg	Magnezyum
F	Flor
T	Geçirgenlik
nm	Nanometre
I <sub>f</sub>	Filaman akımı
I <sub>b</sub>	Bombardıman akımı
A	Amper
V	Volt
eV	Elektron Volt
E <sub>g</sub>	Yasak enerji aralığı
$\lambda$	Dalga boyu
$\alpha$	Absorbans
°C	Santigrad Derece
Å	Angstrom
$\mu$ m	Mikrometre
V <sub>p</sub>	Plazma Voltajı
ZnS	Çinko sülfür
Zn	Çinko

**SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ (Devamı)**

<b><u>Kısaltmalar</u></b>	<b><u>Açıklamalar</u></b>
S	Kükürt
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
SEM	Taramalı Tünelleme Mikroskobu
TVA	Termiyonik Vakum Ark
XRD	X-Işını kırınımı
DC	Doğru Akım
RF	Radyo Frekansı
UV-Vis	Mor ötesi ve görünür bölge
et al,	Diğerleri
vd	Diğerleri
EDS	Enerji Dağılım Ölçüm Spektrometresi



## 1. GİRİŞ

Optik ince filmler, ince film kaplama çalışmalarının yapıldığı önemli uygulama alanlarından birisidir. Optik kaplamalar hemen hemen bütün optik sistemler içinde ışıkla etkileşen tüm yüzeylerde kullanılmaktadır (Çalışkan, 2009). Geniş bant ve dar bant yansıtmasız kaplamalar, dielektirik aynalar, kamera lenslerinde kullanılan yansıtmasız kaplamalar, güneş hücrelerinde kullanılan yansıtmasız kaplamalar, dielektrik aynalar, soğuk ve sıcak aynalar, band geçiren filtreler, kısa ve uzun dalga boyu geçiren filtreler, lazerler için tam yansıtıcı aynalar, özellikle uçaklar ve otomobiller için gösterici ekranlar, renk ve renk düzeltme filtreleri, spektroskopi filtreleri, optik telekomünikasyonda kullanılan optik filtreler, UV ve UV engelleyen filtreler optik kaplamaların uygulama alanlarından sadece birkaçı olarak verilebilir (Duyar, 2006). Bunların yanı sıra gece görüş sistemleri, termal kameralar ve güdümlü füzeler gibi pek çok kullanım alanıyla optik kaplamalar askeri alanda da kapsamlı bir çalışma ve araştırma sahasına sahiptir.

Bu tezde II-IV grubu yarıiletken bileşiklerinden olan Çinko sülfür (ZnS) ve toprak alkali metal florürlerinden olan Magnezyum florür ( $MgF_2$ ) bileşikleri kullanılmıştır. Yasak enerji aralığı 1.7-4 eV olan II-IV grubu yarıiletken bileşikleri elektrik ve optik özelliklerinden dolayı güneş pillerinde, lazer yapımında, piezoelektrik aygıtlarda, çeşitli diyotlarda, vb. birçok alanda kullanılmaktadır (Fahrenbruch, 1977; Eren, 2006). En basit yansıma önleyici (AR) kaplamaları, taban malzemenin kırılma indisinin karekökü değerinde kırılma indisine sahip, tek katmanlı şeffaf kaplamalardan oluşur (Özmumcu M., 2011). Kırılma indisi 1.52 olan alttaşın üzerine yapılacak en ideal tek katmanlı AR kaplama, kırılma indisi 1.225 olan malzeme ile yapılanıdır. Ancak bu kırılma indisine sahip, optik kaplamalar için kullanılacak bir malzeme yoktur. Bu kırılma indisi değerine en yakın kullanılacak malzeme Magnezyum florürdür ( $MgF_2$ ) ve kırılma indisi 1.38'dir. Bir de kırılma indisi 1,30 değerinde olan

fluoropolimerler vardır ancak bu maddelerin kaplama işlemlerinde uygulanabilmesi çok zordur (Özmumcu M., 2011).

Literatür arařtırmalarında ZnS ince film üretimi için çeřitli yöntem ve teknikler kullanılmaktadır. Bunlardan bazıları; sprej piroliz yöntemi (Reddy K.T., et al, 2003), epitaksi tekniđi (Brownlie G.D., et al, 1998), atomik katman epitaksi tekniđi (Hsu C.T., 1999), yüksek basınç saçırtma sistemi (Ganguly A., et al, 2001), ve metalorgano buhar faz epitaksi tekniđi (Fridjine S., et al, 2010). Ayrıca bunların dıřında plazma tabanlı saçırtma tekniđi (RF, DC, Magnetron), kimyasal buhar depolama tekniđi (CVD) ve moleküler demetli kristal büyütme tekniđi (MBE) de kullanılmaktadır (Özkan., 2010).

Yine aynı şekilde MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin üretiminde birçok teknik ve yöntem mevcuttur. En yaygın olanları; atomik katman epitaksi tekniđi, fiziksel buhar depolama tekniđi (PVD), kimyasal buhar depolama tekniđi (CVD), plazma tabanlı saçırtma teknikleri (RF, DC, Magnetron), moleküler demetli kristal büyütme tekniđi (MBE)'dir.

Tez çalışmasında ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmler cam alttař üzerine Termiyonik Vakum Ark (TVA) tekniđi kullanılarak katman katman kaplanmıřtır. Çalışma 2 farklı şekilde gerçekleştirilmiřtir. İlk çalışmada cam alttař yüzeyine TVA tekniđi ile tek taraflı 8 katman kaplama yapılırken; diđer çalışmada ise alttařın her iki yüzeyinde 4'er katman olmak üzere toplam 8 katman kaplama yine TVA tekniđi ile yapılmıřtır.

Deneysel çalışma sonucunda elde edilen numunelerin yapısal, optik, interferometrik ve yüzey özelliklerini belirlemek için XRD cihazı, Uv-Vis spektrometresi, ince film kalınlık ölçüm cihazı, spektroskopik elipsometre cihazı ve atomik kuvvet mikroskobu kullanılmıřtır.

Ayrıca bu çalışmada, ince filmleri karakterize etmek için kullanılan ölçüm cihazları da ayrı bir bölümde anlatılmıřtır.

## 2. İNCE FİLM

İnce filmler, atomların yada moleküllerin, kaplanacakları yüzeye vakum ortamında tek tek dizilmesi ile hazırlanan ve depolanan tabaka kalınlığı  $100 \text{ \AA}$  ile birkaç  $\mu\text{m}$  arasında olan kaplamalardır (Aksoy,2006). İlk olarak Bunsen ve Grove 1852 yılında vakum sistemi içinde ince metal filmler elde etmişlerdir (Wasa and Hayakawa,1992). Bugün; gelişen bilim ve teknoloji ile özellikle de plazma ve vakum teknolojilerinin gelişmesi ile ileri teknoloji malzemelerinin üretimlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır.

İnce film büyütme işlemi, sanayi ve teknoloji alanları, malzemelerin yüzey zenginleştirme işlemleri, sağlık sektörü vb. gibi pek çok alanda kullanılan bir işlemdir. İnce film büyütme yöntemleri ana başlık ve alt dalları halinde çizelge 2.1’de verilmiştir.

**Çizelge 2.1** Bazı ince film biriktirme yöntemleri (Seshan, 2002).

Molekül Demetli Epitaksi	Püskürme Proliz
Reaktif Buharlaştırma	Püskürtme Tekniği
Elektron Demetiyle	İyon Ekme
Diyot Saçtırma	Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme
Reaktif Saçtırma	Plazma Oksitleme
Magnetron Saçtırma	Plazma Nitrüleme
İyon Kaplama	Plazma Anotlama
İyon Demeti Biriktirme	Plazma Polimerizasyon
İyon Demeti Saçtırarak Biriktirme	Plazma Redükleme
Reaktif İyon Kaplama	Katodik Ark Biriktirme
Küme Demet Biriktirme	Döndürme Tekniği

Herhangi bir ince film büyütme işlemi üç ana basamak içerir:

1. Uygun atomik, moleküler ya da iyonik türlerin üretimi
2. Bunların alttaşa taşınımını sağlayacak bir ortam
3. Alttaş üzerine yoğunlaştırma ya doğrudan ya da kimyasal ve/veya elektrokimyasal reaksiyonlarla bir katı depolanması yapılıdır (Bütün, 2007).

İnce film tabakası oluşumu çekirdeklenme ve büyütme teknikleri ile gerçekleşir. Çeşitli deneysel ve teorik çalışmalardan ortaya çıkan adım adım film büyütme sürecinin genel şekli aşağıdaki gibi sıralanabilir.

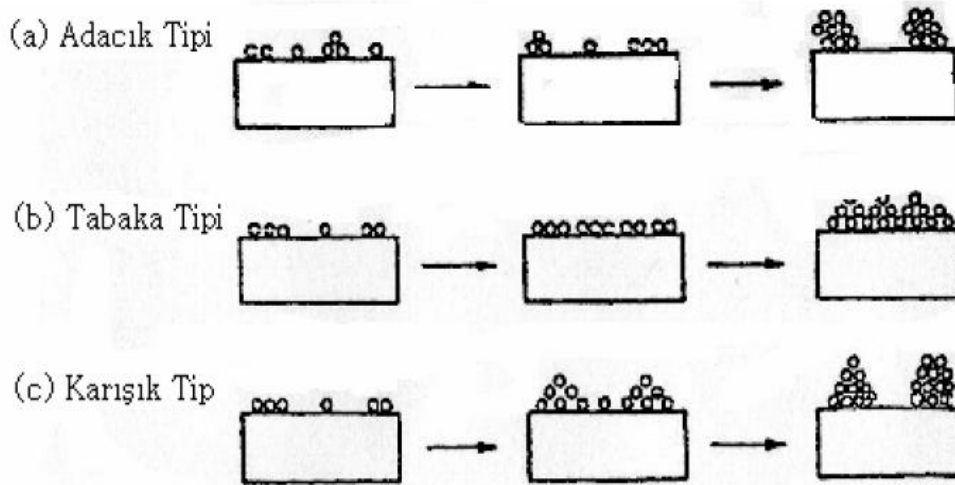
- Alttaşa çarpan büyütülecek malzeme atomları, hız bileşenlerini kaybeder (çarpışma enerjisinin çok büyük olmaması durumunda) ve bu atomlar fiziksel olarak alttaş yüzeyine tutunurlar (soğurulurlar) (Kavgacı, 2007).
- Alttaş yüzeyine tutunan atomlar başlangıçta alttaş ile ısısal dengede değildirler ve alttaş yüzeyine doğru hareket ederler. Bu işlem sırasında atomların birçoğu birbirleriyle etkileşime girer. Böylece kümeler oluşur (Kavgacı, 2007).
- Kümeler ya da çekirdek olarak isimlendirilen diziliş, termodinamik olarak kararlı değildirler ve büyütme parametrelerine bağlı olarak bir zaman sonra yüzeyden ayrılma eğilimindedirler. Şayet büyütme parametrelerine bağlı olarak böyle bir çekirdek ile yüzeyden ayrılmaya başlamamış soğurulmuş atomlar çarpışma yapıyorsa, çekirdek büyüklüğü artmaya baslar. Belli bir kritik büyüklüğe ulaştıktan sonra çekirdek termodinamik olarak kararlı olmaya baslar ve çekirdek sınırlarına ulaştığı söylenir. Kararlı, kimyasal olarak soğurulmuş, kritik büyüklüklü çekirdek oluşumunu içeren bu basamak çekirdek evresi olarak adlandırılır (Kavgacı, 2007).

- Kritik çekirdek (atomların birikmesi), bir çekirdek doyum yoğunluğuna ulaşmaya kadar büyümeye devam eder. Çekirdek yoğunluğu ve ortalama çekirdek büyüklüğü; atomlara etki eden enerji, etkinin oranı, soğurma aktivasyon enerjisi, ayrılma, ısısal difüzyon, sıcaklık ve alttaşın kimyasal doğası gibi parametrelere bağlıdır. Bir çekirdek alttaş yüzeyine paralel olarak soğurulmuş türlerin difüzyonuyla büyütüldüğü gibi alttaşa dik olarak direkt çarpışan türlerin etkileşmesi ile de büyür. Genellikle bu evredeki paralel (yanal) büyüme oranı dik olarak büyümeden daha yüksektir. Bu büyütülmüş çekirdekler adalar olarak adlandırılır (Kavgacı, 2007).
- Film oluşumu için bundan sonraki evre birleşme evresidir. Bu evre, küçük adaların birbirleriyle birleşmeye çalıştıkları evredir. Büyük adaları oluşturma eğilimi “topluluk” olarak adlandırılır ve topluluk soğurulmuş türlerin yüzeydeki mobilitesini iyileştirir. Örnek olarak alttaş sıcaklığını artırarak bu iyileştirme sağlanabilir. Bazı durumlarda yeni çekirdeğin oluşumu bir birleşme sonucu temiz bir alanda meydana gelebilir (Kavgacı, 2007).
- Daha büyük adalar birlikte büyümeye devam eder. Büyüme işlemi çekirdeğin bir istatistiksel üretimine dayandırılarak yüzey difüzyonunun üç boyutta taneciklerin büyütülmesinin kontrol edilmesi, bir ağ yapısının oluşturulması ve sürekli bir film oluşumu için bu sürecin devam etmesi olarak özetlenebilir (Kavgacı, 2007).

Büyütme işlemi; alttaşın yüzeyinin termodinamik parametrelerine, başlangıçtaki çekirdeğe ve büyütme evrelerine bağlı olarak;

- adacık (island) tipi
- tabaka (layer) tipi
- karışık (Stranski-Krastanov) tip

olmak üzere üç grupta toplanabilir (Wasa et al., 2004). Bu evreler şekil 2.1’de gösterilmiştir. Hemen hemen bütün pratik durumlarda, büyüme işlemi, ada oluşumundan sonra gerçekleşir.



**Şekil 2.1** İnce film büyütme işlemleri (a) adacık (island) tipi , (b) tabaka (layer) tipi ve (c) karışık (Stranski –Kraştanov) tipi (Chopra, 1983).

Özel durumların dışında kristolografik diziliş ve farklı adaların topografiksel ayrıntıları rastgele dağıtılmıştır. Böylece büyütme esnasında adaların birbirine temas etmesi, geometriksel şekillenmeleri ve dizilişlerinin yanlış eşlenmesinden dolayı tane sınırları, çeşitli nokta ve çizgi bozuklukları oluşur. Eğer taneler rastgele düzenlenirse, bir halka tipi kırınım örneği gösterir ve buna polikristal denir. Ancak, eğer tane genişliği ( $20\text{\AA}$ )’dan küçükse, bu filmlerin kırınım desenleri çok fazla düzensiz yani amorf (kristal olmayan) yapıya benzer. Eğer farklı adaların dizilişleri uygun tek kristalli alt tabaka üzerinde özel depolama içererek aynı devam ediyorsa, bu filmin bir tek kristali içermeyeceğine dikkat edilmelidir. Bunun yanında tek kristal filmini oluşturan taneler birbirlerine paralel olarak yerleşirler ve birbirlerine düşük açılı tane sınırlarıyla bağlanırlar. Bu filmlerin kırınım desenleri tek kristalin kırınım deseniyle benzerdir ve epitaxial / tek kristal film olarak adlandırılır (Bütün, 2007).

### 3. İNCE FİLM KAPLAMA MALZEMELERİ

Bu tez çalışması kapsamında yapılan çift taraflı çok katmanlı kaplamalarda ve tek taraflı çok katmanlı kaplamalarda alttaş malzemesi olarak cam; kaplama malzemeleri olarak da ZnS ve MgF<sub>2</sub> kullanılmıştır.

#### 3.1. Cam

Ana maddesi (SiO<sub>2</sub>) silisyum dioksit olan camlar oldukça önemli optik malzemelerdir. Cam, aşırı soğutulmuş alkali ve toprak alkali metal oksitleriyle, diğer bazı metal oksitlerin çözülmesinden oluşur. Camlar erimiş haldeki amorf yapısını koruyarak katılaştıran inorganik cisimler olarak tanımlanabilir. Üretim sırasında hızlı soğuma nedeniyle kristal yapı yerine amorf yapı oluşur. Bu yapı cama sağlamlık ve saydamlık özelliğini kazandırır. Saf erimiş silis yalıtıcıdır ve yalıtıcı özelliklerinin bütün karakteristiklerini gösterir. Görünür bölgede geçirgendir ama ultraviyole bölgesinde SiO<sub>2</sub> moleküllerinin elektronik geçişlerinden ve kızılötesi bölgesinde titreşimsel soğurmadan dolayı bu bölgelerde soğurma yapar. Geçirgenlik aralığı ultraviyole bölgesinde 200 nm'den kızılötesi bölgesine 2000 nm'ye kadar uzanır (Çalışkan, 2009).

Tez çalışmasında kullanılan optik cam malzemeler mikroskop camıdır. Mikroskop camı özellikle görünür bölgede yüksek optik geçirgenliğe sahip olduğundan dolayı deneysel çalışmalarda özellikle tercih edilen cam türüdür.

#### 3.2. Çinko Sülfür (ZnS)

Yasak enerji aralığı 1.7-4 eV olan II-VI grup yarıiletken bileşikler, farklı elementlerden oluşan en önemli ikili yarıiletken bileşiklerden birisidir. Bu grup yarıiletken bileşikler genel olarak, daha elektropozitif bir element ile daha elektronegatif bir elementin oluşturduğu bileşikler kapsar. II-VI grup bileşikler Zn, Cd ve Hg gibi periyodik tablonun II A grubu elementlerini ve S, Se ve Te gibi VI A grubu elementlerini içerir (Arabacı, 2001).

Tez çalışmasında kullanılan bileşiklerden birisi II-VI grup yarıiletken bileşiklerine ait olan Çinko Sülfür (ZnS) bileşiğidir. Çinko Sülfür'ün yasak enerji aralığı yaklaşık olarak 3.6-3.7 eV'dur. ZnS yarıiletkeni geniş bant aralığına sahip olması nedeniyle görünür bölgede transparan özellik gösteren bir materyaldir. ZnS hegzagonal veya kübik bir kristal yapıda yarıiletkenidir.

### **3.3. Magnezyum Florür (MgF<sub>2</sub>)**

Diğer kaplama malzemesi olarak bu çalışmada toprak alkali metal florürlerinden olan Magnezyum florür (MgF<sub>2</sub>) bileşiği kullanılmıştır. MgF<sub>2</sub> optik kaplamalarda kullanılan en yaygın ince film materyallerindendir. Geniş geçirgenlik aralığı, düşük kırılma indisi değeri (550 nm de n=1,38) ve yüksek mukavemet özelliklerinden dolayı görünür bölgede çok iyi bir AR kaplama malzemesi olarak kullanılır. Düşük kimyasal reaktivlik özelliği de gösteren MgF<sub>2</sub>, gözlük camları, güneş gözlükleri, dürbün, mikroskop, teleskop objektifleri, LCD monitörler, TV ekranları gibi optik cihazlara AR kaplama olarak kaplanırlar. Gözlük camlarında ise yansımayı azaltarak daha net bir görüş elde etmek amacıyla genellikle tek katmanlı anti-refle (AR) kaplama olarak yüzeye uygulanırlar (Özmumcu,2011). Kimyasal reaktivlik, bir maddenin kimyasal değişikliklere ya da kimyasal tepkimelere girme eğilimidir. Ayrıca bilinen en iyi tek katmanlı AR kaplama malzemesi MgF<sub>2</sub>'dir.



## 4. KULLANILAN CİHAZLAR

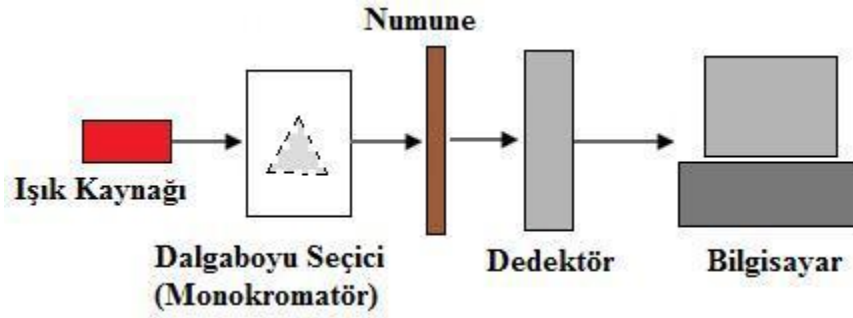
### 4.1 UV-Vis Spektrometre Cihazı

Elde edilen çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerin optik özellikleri; oda sıcaklığında, optik geçirgenlikleri ve absorptans değerleri ölçülerek belirlenmiştir. Bu ölçümler, Unico UV-4802 Spektrofotometresi ile 190 – 1100 nm dalga boyu aralığında yapılmıştır. Şekil 4.1’de geçirgenlik ve absorptans ölçümleri için kullanılan UV-Vis spektrometrenin fotoğrafı gösterilmiştir.



Şekil 4.1 UV-Vis-4802 spektrometresi.

Bir UV-VIS (mor ötesi ve görünür bölge) spektrofotometresi ışık kaynağı, bir monokromatör (dalga boyu seçicisi) ve dedektörden oluşur. Dedektörde elektrik sinyaline dönüşen optik sinyal bir kaydedici ya da galvanometre ile ölçülür. Şekil 4.2 de spektrofotometrenin bileşenleri gösterilmiştir (Şener 2005).

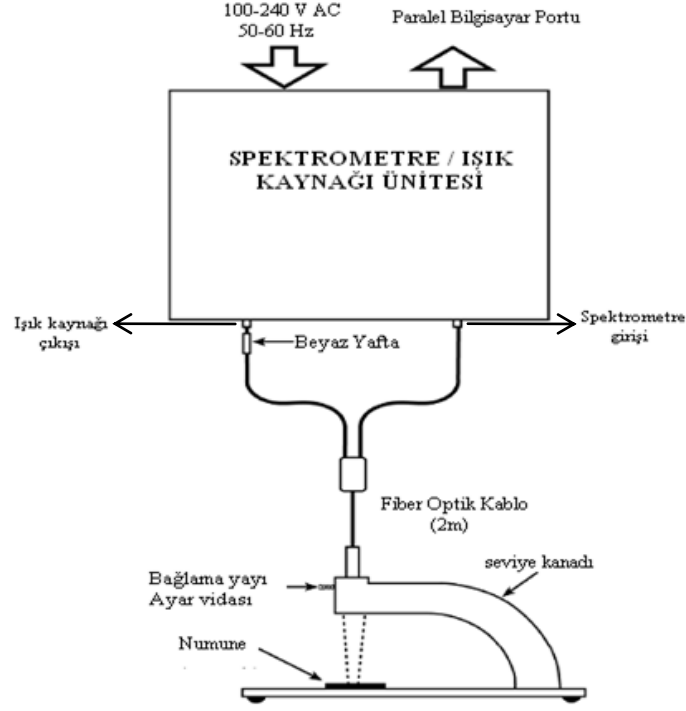


**Şekil 4.2** Spektrofotometrenin şematik gösterimi

Spektrofotometrede, lambadan gelen ışık, yöneltici aynanın ızgara üzerine doğrulttuğu demetin olduğu yerdeki monokromatörün giriş yarığına odaklanmıştır. Izgara ışık demetinin yönlendirici ayna tarafından monokromatörün çıkış yarığına odaklanmış demetin bir kısmını spektrum üretmek için dağıtır. Burada ışık demeti istenmeyen ikinci derece radyasyonu devre dışı bırakmaya yarayan filtrelerden birinin üzerinden geçerek numuneye doğru gelir. Numuneden geçen ışık demeti silikon fotodiyot dedektör üzerine gelir ve dedektörün dijital görüntüleme sisteminde görüntülenmek üzere elektrik sinyali üretmesine sebep olur (UV-4802 UV/Vis Spektrofotometre kullanıcı rehberi).

#### 4.2. İnterferometrik Ölçüm Cihazı

Üretilen  $ZnS-MgF_2$  çok katmanlı ince filmlerin kalınlıkları interferometre (Filmetrics F20 interferometrik ölçüm cihazı) ile belirlenmiştir. Kullanılan cihazın kurulum düzeni şekil 4.3’de gösterilmiştir (Filmetrics F20 kullanıcı Kılavuzu, 2005).



**Şekil 4.3** İnterferometre cihazın şematik gösterimi (Filmetrics F20 kullanıcı kılavuzu, 2005).

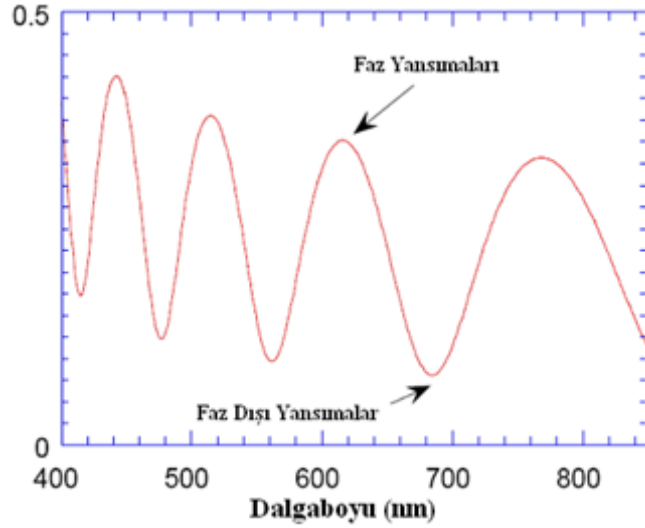
İnterferometre numuneden gelen yansıyan ve geçen ışık vasıtasıyla ince film karakteristiklerini ölçer ve daha sonra bu ışığın dalgaboyu aralığı üzerinde analizini yapar. Dalga benzeri özelliklerinden dolayı, ince filmin alt ve üst yüzeylerinden yansıyan ışık faz içi olabileceğinden yansımalar eklenir veya faz dışı olduğunda çıkartılır. Yansımaların faz içi veya faz dışı olup olmadığı yada arada bir yerde olması, ışığın dalga boyuna ve bununla birlikte filmin kalınlık ve özelliklerine bağlıdır. Yansımalar faz içinde olduğunda;

$$L = (2 \times n \times d) / i \quad (4.1)$$

L dalga boyu, n kırılma indisi, d filmin kalınlığı ve i bir tamsayıdır (Filmetrics F20 kullanıcı kılavuzu, 2005).

Sonuç olarak yansıma spektrumunda yoğun dalgalanmalar Şekil 4.4’de verilmiştir. Genelde daha kalın filmlerde verilen bir dalgaboyu aralığında daha fazla dalga yoğunluğu olur. Dalgalanmanın titreşim genliği, kırılma indisi, filmlerin ve alltaşın sönüm katsayısı tarafından belirlenir. Bundan dolayı, periyodun analizi ve bu dalgalanmaların titreşim genliği F20 cihazı tarafından çoklu ince filmlerin optiksel

özelliklerini ( $n$  ve  $k$ ) ve kalınlığını belirleyebilir (Filmetrics F20 kullanıcı kılavuzu, 2005).



**Şekil 4.4** Dalgalanma ile kırılma spektrumunun örneği (Filmetrics F20 kullanıcı kılavuzu, 2005).

Optik ince film kalınlığı ölçümleri iki işlemin başarıyla tamamlanmasını gerektirir:

Yansıma spektrumunun elde edilmesi ve daha sonra eksiksiz analizi. Film kalınlığını belirlemek için Filmeasure paket programı, ölçülen spektruma mümkün olduğu kadar yakın eşleşen bir yansıma spektrumu hesaplar. Bu ölçüm yansıma spektrumunun nasıl görünmesi gerektiği üzerine bir başlangıç tahmini ile başlar. Numune için film yapısının kullanıcı girdisi üzerine temellenir. Daha sonra, hesaplanan yansıma spektrumu ölçülen datalarla eşleşene kadar Filmeasure paket programı çözdüğü parametreleri çeşitlendirir. Matematiksel olarak, bu prosedür hesaplamadaki film kalınlıkları çeşitlendirildikçe çok yakın eşleşmelerin bulunabileceği gerçeği tarafından güçleştirilir. Bundan dolayı, daha iyi yaklaşımların başarılı bir şekilde bulunması yoluyla, basit bir biçimde bir çözüme yönelen bir yaklaşım eğer optiksel kalınlığın başlangıç tahmini güncel kalınlık olan  $1000\text{\AA}$ 'a yaklaşık olarak ulaşmazsa işe yaramayacaktır. Sadece kalınlığın ölçülmesinde Filmeasure programı ölçülen ve hesaplanan tayflar arasında en iyi eşleşmeyi veren kalınlığı belirlemek için kabul edilebilir bütün kalınlık aralığının araştırılmasıyla, yanlış bir çözüme yönelmekten

kaçınır. Araştırılan kalınlık aralığı, kalınlık için başlangıç tahmini ile birlikte kalınlık aralığı tarafından belirlenir. Eğer başlangıç tahmini olarak kalınlık değeri girilmezse Filmeasure programı 0-100 mikron arasındaki bütün kalınlık aralığını araştıracaktır. Filmlerin ölçülen kalınlıkları başlangıç tahminini sağlaması için oransal olarak araştırılmış kalınlık aralığı bir çözüm bulmak için faydalıdır (Filmetrics F20 kullanıcı kılavuzu, 2005).

### 4.3 Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

Üretilen ZnS-MgF<sub>2</sub> çok katmanlı ince filmlerin yüzey görüntülerini ve pürüzlülüğünü almak için Ambios SPM/AFM marka Atomik Kuvvet Mikroskobu kullanılmıştır. Şekil 4.5’de analizlerde kullanılan AFM’nin fotoğrafı verilmiştir.

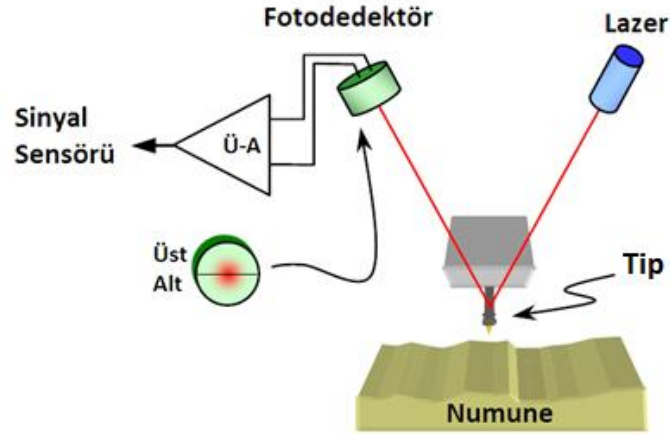


**Şekil 4.5** Kullanılan Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM).

Atomik kuvvet mikroskobu numunenin yüzeyindeki atomların bu yüzey üzerinde hareket ettirilen nano boyutta bir tip üzerine uyguladıkları kuvveti algılayarak yüzeyin görüntüsünü elde eden sistemdir.

Tipin konumunun yukarı aşağı hareket etmesi sonucu fotodedektör üzerine düşen lazer spotunun pozisyonu da değişerek, fotodedektör üzerinde üst ve alt diyotlar

vasıtasıyla fotoakımlar oluşturur. Üst ve alt diyotlarda oluşan bu akımdaki değişim tipin hareketlerini betimler(Q-Scope™ 250/400 Nomad™ kullanıcı kılavuzu). AFM mikroskobuna ait şematik gösterim şekil 4.7’de verilmiştir.



**Şekil 4.6** AFM mikroskobuna ait şematik gösterim (Q-Scope™ 250/400 Nomad™ kullanıcı kılavuzu).

AFM görüntüleme sürecindeki sürekli ve aralıklı temas modları üst ve alt diyotlardaki sinyalleri iki farklı yolla ele alır (Q-Scope™ 250/400 Nomad™ kullanıcı kılavuzu):

- Sabit temas

Tipin ucundaki prob yüzeye sürekli temas halindedir. Tipin yüzeye bağlı yukarı aşağı hareketiyle oluşan üst ve alt diyot sinyalleri direk olarak hissedilir.

- Aralıklı temas

Tip küçük bir piezoelektrik salıncı vasıtasıyla, rezonans frekansında (genellikle 100 kHz) titreştirilir. Titreşimin genliği 100 nm değerine kadar olabilir. Tip titrerken alt ve üst sinyaller aynı frekansta salınarak hareketi takip eder.

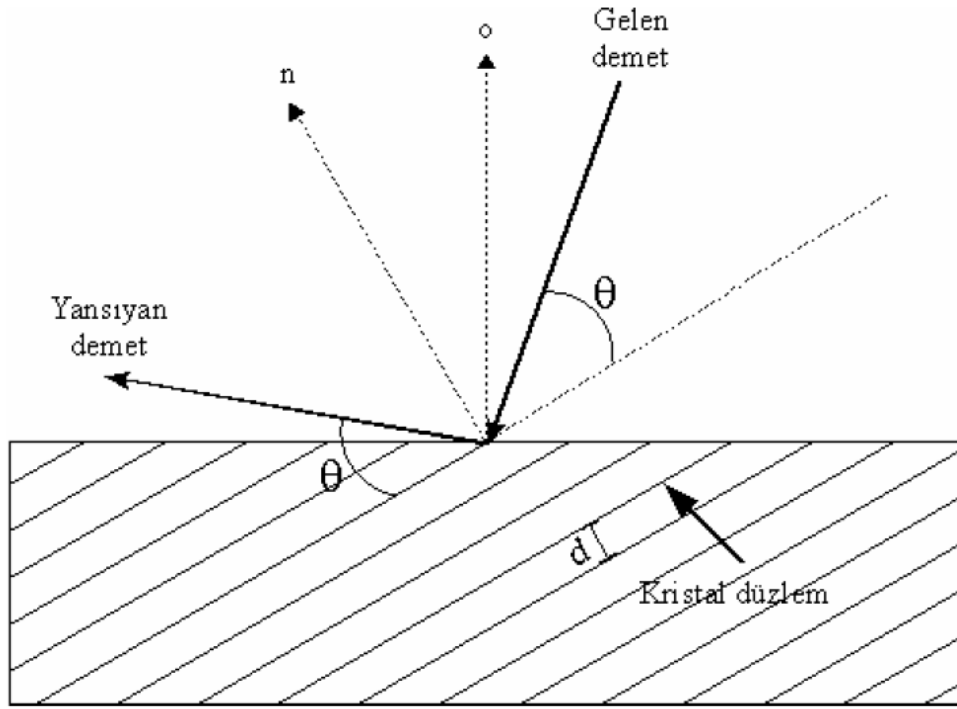
Alt ve üst sinyallerin genliği tipin titreşim genlik değerini verir. Titreşen tip yüzeyin diğer bölgesine geldiğinde aralıklı olarak aşağı inerek yüzeye dokunur. Bu hareket titreşimin genliğini azaltır(Q-Scope™ 250/400 Nomad™ kullanıcı kılavuzu).

AFM'nin en önemli özelliđi, alışılmıř elektron mikroskopisi tekniklerinde kaçınılmaz olan, özel örnek hazırlanması, vakum v.b. řartlara ihtiyaç duyulmadan, incelenen örnek yüzeyinin moleküler veya atomik seviyede üç boyutlu görüntüsünü verebilmesidir. (Oura, et al., 2003).

#### 4.4 X-ışını Kırınımı (XRD)

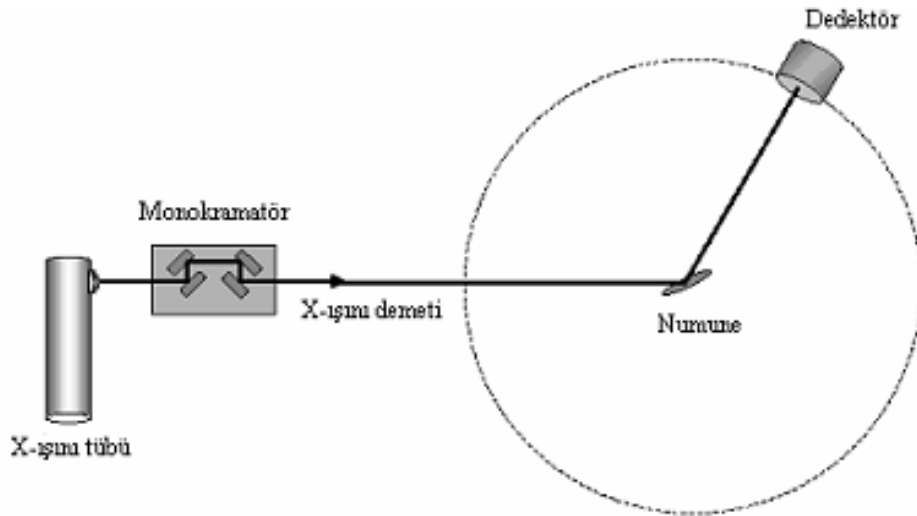
Kristal atomlarının arasındaki mesafeyi ve geometrik düzeni belirlemekte kullanılan bir yöntemdir. Bir kristal üzerine gelen X-ışınları, madde elektronları arasındaki etkileřme neticesinde saçılır. Eđer x-ışınları bir kristaldeki düzenli ortam tarafından saçılırsa, saçılmayı yapan merkezler arasındaki uzaklık x-ışınının dalga boyu ile aynı mertebeden olduđu için saçılan ışınlar sönümleyici ya da güçlendirici girişim yaparlar. Bu durumda kırınım meydana gelir (Şişman İ., 2006). Örneđin; X-ışınlarının eşit aralılıklarla sıralanmış paralel örgü düzlemleri üzerine  $\theta$  açısıyla geldiđini varsayalım. Bu durumda ardışık iki düzlemden yansıyan ışınlar arasındaki yol farkı  $2d\sin\theta$  olur. Burada "d" düzlemler arası mesafedir. Yapıcı girişim oluşması için, bu yol farkları dalga boyunun tam katları şeklinde olmalıdır ( $2d\sin\theta=n\lambda$ ,  $n=0, 1, 2, 3\dots$ ). Bu Bragg yasası olarak bilinir (Guinier, 1994; Küçükgenç, 2008).

$$mB\lambda = 2dBSin\theta \quad (4.2)$$



**Şekil 4.7** XRD saçılma geometrisi (“o” ve “n” sırasıyla numune yüzeyi ve yansıma düzlemleri normalleri) (Küçükgenç, 2008).

Şekil 4.7’de gösterilen X-ışınları difraksiyonu (XRD) alttaş üzerine büyütülen ince filmlerin karakterizasyonu için kullanılan bir tekniktir. İnce film ve çok katmanlı yapıların kalınlıkları, yoğunlukları ve pürüzlülükleri hakkında bilgi sağlar (Zhang, 2003; Kars, 2007).



**Şekil 4.8** XRD cihazının şematik resmi (Korçak, 2006).



Sonuç olarak, bir x-ışını kırınım demetinden;

1. Bir katıdaki düzlemler arasındaki mesafe (atomların oluşturduğu sıralar)
2. Tek kristalin veya taneciğin yönelimi
3. Bilinmeyen bir malzemenin kristal yapısı
5. Tanecik boyutu, stresi ve şekli hakkında bilgi edinilebilir (Kars, 2007).

#### 4.5 Spektroskopik Elipsometre

Elipsometre, kutuplanmış ışığı kullanan çok hassas yüzey ve ince film ölçüm tekniğidir. Diğer basit yansıma ölçümlerine nazaran daha iyi olan bu hassaslık, yansıtılmış polarize ışık demetindeki faz değişimi ilişkisinin çözülmesinden kaynaklanır. Aynı zamanda yansıyan ışığın şiddeti kesin olarak ölçülemeyeceğinden elipsometre tekniği daha doğru sonuçlar verir(TT90 Spektroskopik Elipsometre Kataloğu 2010).

Geliş açısı değişkenliği ve spektroskopik ölçümlerin kombinasyonu kullanıcıya, çalışılan numuneden daha fazla bilgi almasına imkan tanır. Daha da önemlisi tayfsal çalışma aralığı ve ışığın gelme açısı, katman kalınlığı veya filmlerden birinin optik parametrelerini doğru bir şekilde elde etmek için optimize edilebilir. Sonuç olarak, spektroskopik elipsometre geliş açısındaki değişkenlik sayesinde çalışılan numune veya yapılarda geniş aralık esnekliğine ve sabit açılı yada sabit dalga boylu elipsometrelerin analiz edemediği kompleks numuneleri analiz etme gücüne sahiptir(TT90 Spektroskopik Elipsometre Kataloğu 2010).

Elipsometre, numune yüzeyinden yansıyan ışığın polarizasyonundaki değişimi ölçer. Ölçüm değerleri Psi ( $\Psi$ ) ve Delta ( $\Delta$ ) olarak ifade edilir. Bu değerler p kutuplu ışık için  $R_p$  ve s kutuplu ışık için  $R_s$  Fresnel yansıma katsayılarının değeri ile ilişkilidir(TT90 Spektroskopik Elipsometre Kataloğu 2010).

$$\rho = \frac{R_p}{R_s} = \tan\Psi \exp(i\Delta) \quad (4.3)$$

Elipsometre bu iki değeri ölçtüğünden yüksek kesinlik ve tekrarlanabilirlik özelliğine sahiptir. Değerin karmaşık sayı olması ölçümün çok hassas olmasını sağlar (TT90 Spektroskopik Elipsometre Kataloğu 2010).

## 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR ve ANALİZLERİ

### 5.1 Giriş

Bu çalışma iki aşamadan oluşmaktadır. Birinci aşamada TVA tekniği kullanılarak cam alttaş üzerine yüksek kırılma indisine sahip ZnS ve düşük kırılma indisine sahip MgF<sub>2</sub> ince filmler tek tarafa 8 kat olmak üzere katman katman büyütülmüştür.

İkinci aşamada ise yine TVA tekniği kullanılarak cam alttaş üzerine yüksek kırılma indisine sahip ZnS ve düşük kırılma indisine sahip MgF<sub>2</sub> ince filmler cam alttaşın ön ve arka yüzeylerine 4'er katman olmak üzere ince film büyütme işlemi gerçekleştirilmiştir.

Üretilen ince filmlerin bazı fiziksel, optiksel ve yüzeysel özellikleri analiz edilmiştir.

Üretilen ince filmler için bölüm 4'te verilen cihazlar ile ;

- XRD
- SEM - EDS
- AFM
- Ortalama yüzey pürüzlülüğü
- Kalınlık Ölçümü
- Geçirgenlik
- Absorbans
- Elipsometre

ölçümleri alınmıştır.

TVA sistemi ile üretilen çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerin mikro yapıları ve kristalografik bilgileri XRD cihazı kullanılarak elde edilmiştir. SEM ve EDS analizlerinde filmlerin yüzey görüntüleri, kesit alanı görüntüleri ve elementel oranlarının tayinleri belirlenmiştir. Yüzey yapıları hakkında bilgiler edinebilmek için aynı zamanda AFM ölçümleri yapılmış ve bu ölçümlerden ortalama yüzey pürüzlülüğü analiz edilmiştir. Filmetrics F20 cihazı kullanılarak 300-1100 nm aralığında ince

filmlerin kalınlık ölçümleri yapılmıştır. Geçirgenlik ve absorpsiyon ölçümleri için Uv-Vis spektrofotometre cihazı kullanılmıştır. Son olarak da elipsometre ölçümleri yapılarak sonuçlar değerlendirilmiştir.

## 5.2 Deneysel Sistem

### 5.2.1 TVA Sistemi

Yüksek vakumda ( $10^{-6}$  Torr) anot materyalinin plazmasının üretilebilmesi için 1983 yılında INFLPR (National Institute For Laser, Plasma and Radiation Physics, Bucharest, Romania; Ulusal Lazer Plazma ve Radyasyon Fiziği Enstitüsü, Bükreş, Romanya)'in alt grubu olan Düşük Sıcaklık Plazma Fiziği Grubu çalışanlarından Prof. Dr. Geavit MUSA ve arkadaşları tarafından Termiyonik Vakum Ark (TVA) tekniği çalışmaları başlatılmıştır (Musa, et al., 1983). 30 yıllık araştırma ve geliştirme çalışmaları sonucunda TVA tekniği ile yapılan çalışmalar, plazma destekli kaplama yapan teknikler arasında yerini almıştır. Eskişehir Osmangazi Üniversitesi (ESOGU) Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Plazma Fiziği ve Teknolojileri Laboratuvarlarında 1998 yılından beri TVA tekniği ile ince film üretim çalışmaları devam etmektedir. ESOGU Plazma Fiziği ve Teknolojileri Laboratuvarlarında TVA tekniği ile erime noktası düşük materyaller (Cu, Au, Ag, SiO, Si, ZnO, ZnS, ZnSe gibi); erime noktası yüksek materyaller (Re, B, C, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gibi) ve çeşitli gazların plazmaları elde edilerek bu plazmalar yardımı ile homojen, pürüzsüz, saf ince filmler üretilebilmektedir (Pat, 2007) (Balbağ, 2009).

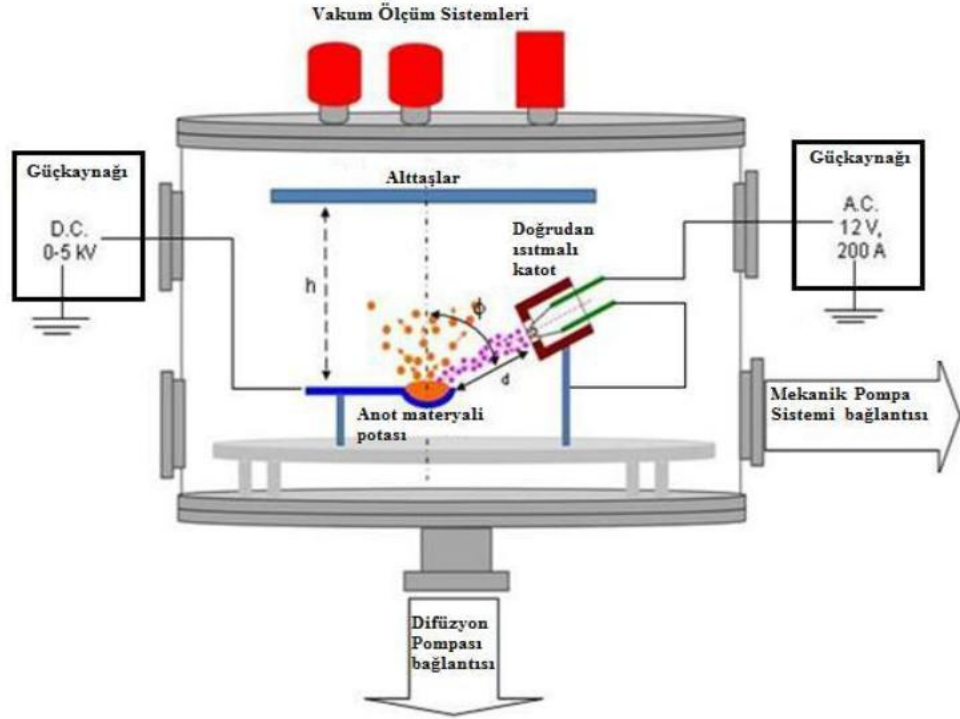
Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniği; metal, seramik, yarıiletken gibi hemen hemen her materyalin plazmasını üretebilen bir tekniktir. TVA sisteminin vakum odası içinde, plazması oluşturulacak materyalin bulunduğu anot ve katot bulunur. Katottan yayınlanan elektronlar ve elektrotlar arasına uygulanan voltaj ile anot materyalinin saf, gaz karışımı içermeyen ve yüksek iyonlaşma dereceli plazması oluşturulur. TVA tekniği, pek çok yeni teknolojik uygulamalarda kullanılmaktadır. Bunlardan en önemlisi iyon-destekli kaplamadır. Anot materyali iyonları ile bombardıman edilerek alttaş

üzerine üretilen kaplamalar; son derece düz, pürüzlülüğü düşük, yoğun ve yüksek tutunmalı kaplamalar olmaktadır. TVA ile yapılan karbon ve bor kaplamalarda, yapıların nano boyutta olduğu görülmüş ve bu TVA tekniğinin nano teknoloji uygulamalarında da kullanımına sebep olmuştur (Musa, et al., 2004) (Ekem, 2007) (Pat, et al., 2010) (Balbağ, 2010) (Pat, 2011) (Korkmaz, 2012) (Özkan, 2012).

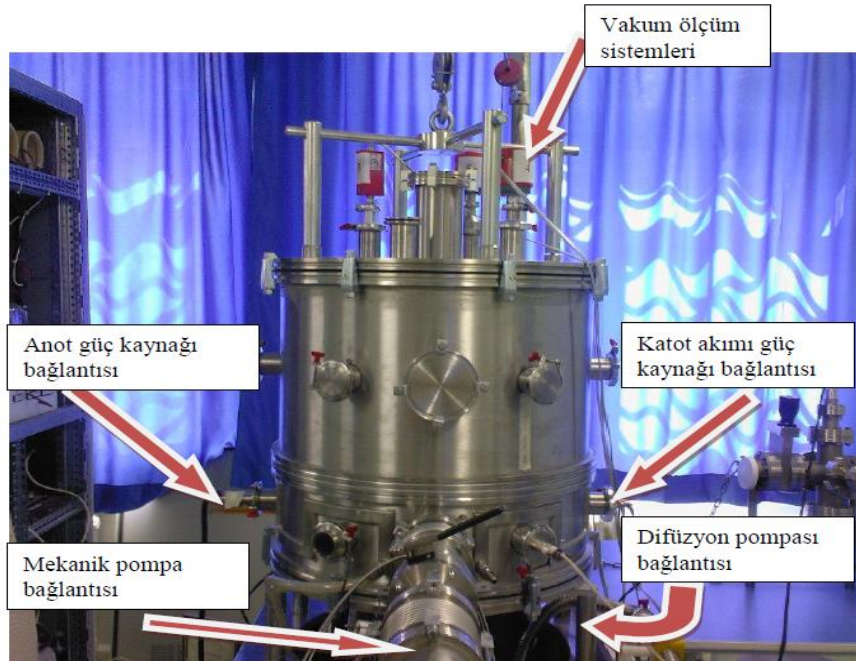
TVA sistemi 10 ana bölümden oluşmaktadır. Bunlar;

1. Vakum Odası,
2. Doğrudan ısıtılmalı katot,
3. Anot materyali potası,
4. Katot akımı güç kaynağı,
5. Anot potansiyeli güç kaynağı,
6. Pompalama sistemleri,
7. Vakum ölçüm sistemleri,
8. Amperetreler ve Voltetreler sistemi,
9. İnce film kalınlık ölçüm sistemleri,
10. Soğutma sistemleri.

İnce film üretimi için kullandığımız TVA sisteminin şematik gösterimi Şekil 5.1’de ve fotoğrafı Şekil 5.2’ de gösterilmiştir.



Şekil 5.1 TVA sisteminin şematik çizimi



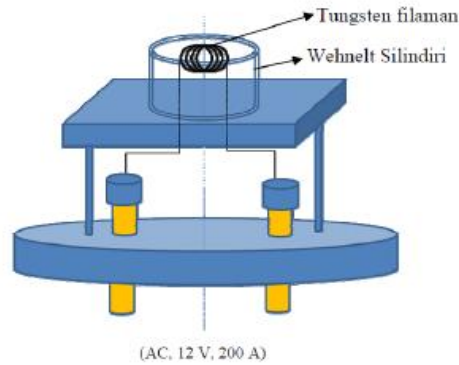
Şekil 5.2 TVA sisteminin fotoğrafı (Özkan, 2010).

### 5.2.1.1. Vakum odası

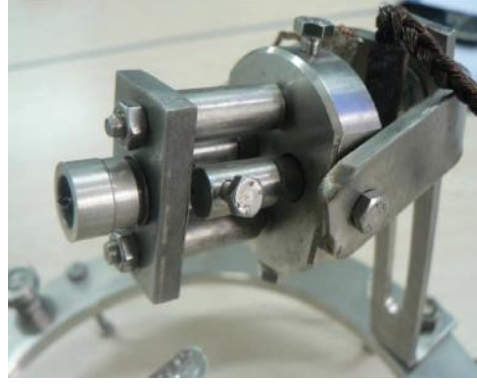
TVA sisteminin vakum odası, yüksekliği 60 cm, çapı 60 cm boyutlarında ve yaklaşık  $10^{-9}$  Torr'luk yüksek vakum değerlerinde de çalışabilecek şekilde paslanmaz çelikten özel olarak imal edilmiş olup, silindir şeklindedir. Şekil 5.2' de fotoğrafı görülen sistemin en temel bölümüdür

### 5.2.1.2. Doğrudan ısıtmalı katot

Doğrudan ısıtmalı katot, üzerinden akım geçirilerek elektron emisyonu sağlayan bir elektron tabancasıdır. Tungsten telden özel olarak yapılmaktadır (deneyler süresince tarafımızdan yapılmıştır). Oluşturulan bu elektron emisyonu bir Wehnelt silindiri yardımıyla plazması oluşturulacak olan malzemenin üzerinde odaklanacak şekilde gönderilir. Şekil 5.1'deki Wehnelt silindirinin ucu ile materyal arasındaki mesafe anotla katot arasındaki uzaklığı ifade eder ve  $d$  ile simgelenir.  $\phi$  ise elektron tabancasından çıkan elektron demetinin doğrultusu ile kaplanacak malzemenin indirilen düşey eksen arasındaki açıdır.  $\phi$  ve  $d$ ; TVA sisteminde önemli iki parametredir. Şekil 5.3'te doğrudan ısıtmalı katodun şematik çizimi, Şekil 5.4'te ise doğrudan ısıtmalı katodun fotoğrafı gösterilmektedir.



Şekil 5.3 Doğrudan ısıtmalı katodun şematik gösterimi.



Şekil 5.4 Doğrudan ısıtmalı katodun (elektron tabancası) fotoğrafı.

### 5.2.1.3. Anot materyali potası

Anot materyali potası, yüksek erime sıcaklığına sahip malzemelerden yapılmış bir potadır. Çalışma esnasında alaşım yapma olasılığına karşı çeşitli elementler için uygun potalar kullanılması gerekir. Bu nedenle deneysel çalışmalarımızda erime sıcaklığı 3422 °C olan tungsten (wolfram) elementinden yapılmış potalar kullanılmıştır.

### 5.2.1.4. Katot akımı güç kaynağı

TVA daki deneysel çalışmalarda, 12 V - 200 A AC ayarlanabilir çıkış voltajlı (varyaklı) katot akımı güç kaynağı kullanılmıştır.

### 5.2.1.5. Anot potansiyeli güç kaynağı

Anot potansiyeli güç kaynağı olarak; DC, 0 – 5 kV ve 10 kV kapasiteli ayarlanabilir çıkış voltajlı (varyaklı) güç kaynağı kullanılmıştır.

Katot akımı güç kaynağı ve anot potansiyeli güç kaynağı ikisi bir arada olmak üzere Şekil 5.5' teki fotoğrafta görüldüğü gibi TVA sistemi için ayrı bir bölüm olarak yapılmıştır.



Şekil 5.5 Katot akımı güç kaynağı ve anot potansiyeli güç kaynağı.

#### 5.2.1.6. Pompa sistemleri

Pompa sistemleri, Edwards EM40EH250 marka bir adet mekanik pompa ve Edwards Diffstack M100 marka bir adet difüzyon pompasından oluşmaktadır. Bu iki pompanın çalışması sonucunda vakum odasının basıncı  $10^{-6}$  Torr'a düşmektedir. Mekanik pompa ile vakum odasının basıncı  $10^{-4}$  Torr'a kadar inmekte, daha sonra difüzyon pompasının devreye girmesiyle de vakum odasının basıncı  $10^{-6}$  Torr'a düşürülmektedir. Deneyle bu vakum düzeyinde gerçekleştirilmiştir.

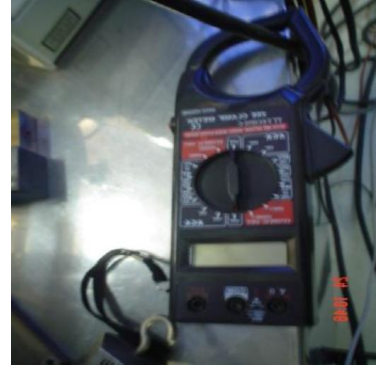
#### 5.2.1.7. Vakum ölçüm sistemleri

Vakum ölçüm sistemleri, Edwards marka  $10^{-3}$  Torr' a kadar hassas olarak ölçebilen düşük basınçölçer cihazı ve  $10^{-6}$  Torr' a kadar hassas olarak ölçen daha düşük basınçölçer cihazı olmak üzere iki çeşittir.



### 5.2.1.8. Ampermetre ve voltmetre sistemleri

Ampermetre ve voltmetreler yardımı ile kaplanacak malzemelerin termiyonik vakum arklarının oluşturulduğu anot ve katot arasındaki iyon akımı ve ateşleme potansiyelleri ölçülebilmektedir (Şekil 5.6 a). Şekil 5.6 b’de ise flaman akımını kontrol etmek amacı ile kullanılan bir askı ampermetre fotoğrafı görülmektedir.



Şekil 5.6 Ampermetre ve voltmetre sistemleri a) Anot katot arası iyon akımı ve ateşleme potansiyeli ölçümü için ampermetre ve voltmetre, b) Flaman akımını kontrol etmek için kullanılan askı ampermetre.

### 5.2.1.9. İnce film kalınlık ölçüm sistemleri

İnce film kalınlık ölçüm cihazı olarak kuartz kristalli Cressington MTM10 cihazı kullanılmaktadır. Bu cihaz ile 0,1 nm hassasiyetinde ölçüm yapabilmek mümkündür.

### 5.2.1.10. Soğutma sistemleri

Soğutma sistemleri, difüzyon pompasının üzerinde bulunan su soğutma ünitesi ve vakum odasının dış yüzeyinde bulunan su soğutma ünitesi, sistemlerinden oluşmaktadır.

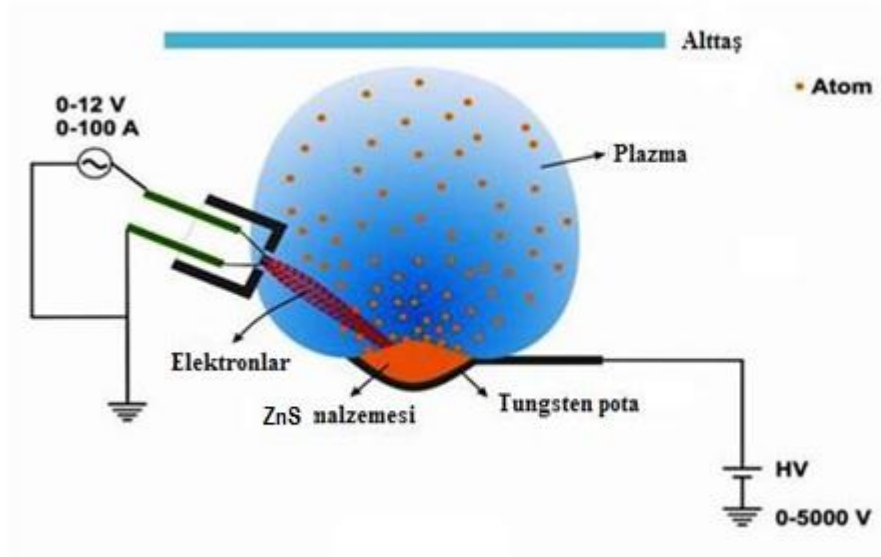
### 5.2.2 TVA Deşarj

Termiyonik Vakum Ark (TVA) tekniğinde; katottan yayınlanan elektronlar, anot içine yerleştirilen materyal üzerine yüksek voltaj yardımıyla bombardıman edilerek, anot materyalinin ısınarak eriyip buharlaştırılmasıyla deşarj oluşturulmaktadır; yani anot materyalinin plazması oluşturulmaktadır.

TVA deşarj, gazlarda meydana gelen ark deşarjlardan farklıdır. Gazlarda meydana gelen deşarjlarda gaza aktarılan elektriksel enerji, yalnızca gazın iyonlaşmasını ve iyon kayıplarını korumak için harcanırken, TVA'da deşarja aktarılan elektriksel enerji, hem arkın oluşacağı gazı hem de bu gazın iyonlarını aynı anda üretmek için harcanır. Bununla birlikte TVA deşarjın oluşması için gereken koşullar, deşarj oluşuktan sonra da korunmak zorundadır. Başka bir deyişle TVA, deşarj boyunca hem deşarjın oluşacağı gazı hem de bu gazın iyonlarını oluşturmaktadır.

TVA deşarjın oluşturulması için katot filamentini, AC düşük voltaj güç kaynağı ile istenilen ısıtma akımında ısıtılır ve böylece katottan termoelektron emisyonu sağlanır. Burada katodun bir ucu, düşük voltaj güç kaynağına bağlı iken diğer ucu elektrotların monte edildiği tablaya dolayısıyla vakum odasının üzerine bağlanmıştır. Böylece vakum odasının kendisi toprak olarak kullanılmıştır. Katot filamentinden elektron emisyonu sağlandıktan sonra anot ile katot arasına yüksek voltaj uygulanır. Anot ile katot arasına yüksek voltajın uygulanması ile katottan yayınlanan elektronlar, anot üzerine hızlandırıldığı gibi anot üzerine odaklanmış da olmaktadır. Bu, katot filamentinin içine yerleştirildiği Wehnelt silindirin toprak potansiyelinde tutulması nedeniyle. Hızlandırılarak anot üzerine odaklanan elektron bombardımanı nedeniyle anot içindeki materyal üzerine enerji aktarılır ve bu enerji ile anot materyali ilk olarak ısınır. Uygulanan voltajın arttırılmaya devam edilmesi ile anot içindeki materyalinin erimesi ve daha sonra kaynarak buharlaşması sağlanır. Elektrotlar arasına uygulanan voltaj arttırılmaya devam edilirse, elektrotlar arası uzayda anot metali atomlarının belirli bir yoğunluğunda ve uygulanan voltajın uygun değerinde, katottan yayınlanan elektron emisyonunun devam etmesi sebebiyle anot metali buharlarında parlak bir deşarj oluşur. Bu anda elektrotlar arasındaki gerilim aniden düşer akım ise birden yükselir. Oluşan

anot materyalinin plazması anot üzerinden sürekli bir şekilde yayılır. Bu durumda vakum içerisinde uygun bir yere yerleştirilen alttaşlar yada herhangi bir malzeme anot materyali cinsinden kaplanacaktır.



Şekil 5.7 TVA' da elektron bombardımanı sonucunda anottaki materyalin plazma haline geçmesi.

TVA sistemi ile şimdiye kadar birçok materyalin (bakır, gümüş, alüminyum, kalay, altın, nikel, alümina, zirkonyum oksit, bor, karbon, renyum, molibden, tantalyum, tungsten, berilyum gibi ) plazması üretilmiş ve bu materyallerin ince filmleri ya da kalın kaplamaları yapılabilmektedir.

### 5.2.3 TVA tekniği ile üretilen ince filmlerin özellikleri

TVA tekniği ile yüksek vakumda (high vacuum) ( $10^{-9}$  - $10^{-8}$ ) çalışmak mümkündür. Bu ise kaplamanın kalitesini artırarak oksitlenme veya ortamda bulunan başka gazlardan filme gelebilecek etkileri en aza indirmektedir. Diğer tekniklerin bazılarında yüksek vakum şartlarına ulaşamamaktadır. TVA tekniğinde kaplama yaparken bir tampon gaza ihtiyaç duyulmamaktadır. Böylelikle diğer tekniklere göre çok daha iyi vakum şartlarında ve kullanılan gazın safsızlıklarına rastlanmadan sadece

kaplama yapılacak materyalin yüksek saflıkta kaplamasının yapılması mümkün hale gelmektedir (Özkan, 2010).

TVA tekniği ile kaplamalarda, elektrotlar arası mesafe, açı ve katot sıcaklığı, filaman akımı ( $I_f$ ) ve voltaj değiştirilerek, kaplanacak malzemenin iyonlarının enerjileri kontrol edilebilmekte ve yüksek iyon enerjileri elde edilebilmektedir. İyon enerjilerinin kontrolü çok önemlidir. Bu sayede ise elde edilecek ince filmlerde, kaplanacak olan materyalin iyonlarının filme tutunmasını artırarak filmin düşük pürüzlülükle kaplanmasını sağlamaktadır. Diğer kaplama tekniklerinde bu tutunma oranı özellikle termal buharlaştırma tekniğinde oldukça düşüktür. Dolayısıyla termal buharlaştırma ile üretilen ince filmlerin yüzey pürüzlülükleri yüksek olmaktadır. Erime noktası çok yüksek olan refraktör materyaller ya da seramikler de dahil olmak üzere çeşitli materyallerin TVA tekniği ile kolaylıkla kaplamaları yapılabilmektedir. Diğer kaplama tekniklerinde her materyali depolamak mümkün değildir. TVA tekniği ile alttaş olarak plastikte dahil herhangi bir taban kullanılabilir. Bağımsız güç kaynakları ile eşzamanlı olarak birden fazla materyalin depolanması da TVA tekniği ile gerçekleştirilmektedir (Balbağ, 2009).

TVA sistemi ile bugüne kadar üretilen ince film kaplamaların incelenmesi sonucunda aşağıdaki özellikler bulunmuştur;

- Üretilen ince filmlerin yüksek saflıklarda olduğu (sadece kaplaması yapılacak materyalden ince filmler üretilebilmekte ve safsızlık atomları eser miktarlardadır) (Pat, et al., 2005).
- İnce filmlerin yüzey tutunmalarının oldukça yüksek olduğu gözlenmiştir ve bu tutunmaların TVA sistemi ile ayarlanabilmesi söz konusudur (Pat, et al., 2005). Bugüne kadar üretilen yarı iletken ince filmlerin yavaş enerji aralıklarının tavlama sıcaklıkları ile çok küçük miktarlarda (ihmal edilebilir seviyelerde) değiştiği gözlenmiştir (Vladoiu, et al., 2003).

- TVA sistemi ile üretilen ince filmlerin yüzey pürüzlülüğünün düşük olduğu gözlenmiştir (amorfsun karbonsun ince filmlerde yüzey pürüzlülüğü 0,7nm bulunmuştur) (Ekem, et al., 2008). TVA ile üretilen ince filmlerin oldukça sıkı yapıda olduğu gözlenmiştir.
- TVA ile üretilen ince filmlerin TEM analizleri sonucunda üretilen ince filmlerin nano desenler şeklinde olduğu gözlenmiştir (Balbağ, et al., 2007; Musa, et al., 2006).
- TVA sistemi ile ayrıca çok yüksek erime sıcaklığına sahip olan refrakter metallere ince filmleri kolaylıkla üretilmekte ve bu materyallerin işlenmesi de gerçekleştirilebilmektedir (Surdu, et al., 2007; Musa, et al., 2007; Vladoiu, et al., 2007; Lungu, et al., 2006; Vladoiu, et al., 2006; Lungu, et al., 2005; Musa, et al., 2005; Lungu, et al., 2004; Musa, et al., 2004).
- TVA plazmalarının iyon enerjileri kontrol edilebildiğinden; ince filmin alttaş üzerindeki difüzyon derinliği isteğe bağlı olarak değişebilmektedir (Vladoiu, et al., 2003).
- TVA ile kaplama yapılırken ince film depolama oranı ayarlanabilmektedir (Musa, et al., 1984).
- TVA sistemin en önemli özelliklerinden bir tanesi ise istenilen alttaşlar üzerine her türlü kaplamaların yapılabilmesidir. Örneğin; bugüne kadar çelik, silisyum, BK7 camı, mikroskop camı, krom ince filmler, NaCl kristali, bakır, alüminyum ve plastik gibi çeşitli alttaşlar üzerine kaplamalar gerçekleştirilmiştir (Musa, et al., 1984).

- Kullandığımız TVA ince film üretim sistemi %80 oranında yerli yapımdır. Yerli imkânlarımızla tasarlayıp, gerçekleştirdiğimiz parçalar vakum odası, elektriksel güç kaynakları, elektrotların tasarlanması ve geometrileridir. Böylece bu sistem için yurt dışına bir bağımlılık söz konusu değildir.

### **5.3 Deneyin Yapılışı**

Bu tez kapsamında iki farklı şekilde çalışma gerçekleştirilmiştir. Bunlardan ilki cam alttaş üzerine tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin büyütülmesidir. İkinci çalışmada ise yine cam alttaş üzerine çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmleri büyütülmüştür. Bu iki çalışma da ayrı ayrı bölümler halinde anlatılmıştır.

#### **5.3.1 Cam Alttaş Üzerine Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin Büyütülmesi**

Bu çalışmada cam alttaşın üzerine tek taraflı olmak suretiyle ZnS ve MgF<sub>2</sub> malzemeler ard arda 8 katman olarak kaplanmıştır. Deney parametreleri Çizelge 5.1'de verilmiştir.

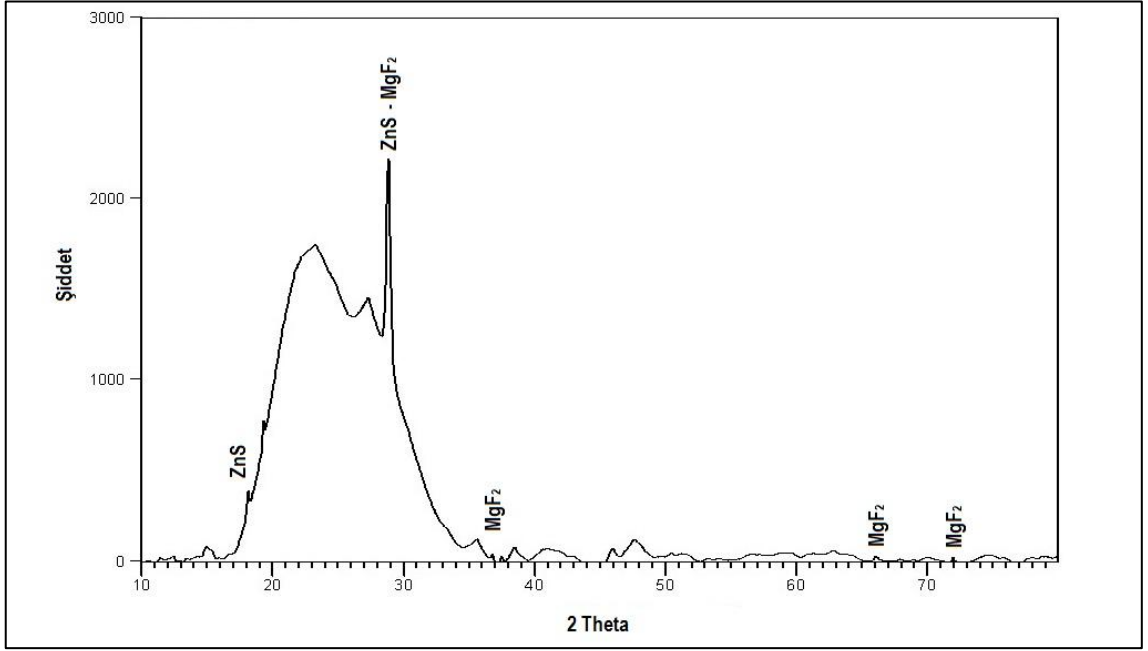
Çizelge 5.1 Deney parametreleri

ZnS-MgF <sub>2</sub>	
Uygulanan Voltaj (ZnS)	800 V
Flaman Akımı (ZnS)	19 A
Bombardıman Akımı (ZnS)	600 mA
Basınç (ZnS)	4,74x 10 <sup>-5</sup> Torr
Uygulanan Voltaj (MgF <sub>2</sub> )	1000 V
Flaman Akımı (MgF <sub>2</sub> )	22 A
Bombardıman Akımı (MgF <sub>2</sub> )	800 mA
Basınç (MgF <sub>2</sub> )	4,65x 10 <sup>-5</sup> Torr
Toplam Deney Süresi	16 d 30 s
Toplam Film Kalınlığı	251 nm

### 5.3.1.1 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin XRD Analizleri

TVA tekniği ile cam alt taş üzerine üretilen tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin XRD analizleri Panalytical Empeyan cihazında,  $\lambda=0,1540$  nm dalga boyuna sahip CuK <sub>$\alpha$</sub>  ışınları kullanılarak  $10^0 < 2\theta < 80^0$  aralığında kırınım desenleri alınarak yapılmıştır.

Şekil 5.8'de üretilen tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin XRD analizi verilmiştir. Üretilen ince filmlerin çoklu kristal yapıda olduğu gözlenmiştir.

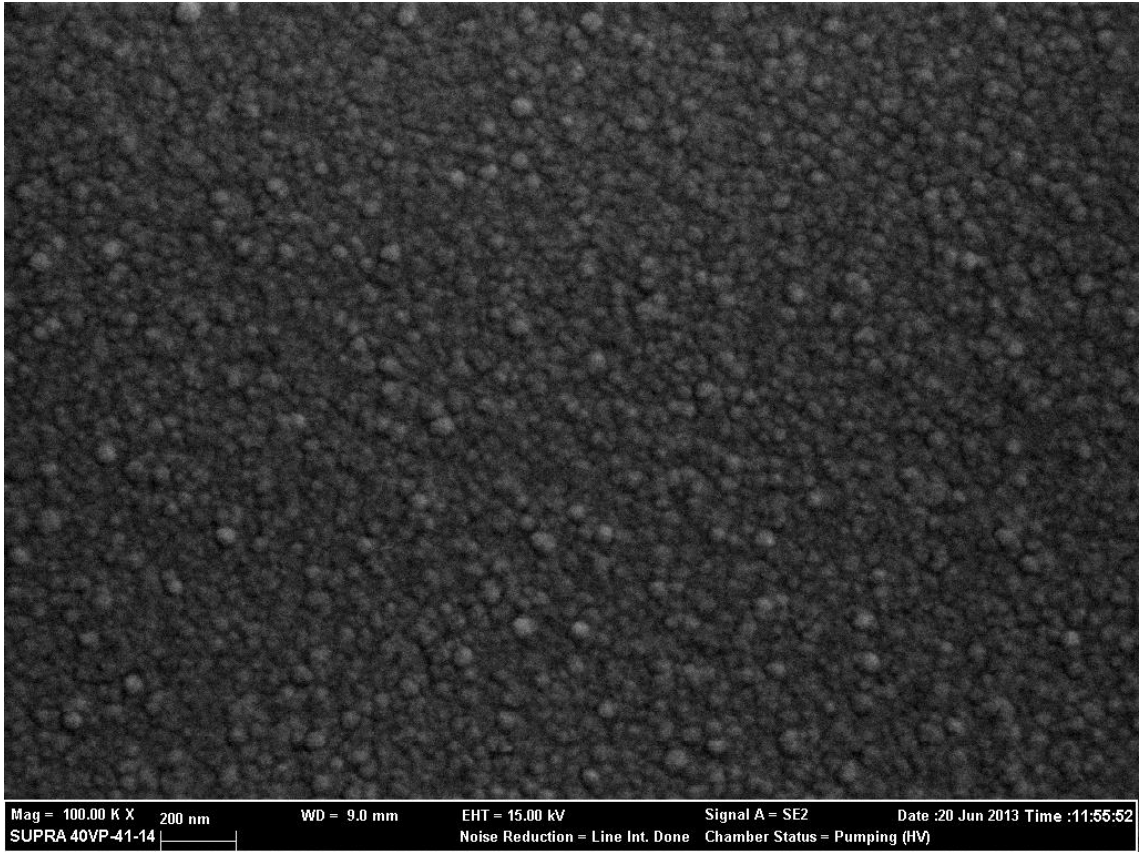


Şekil 5.8 Tek taraflı çok katmanlı ZnS ve MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin XRD analizi  
(ref. code: 98-009-4281)

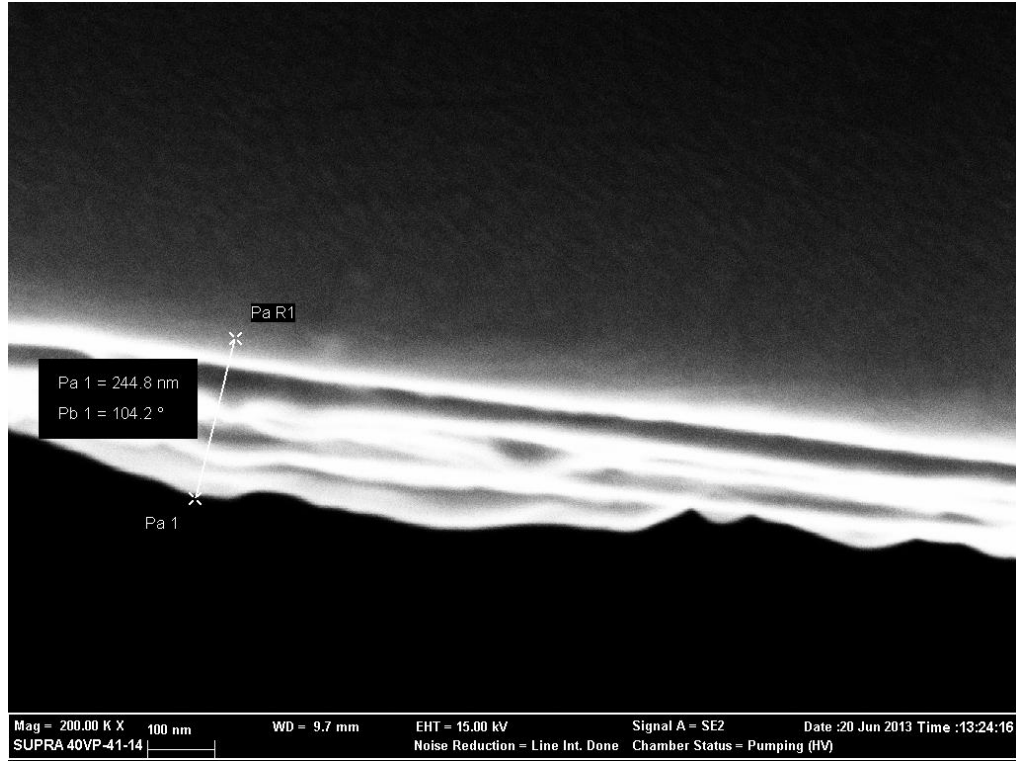


### 5.3.1.2 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin SEM Analizleri

Elde edilen ince filmlerin yüzey görüntüleri ZEISS Supra 40 VP FESEM cihazı kullanılarak incelenmiştir. Yüzeyden alınan 100.000 büyütme SEM görüntüsünden yüzeyin homojen yapıda olduğu görülmüştür (Şekil 5.9). Ayrıca kesit alanından alınan 200.000 büyütme SEM görüntülerinden yapının 8 katman olarak kaplandığı açıkça görülmektedir (Şekil 5.10).



Şekil 5.9 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin SEM görüntüsü



Şekil 5.10 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin kesit alanından alınmış SEM görüntüsü

### 5.3.1.3 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin EDS Analizleri

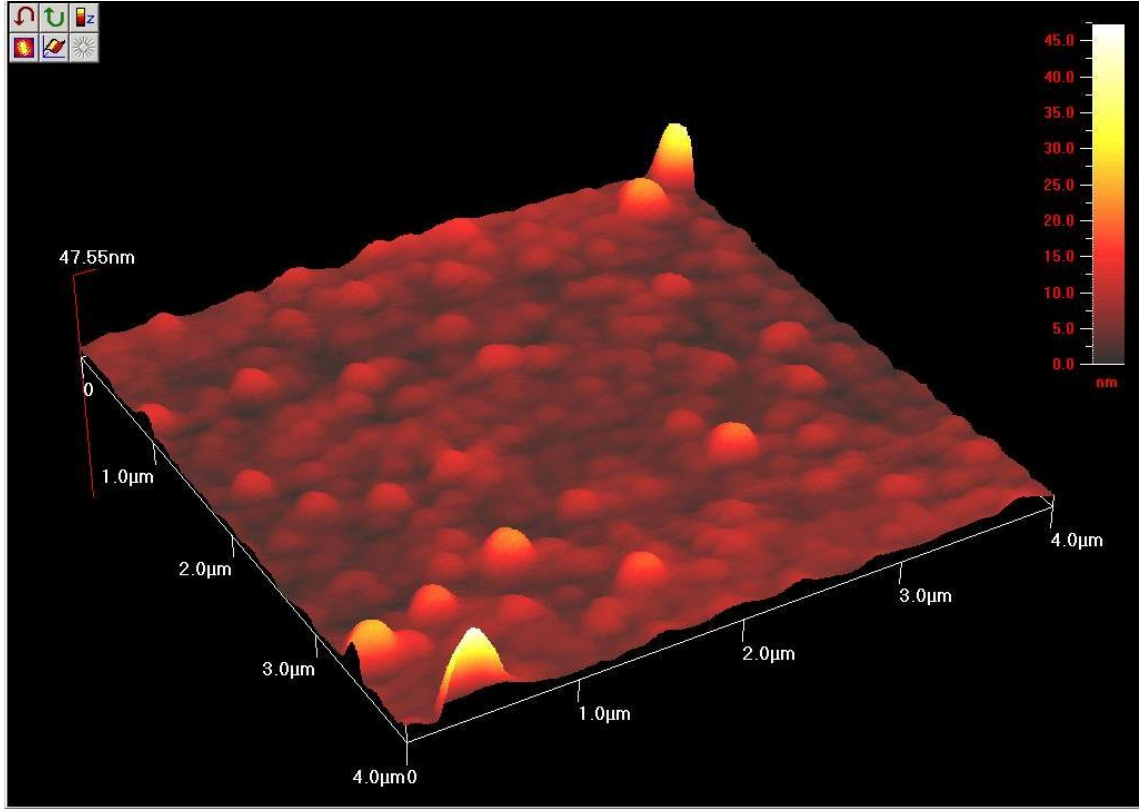
Elde edilen ince filmlerin EDS analizleri ile elementel yapı tayin edilmiştir. Element oranları çizelge 5.2'de görülmektedir.

Çizelge 5.2 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin EDS analizleri

Element	% Oranı
Zn	23,81
S	10,59
Mg	5,19
F	3,43
Si+O <sub>2</sub>	56,98

### 5.3.1.4 Cam Alttař Üzerine Büyütölen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin AFM Analizleri

TVA tekniđi ile üretilen tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin yüzey görüntüleri, Ambios marka Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılarak elde edilmiştir. Yüzey görüntüleri 4µm x 4µm'lik alan taranarak görüntölenmiştir. Üretilen tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin 3 boyutlu görüntüsü şekil 5.11'de gösterilmiştir.



Şekil 5.11 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin 3 boyutlu AFM görüntüsü.

Şekil 5.11'de tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin AFM ile elde edilen, 4µm x 4µm ebatlarında üç boyutlu faz görüntüsü gösterilmiştir. AFM görüntüsü incelendiğinde, ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin istenildiđi gibi homojen bir şekilde büyüdüđü görölmektedir. AFM görüntüsü literatürle uyumludur (Özkan, 2010).

### 5.3.1.5 Cam Alttař Üzerine Büyütölen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin Yüzey Pürüzlölüğü

TVA tekniğı ile üretilen tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin yüzey pürüzlölükleri Ambios marka Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılarak yüzey görüntüsü üzerinden eşit aralıklarla 40 ölçümün ortalamaları alınarak elde edilmiştir. Bulunan ortalama değeri 1,84 nm'dir. Bu çıkan sonuçlar doğrultusunda yüzeyin oldukça pürüzsüz olduğı gözlenmiştir; aynı zamanda da çoklu kaplama yapılmak istendiğinde diğeri katların yüzeye tutunabilmesi için yüzey pürüzlölüğü yeterlidir.

### 5.3.1.6 Cam Alttař Üzerine Büyütölen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin İnterferometrik Metot ile Kalınlık Ölçümleri

TVA tekniğı ile üretilen tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin kalınlık ölçümleri interferometrik ölçüm yapan Filmetrics F20 İnterferometrik cihazı kullanılarak yapılmıştır. Bu cihaz ile cam alt taş üzerine üretilmiş olan ince filmlerin her katman sonucunda kalınlıklarının ölçümü gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerin sonucu Çizelge 5.3 de verilmiştir.

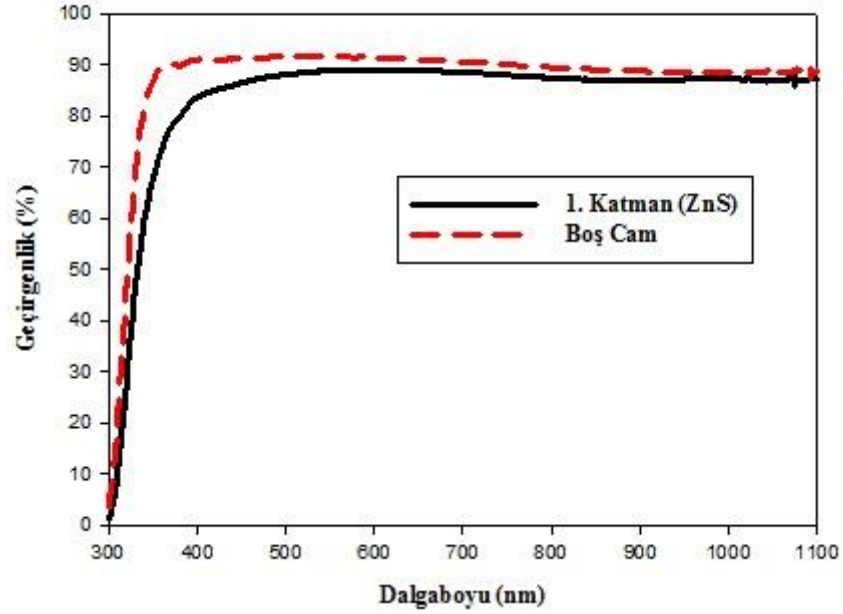
Çizelge 5.3 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin interferometrik metot ile kalınlık ölçüm sonucu

TekTaraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmleri	
Toplam Kalınlık	251 nm

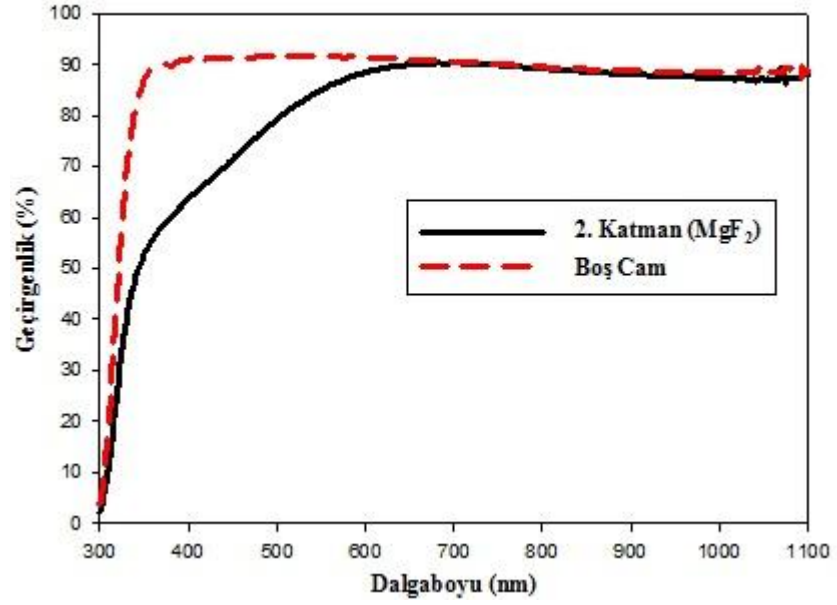
### 5.3.1.7 Cam Alttař Üzerine Büyütölen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin UV-Vis Geçirgenlik Sonuçları

TVA tekniđi ile üretilen tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin dalga boyuna göre geçirgenlik deđerleri Spectroquest Unico UV-4802 ölçüm cihazı ile 190-1100 nm aralıđında alınmıřtır. Bu geçirgenlik deđerleri boş camın geçirgenlik deđeri ile karşılařtırmalı olarak řekil 5.12 ile 5.19 aralıđında verilmiřtir.

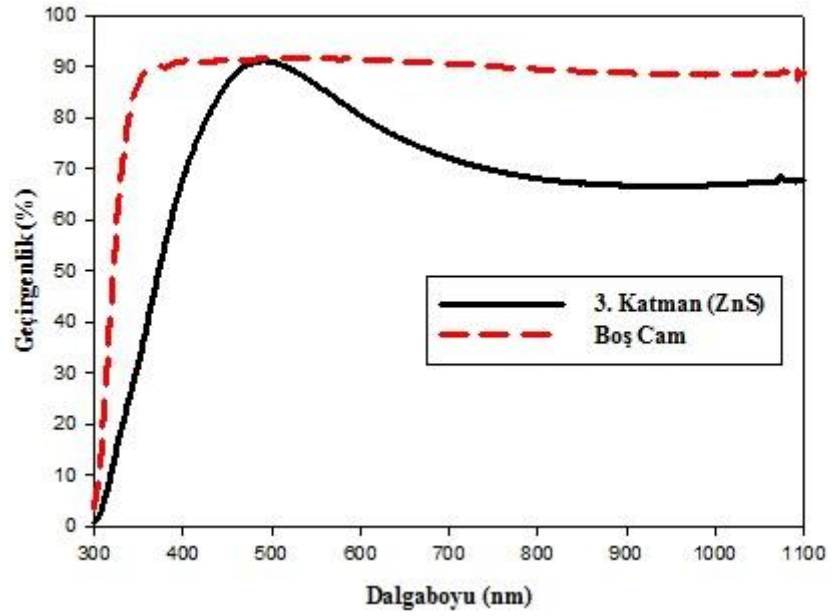
Grafikler, yapılan kaplamaların adım adım sonuçlarını göstermektedir. Her katmandan sonra ölçüm alınıp sonuçları incelenmiřtir.



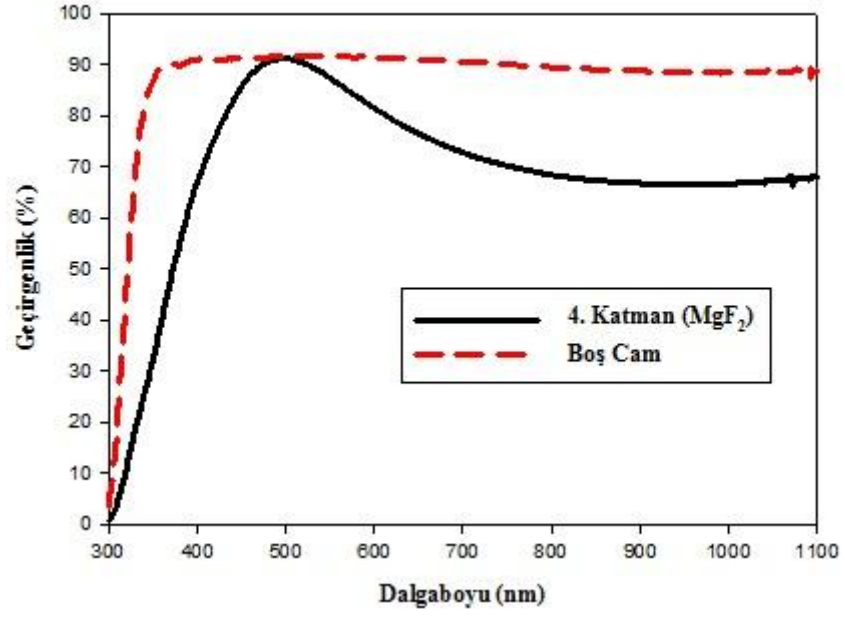
řekil 5.12 1. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiđi.



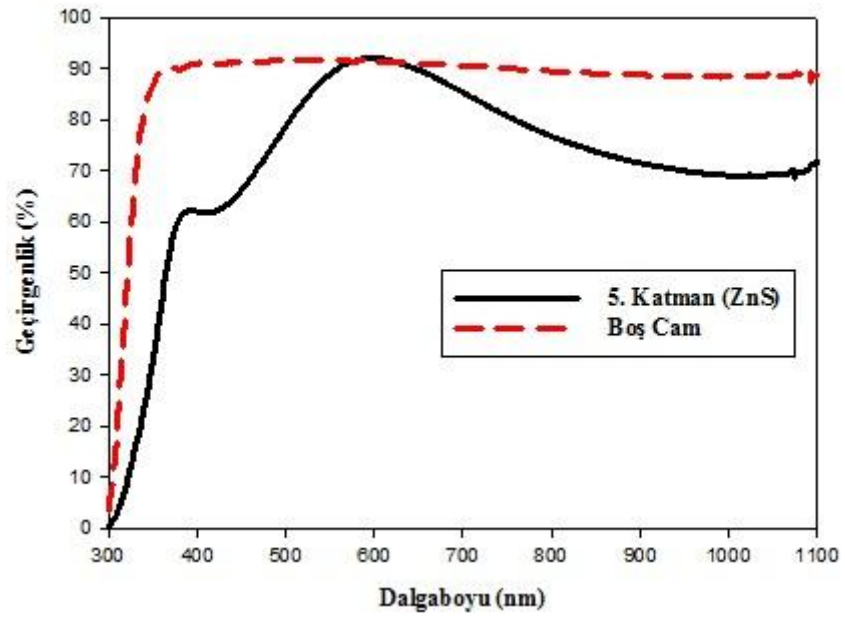
Şekil 5.13 2. katmanın (MgF<sub>2</sub>) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.



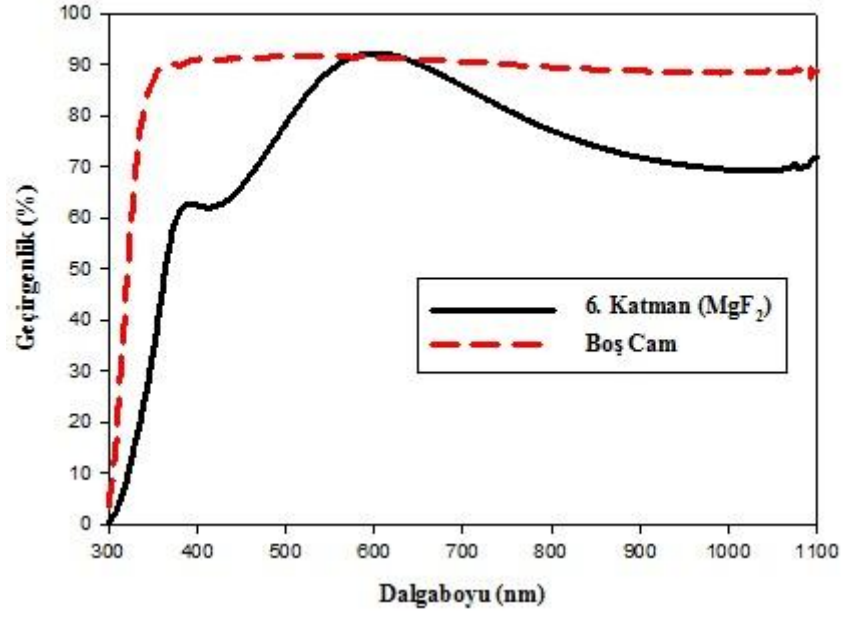
Şekil 5.14 3. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.



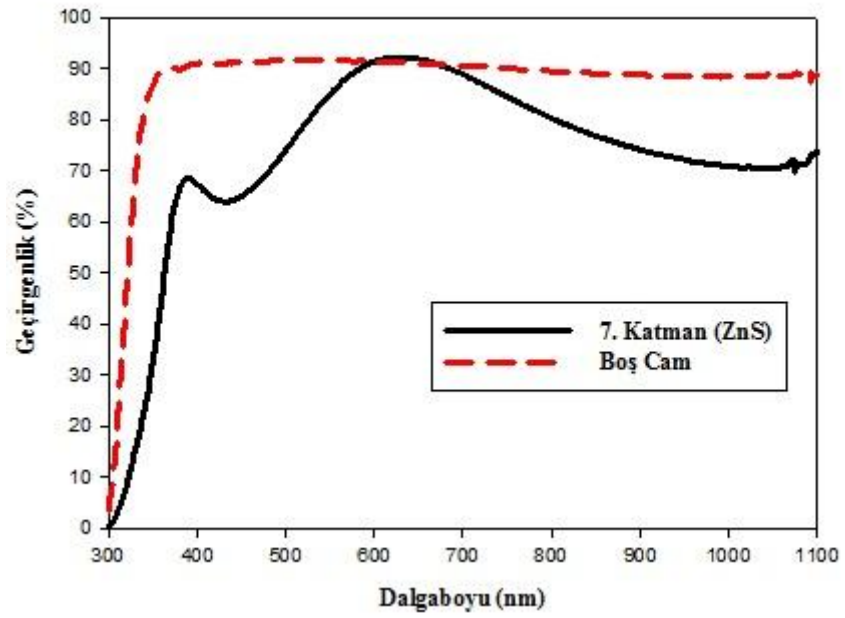
Şekil 5.15 4. katmanın (MgF<sub>2</sub>) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.



Şekil 5.16 5. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.

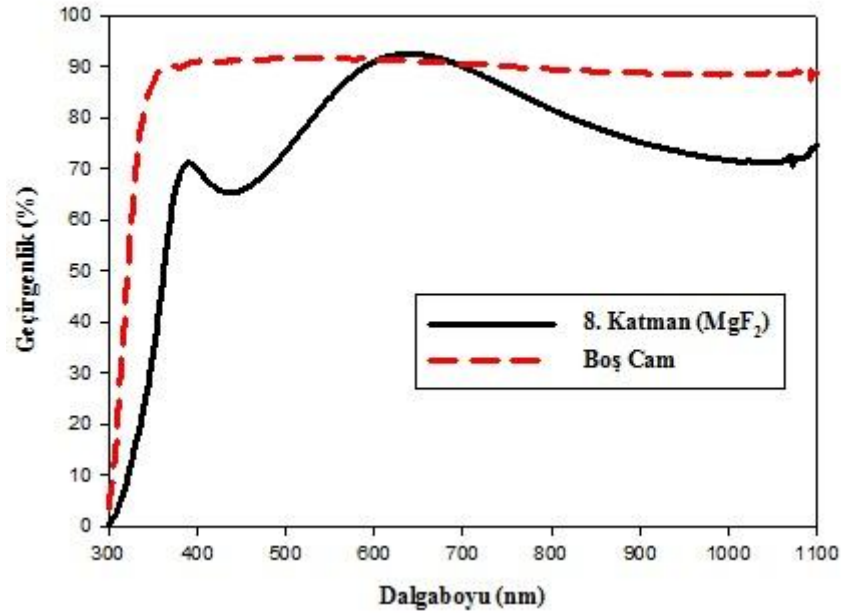


Şekil 5.17 6. katmanın (MgF<sub>2</sub>) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.



Şekil 5.18 7. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.



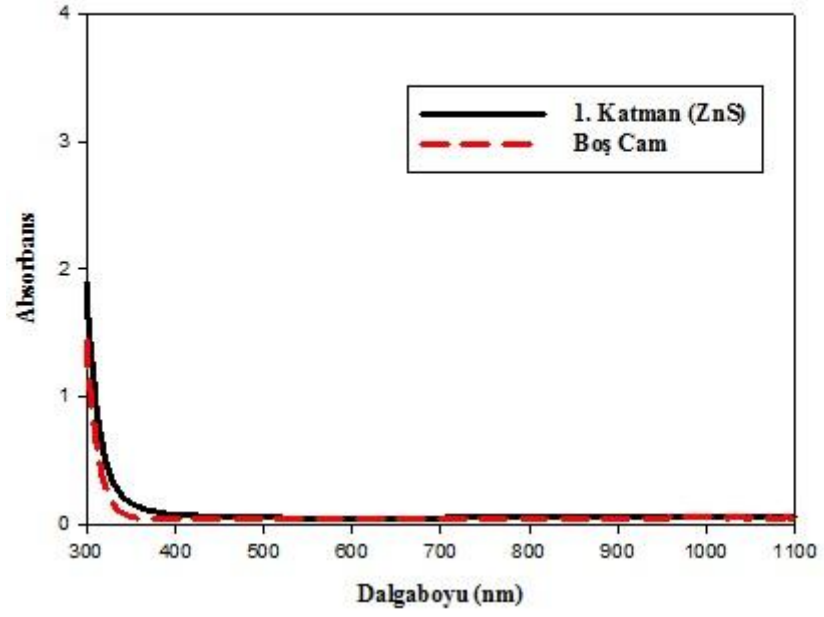


Şekil 5.19 8. katmanın (MgF<sub>2</sub>) dalgaboyuna göre geçirgenlik grafiği.

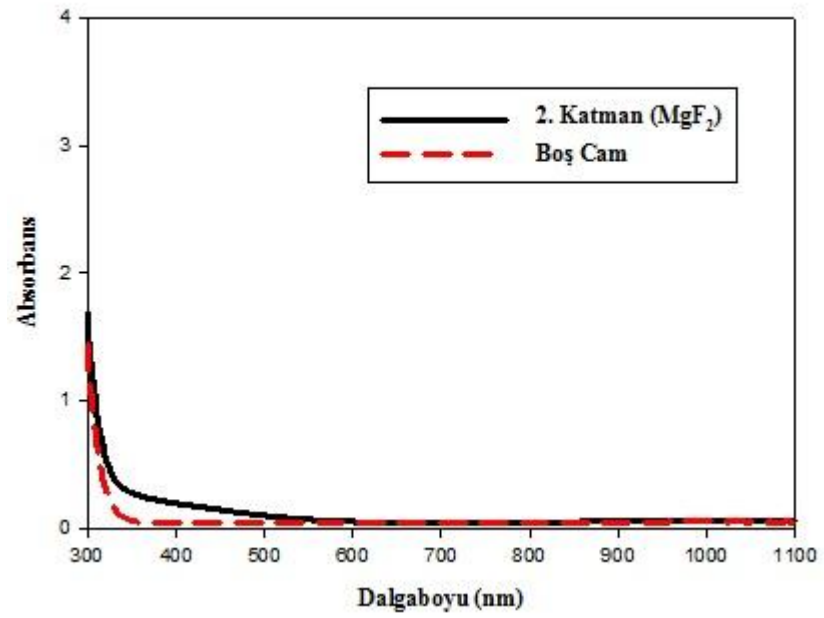
Son grafik bize numunemizin geçirgenliğinin 643 nm dalgaboyunda (görünür bölge dahilinde) boş camın geçirgenliğini geçtiğini göstermektedir. Boş camın 643 nm dalgaboyunda geçirgenliği % 91 iken numunemizin geçirgenliği % 93 olarak ölçülmüştür ve % 2' lik net bir artış gözlenmiştir. Ayrıca 500 nm civarında (görünür bölge dahilinde) geçirgenliğin % 70'lere kadar düştüğü görülmüştür. Böylece bu çalışma sonucunda kısmi bir optik filtre elde edilmiştir.

### 5.3.1.8 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin UV-Vis Absorbans Sonuçları

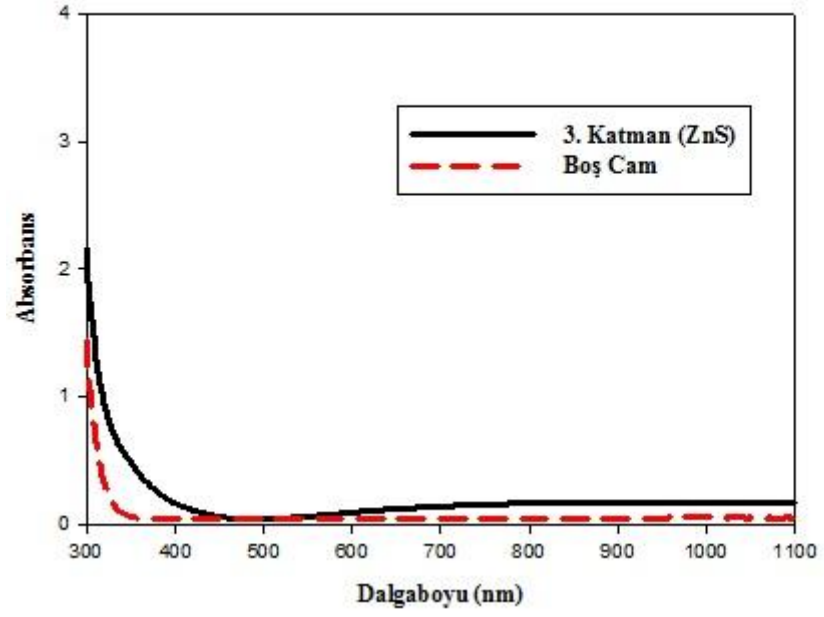
TVA yöntemi ile üretilen tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerin Absorbans değerleri Unico UV-4802 ölçüm cihazı ile 190-1100 nm aralığında ölçülmüştür. Ölçülen Absorbans değerleri katman sırasına göre Şekil 5.20 ile 5.27 aralığında verilmiştir.



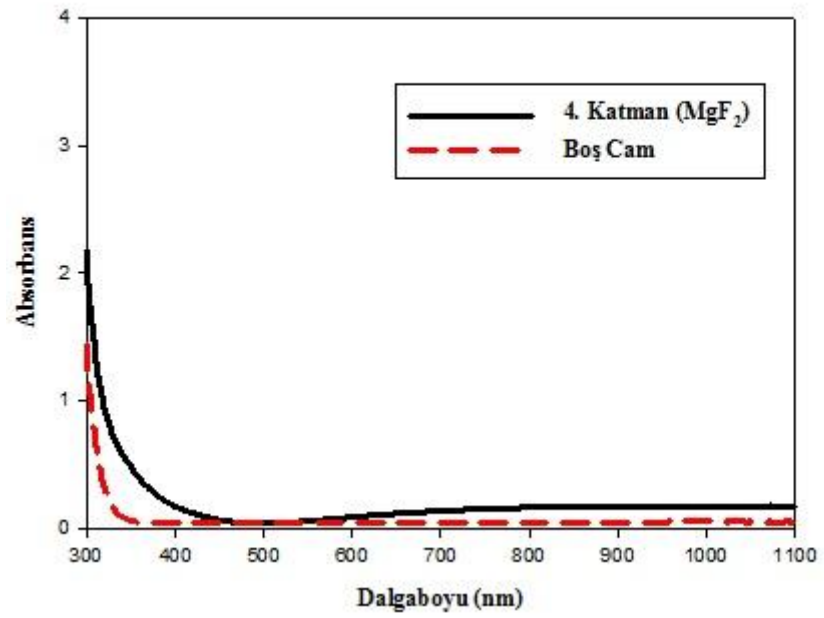
Şekil 5.20 1. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.



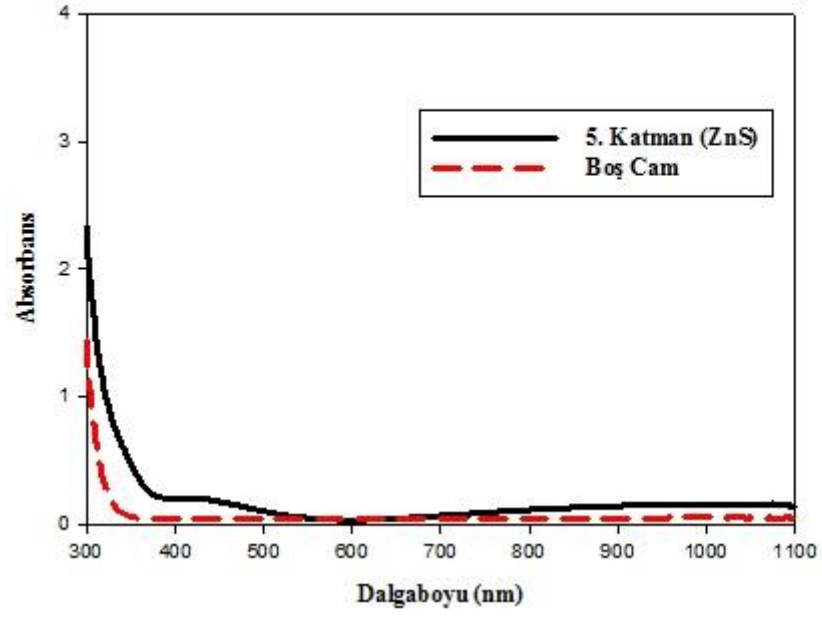
Şekil 5.21 2. katmanın (MgF<sub>2</sub>) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.



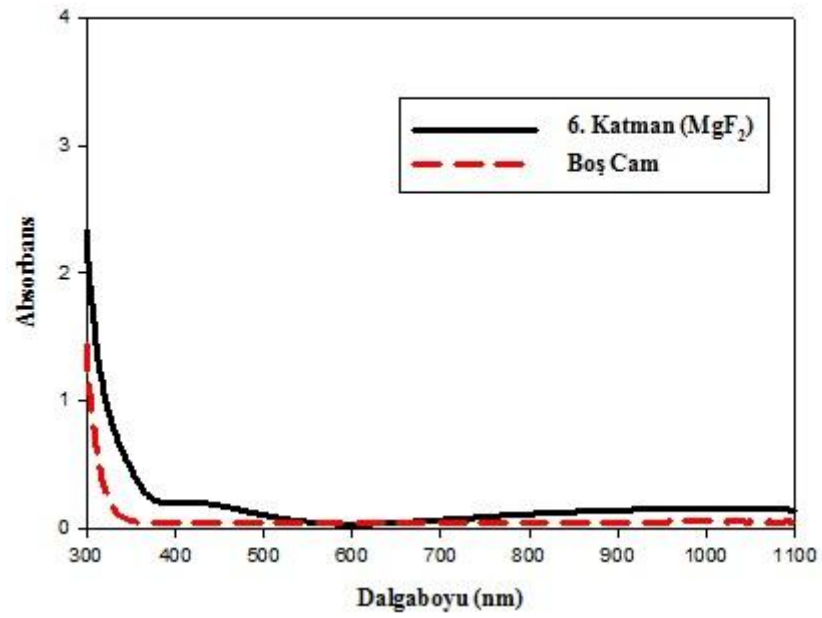
Şekil 5.22 3. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.



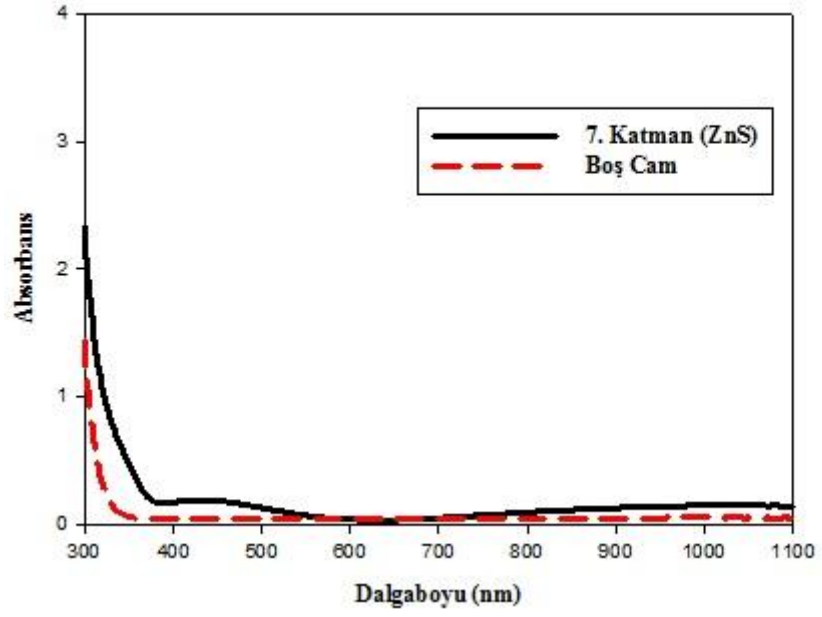
Şekil 5.23 4. katmanın (MgF<sub>2</sub>) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.



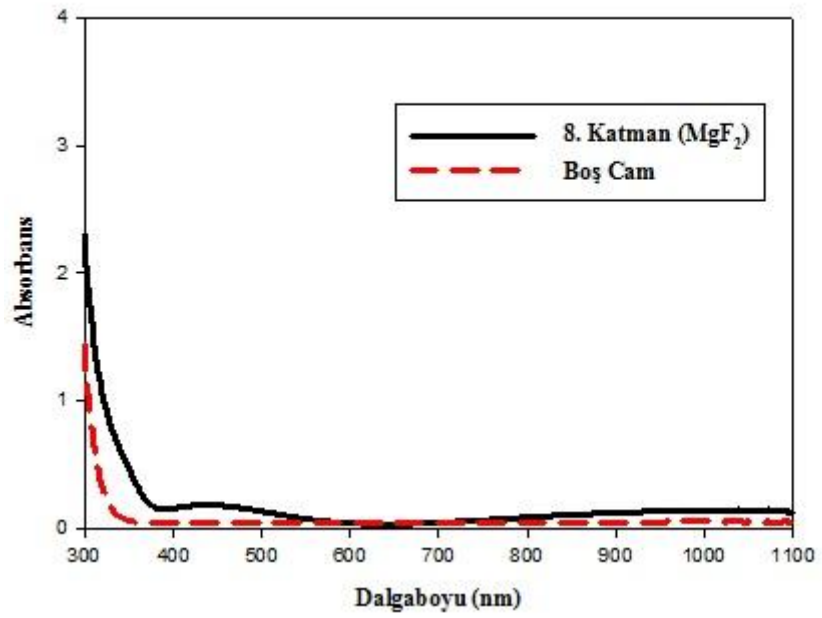
Şekil 5.24 5. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.



Şekil 5.25 6. katmanın (MgF<sub>2</sub>) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.



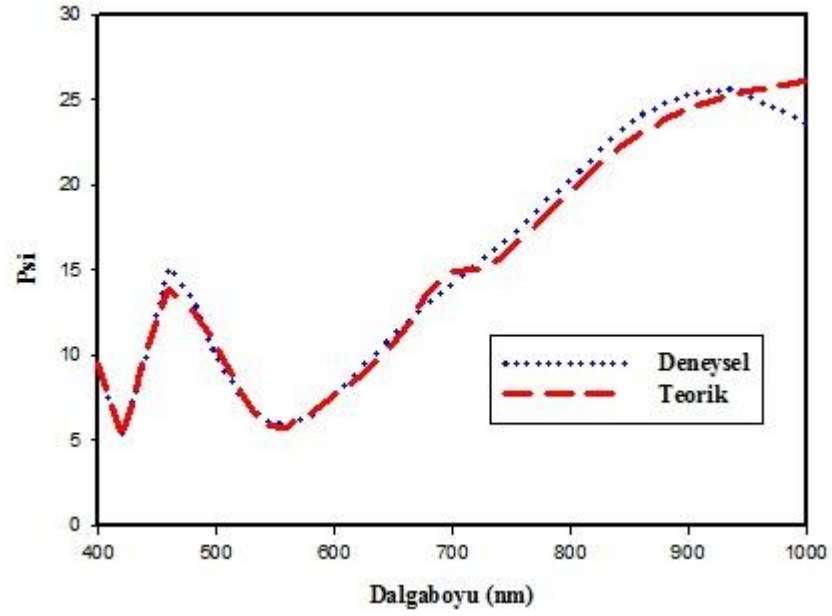
Şekil 5.26 7. katmanın (ZnS) dalgaboyuna göre absorbans grafiği.



Şekil 5.27 8. katmanın (MgF<sub>2</sub>) dalgaboyuna göre absorbans grafiği

### 5.3.1.9 Cam Alttař Üzerine Büyütölen Tek Taraflı Çok Katmanlı (8 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin Spektroskopik Elipsometre Ölçüm Sonuçları

Dalgaboyuna karřılık Psi deęerleri incelendięinde, teorik ve deneysel ölçümlerin görünür bölgede uyum içerisinde olduęu gözlenmiřtir. Grafikler görünür bölge dalga boyundan bařlanarak çizdirilmiřtir (řekil 5.28). Ölçümler sonucunda MSE deęeri 36 çıkmıřtır.



řekil 5.28 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin dalgaboyuna karřılık  $\psi$  deęiřimi.

Çizelge 5.4 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin katman katman kalınlıkları.

ZnS (1. katman)	32 nm
MgF <sub>2</sub> (2. katman)	52 nm
ZnS (3. katman)	20 nm
MgF <sub>2</sub> (4. katman)	48 nm
ZnS (5. katman)	31 nm
MgF <sub>2</sub> (6. katman)	29 nm
ZnS (7. katman)	33 nm
MgF <sub>2</sub> (8. katman)	26 nm
Toplam kalınlık	271 nm

Çizelge 5.5 Tek taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin kalınlığının karşılaştırmalı tablosu.

FESEM	244 nm
İnterferometre	251 nm
Elipsometre	271 nm

Çizelge 5.5'den de görüldüğü gibi farklı cihazlar ile yapılan ölçümler sonucunda elde edilen kalınlık değerleri birbirine çok yakındır.

### 5.3.2 Cam Alttaş Üzerine Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin Büyütülmesi

2. çalışmada cam alttaşın hem ön yüzeyine hem de arka yüzeyine yani çift taraflı olarak çok katmanlı (4-4 olmak üzere toplam 8 katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmleri büyütülmüştür. Numune üretilirken ön yüzeye yüksek kırılma indisli olan ZnS ve düşük kırılma indisli MgF<sub>2</sub> malzemeleri 2'şer katman olmak üzere toplam 4 katman büyütülmüştür.

Aynı şekilde parametreler sabit tutularak alttaşın arka yüzeyine de toplam 4 katman ince film büyütülmüştür. Deney parametreleri çizelge 5.4 de verilmiştir.

Çizelge 5.6 Deney parametreleri

ZnS-MgF <sub>2</sub>	
Uygulanan Voltaj (ZnS)	800 V
Flaman Akımı (ZnS)	19 A
Bombardıman Akımı (ZnS)	600 mA
Basınç (ZnS)	4,74x 10 <sup>-5</sup> Torr
Uygulanan Voltaj (MgF <sub>2</sub> )	1000 V
Flaman Akımı (MgF <sub>2</sub> )	22 A
Bombardıman Akımı (MgF <sub>2</sub> )	800 mA
Basınç (MgF <sub>2</sub> )	4,65x 10 <sup>-5</sup> Torr
Toplam Deney Süresi	8+8=16 d
Toplam Film Kalınlığı	182+173=355 nm

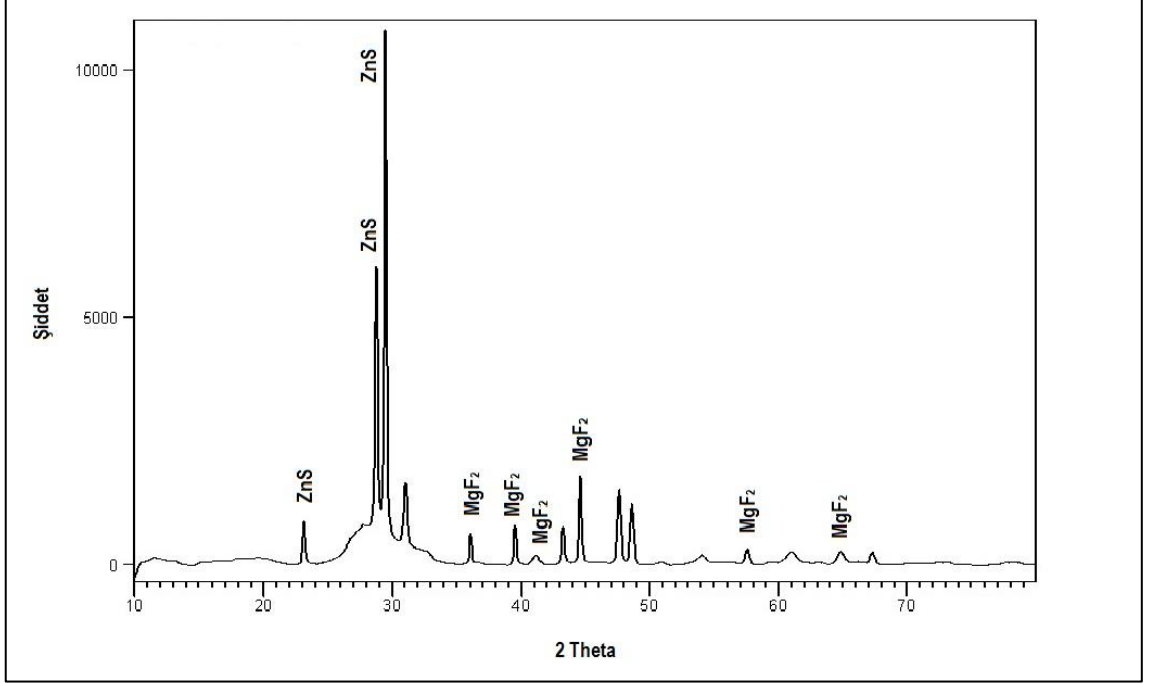
Yapılan literatür araştırmaları doğrultusunda kırılma indisi yüksek olan ZnS (2,58) üzerine kırılma indisi düşük olan MgF<sub>2</sub> (1,38) büyütülmüştür (Pilvi, 2008) (Kowalski, et al., 2009).

### 5.3.2.1 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin XRD Analizleri

TVA tekniği ile cam alt taş üzerine üretilen çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin XRD analizleri Panalytical Emprayan cihazında,  $\lambda=0,1540$  nm dalga boyuna sahip CuK <sub>$\alpha$</sub>  ışınları kullanılarak  $10^0 < 2\theta < 80^0$  aralığında kırınım desenleri alınarak yapılmıştır.



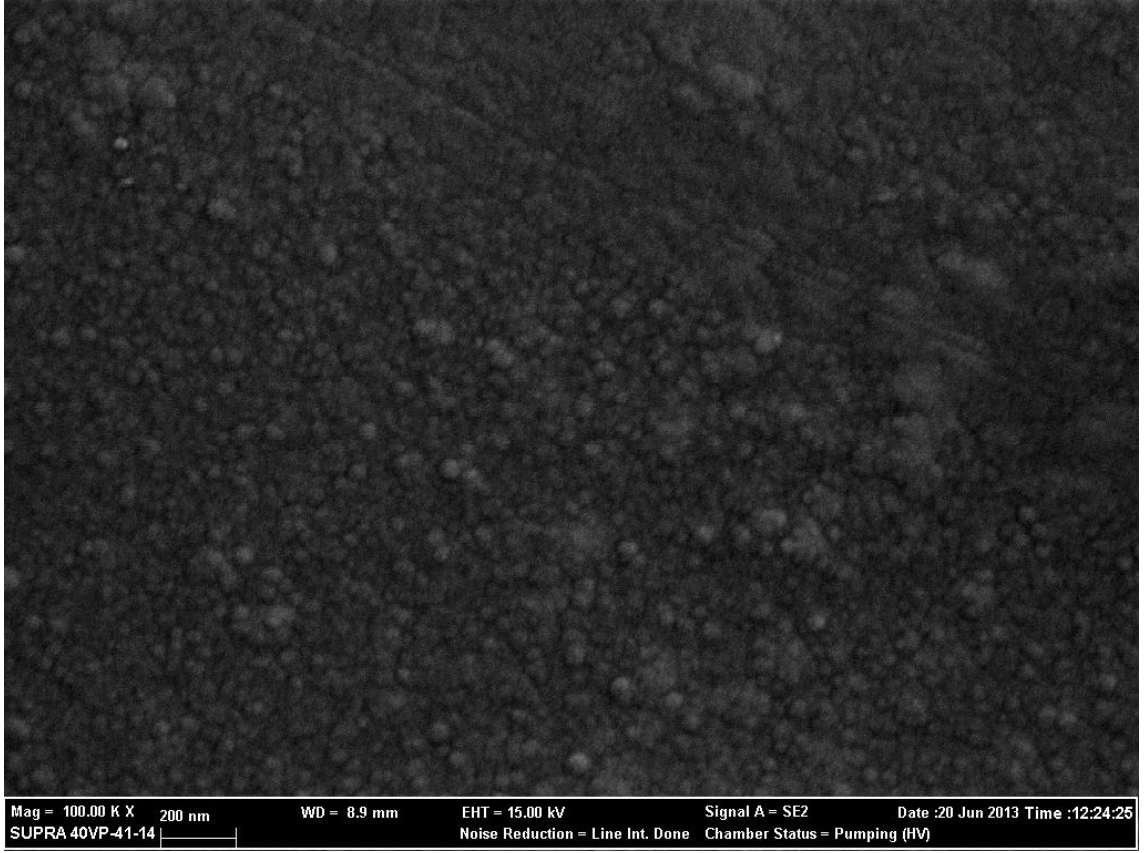
Şekil 5.29'de üretilen çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin XRD analizi verilmiştir. Üretilen ince filmlerin çoklu kristal yapıda olduğu gözlenmiştir.



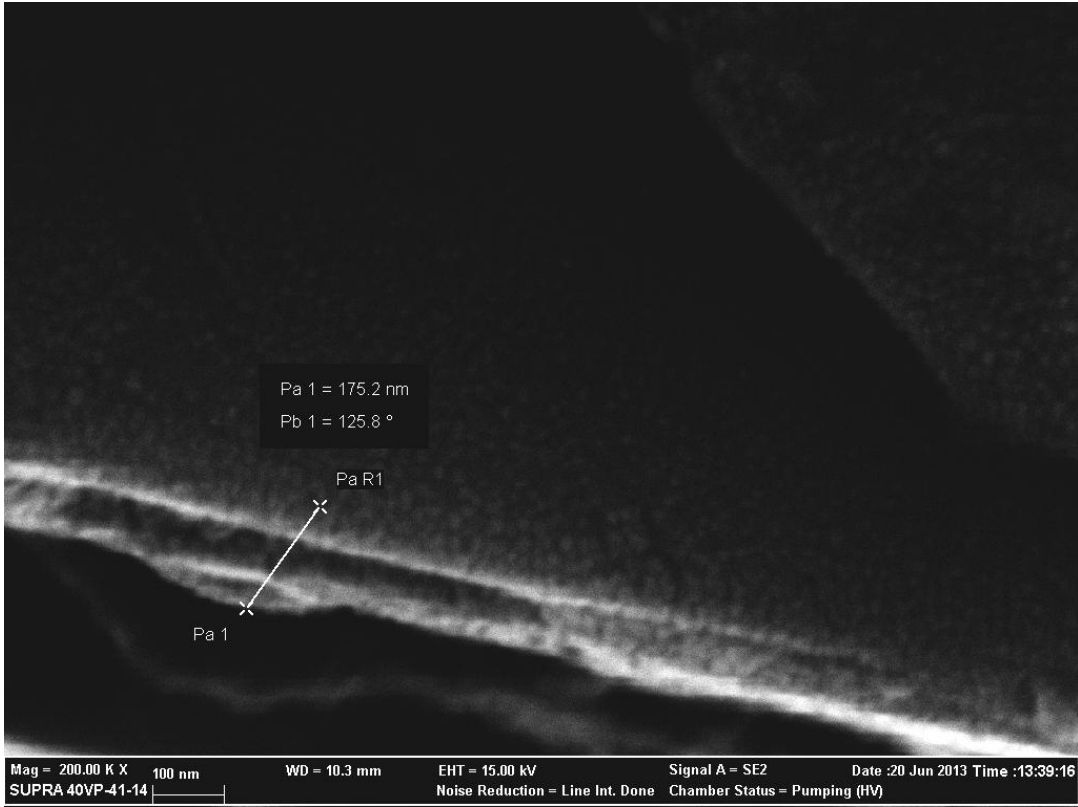
Şekil 5.29 Çift taraflı çok katmanlı ZnS ve MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin XRD analizi  
(ref. code: 98-009-4274)

### 5.3.2.2 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin SEM Analizleri

Elde edilen ince filmlerin yüzey görüntüleri ZEISS Supra 40 VP FESEM cihazı kullanılarak incelenmiştir. Yüzeyden alınan 100.000 büyütme SEM görüntüsünden yüzeyin homojen yapıda olduğu görülmüştür (Şekil 5.30). Ayrıca kesit alanından alınan 200.000 büyütme SEM görüntülerinden yapının bir yüzeyinin 4 katman olarak kaplandığı açıkça görülmektedir (Şekil 5.31).



Şekil 5.30 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin SEM görüntüsü.



Şekil 5.31 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin kesit alanından alınmış SEM görüntüsü.

### 5.3.2.3 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin EDS Analizleri

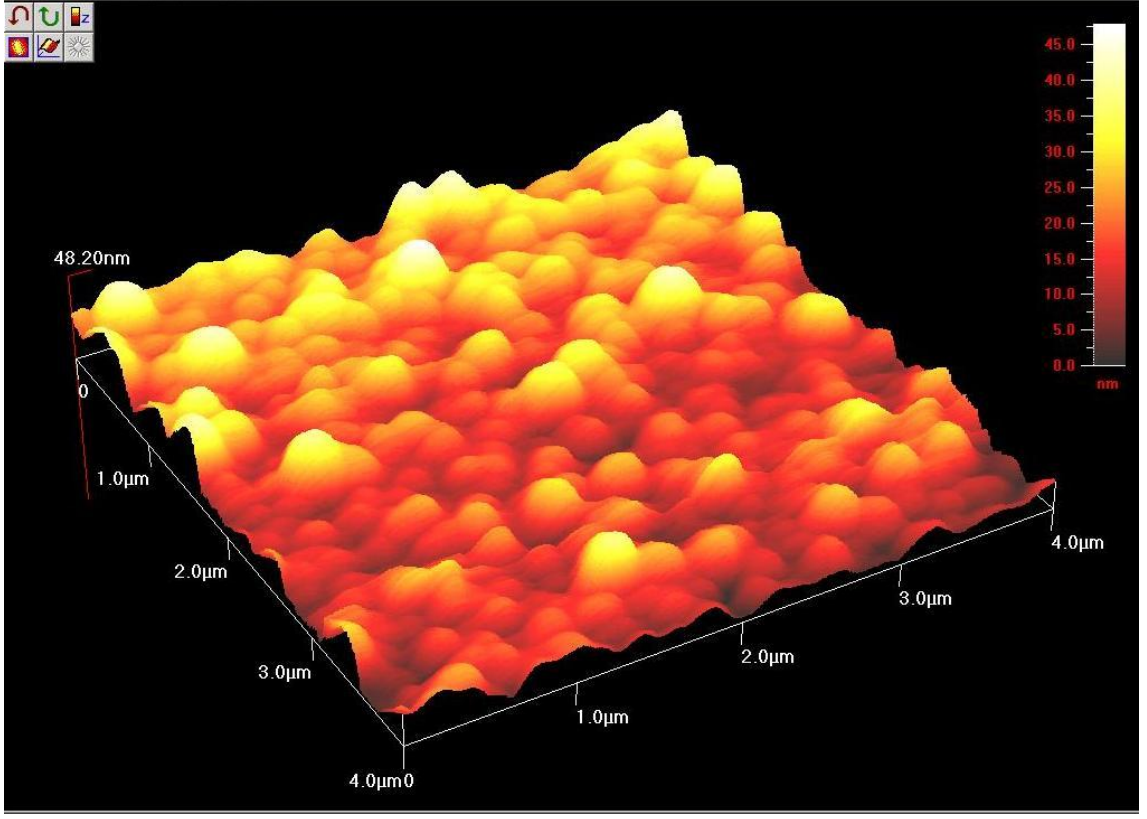
Elde edilen ince filmlerin EDS analizleri ile elementel yapı tayin edilmiştir. Element oranları çizelge 5.5'de görülmektedir.

Çizelge 5.7 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin EDS analizi

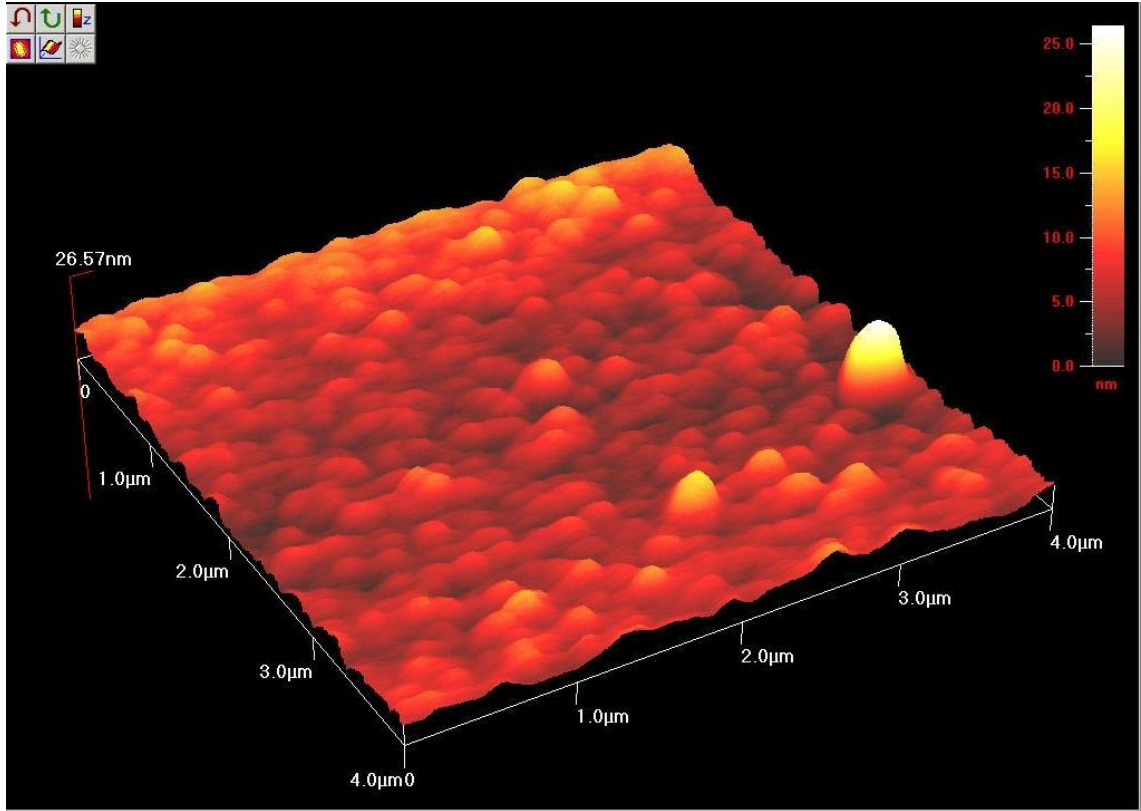
Element	% Oranı
Zn	27,50
S	13,88
Mg	10,19
F	13,06
Si+O <sub>2</sub>	35,37

#### 5.3.2.4 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin AFM Analizleri

TVA tekniği ile üretilen çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin yüzey görüntüleri, Ambios marka Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılarak elde edilmiştir. Yüzey görüntüleri 4µm x 4µm'lik alan taranarak görüntülenmiştir. Üretilen çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin her iki yüzeyinin 3 boyutlu AFM görüntüsü şekil 5.32 ve 5.33'de gösterilmiştir.



Şekil 5.32 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin ön yüzeyinin 3 boyutlu AFM görüntüsü.



Şekil 5.33 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin arka yüzeyinin 3 boyutlu AFM görüntüsü.

Şekil 5.32 ve 5.33'de çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerin AFM ile elde edilen, 4 μm × 4 μm ebatlarında üç boyutlu faz görüntüleri gösterilmiştir. Üç boyutlu görüntüleri bakıldığında, görüntülerin hemen hemen aynı olduğu gözlenmektedir. TVA sistemindeki üretim parametreleri, her bir ZnS tabakası ve her bir MgF<sub>2</sub> tabakası için ayrı ayrı sabit tutulmuştur. Ayrıca alt taşların hazırlanma işlemi de aynıdır. AFM görüntüleri incelendiğinde, ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerin istenildiği gibi homojen bir şekilde büyüdüğü görülmektedir. AFM görüntüleri literatürle uyumludur (Özkan, 2010).

### 5.3.2.5 Cam Alttař Üzerine Büyütölen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin Yüzey Pürüzlölüğü

TVA teknięi ile üretilen çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin yüzey pürüzlölükleri Ambios marka Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılarak yüzey görüntüsü üzerinden eşit aralıklarla 40 ölçümün ortalamaları alınarak elde edilmiştir. Numunenin ön yüzeyinin ortalama pürüzlölüğü 4,41 nm, arka yüzeyinin ortalama pürüzlölüğü ise 1,46 nm'dir.. Bu çıkan sonuçlar doğrultusunda yüzeyin oldukça pürüzsüz olduęu gözlenmiştir ve aynı zamanda da çoklu kaplama yapılmak istendiğinde dięer katların yüzeye tutunabilmesi için yüzey pürüzlölüğü yeterlidir.

### 5.3.2.6 Cam Alttař Üzerine Büyütölen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin İnterferometrik Metot ile Kalınlık Ölçümleri

TVA teknięi ile üretilen çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin kalınlık ölçümleri interferometrik ölçüm yapan Filmetrics F20 İnterferometrik cihazı kullanılarak yapılmıştır. Bu cihaz ile cam alt tař üzerine üretilmiş olan ince filmlerin hem ön yüzeyinin hem de arka yüzeyinin her katman büyütöldüğünde kalınlıklarının ölçümü gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerin sonucu Çizelge 5.6.'da verilmiştir.

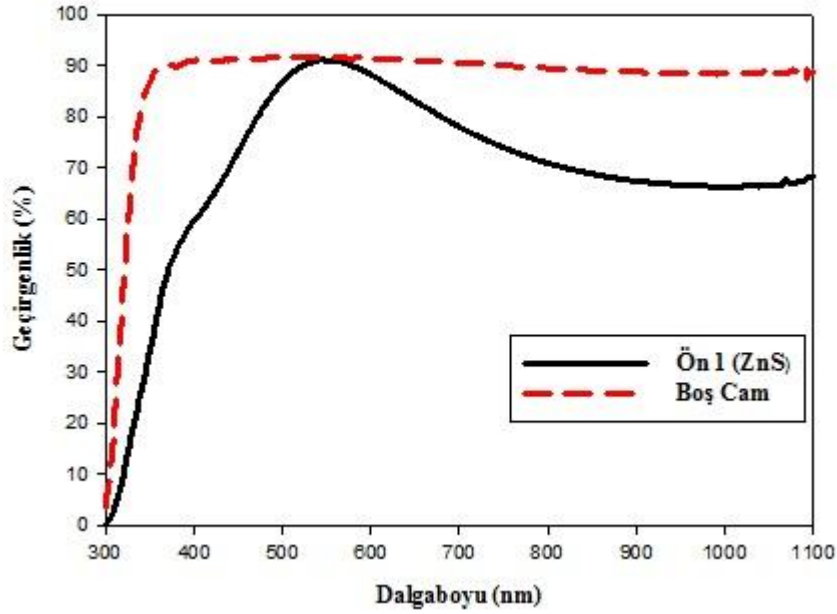
Çizelge 5.8 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin interferometrik metot ile kalınlık ölçüm sonuçları.

ÇiftTaraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF <sub>2</sub> İnce Filmleri	
Ön YüzeyinToplam Kalınlığı	182 nm
Arka Yüzeyin Toplam Kalınlığı	173 nm

### 5.3.2.7 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin UV-Vis Geçirgenlik Sonuçları

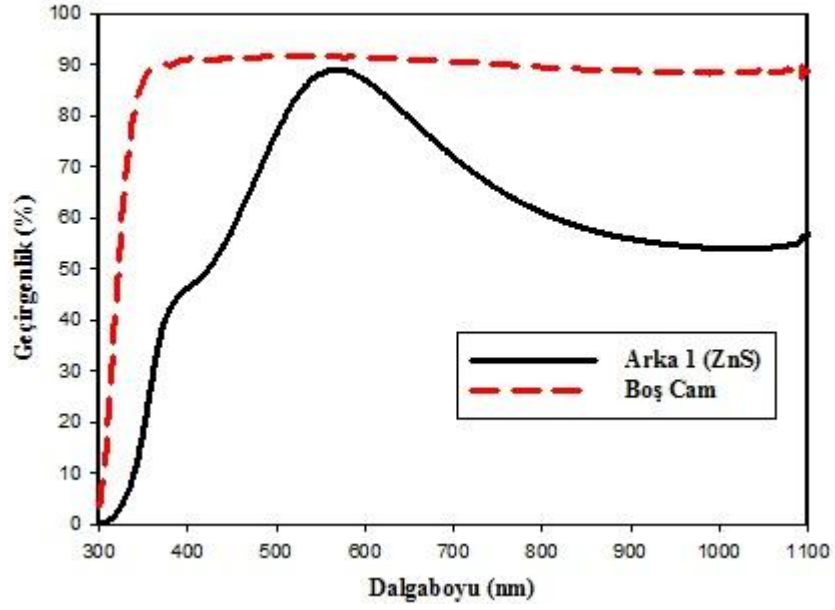
TVA tekniği ile üretilen çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerinin dalga boyuna göre geçirgenlik değerleri Spectroquest Unico UV-4802 ölçüm cihazı ile 190-1100 nm aralığında alınmıştır. Bu geçirgenlik değerleri boş camın geçirgenlik değeri ile karşılaştırmalı olarak şekil 5.34 ile 5.41 aralığında verilmiştir.

Grafikler yapılan kaplamaların adım adım sonuçlarını göstermektedir. Her katmandan sonra ölçüm alınıp sonuçları incelenmiştir.

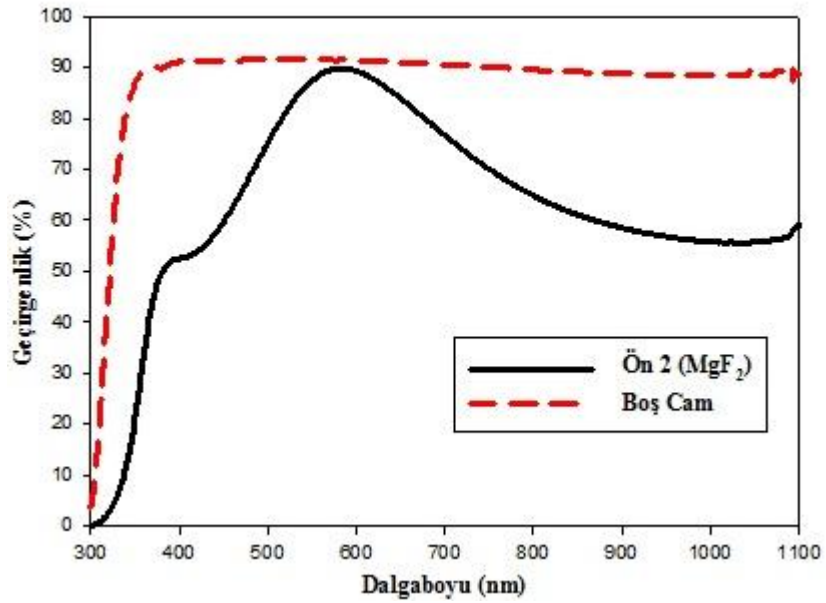


Şekil 5.34 Ön yüzey 1. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.

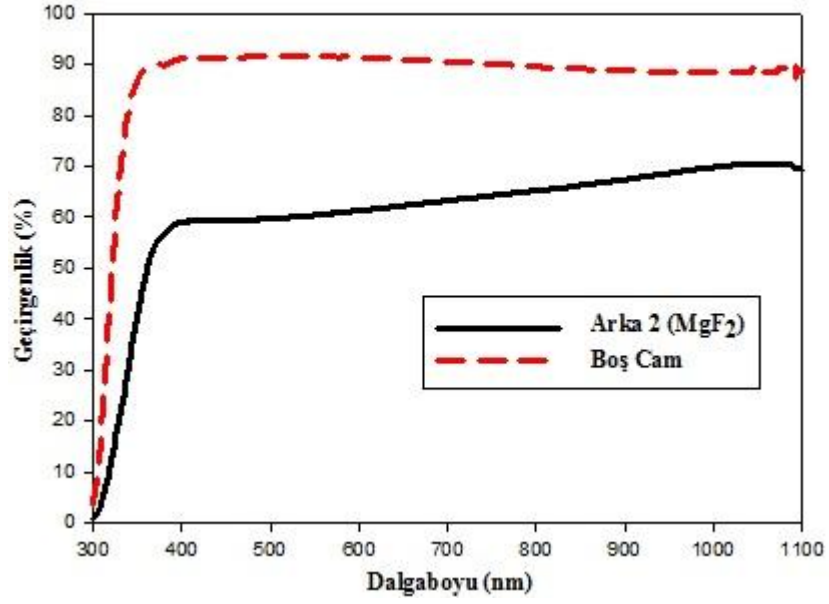




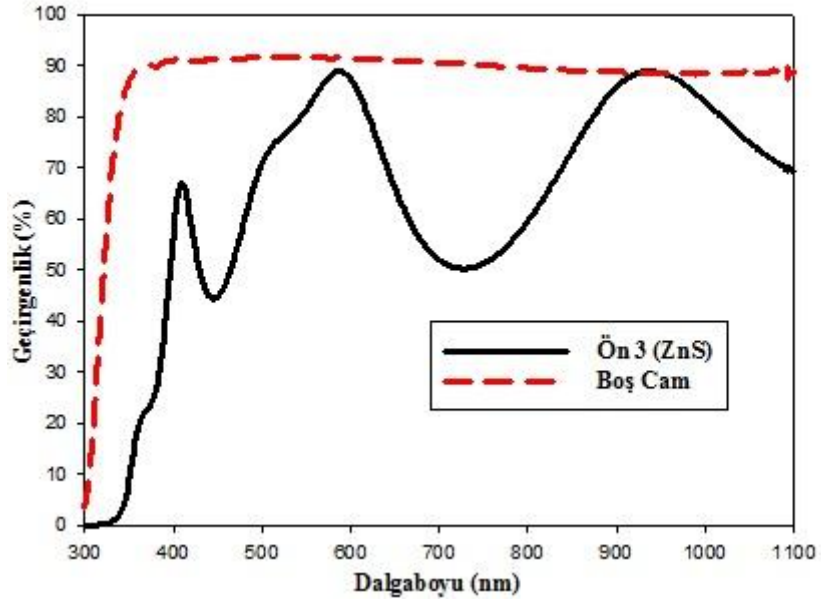
Şekil 5.35 Arka yüzey 1. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.



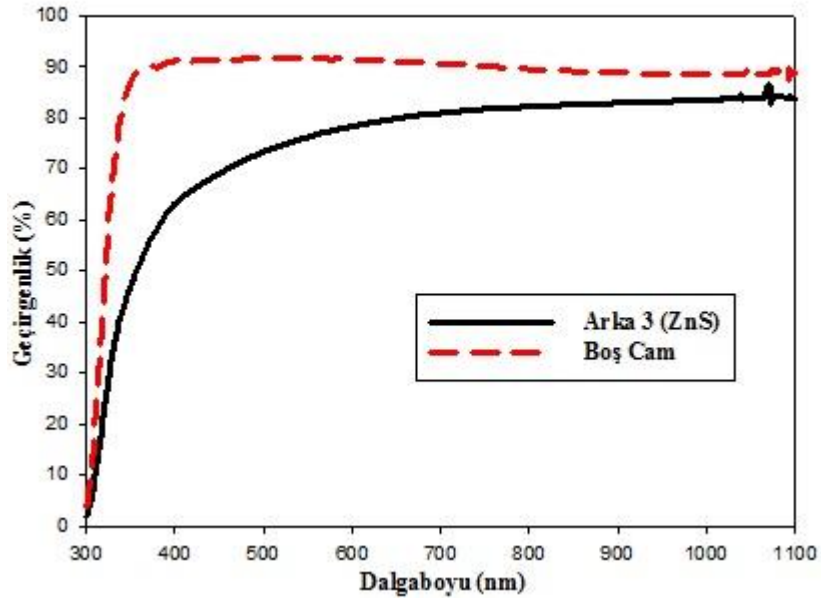
Şekil 5.36 Ön yüzey 2. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.



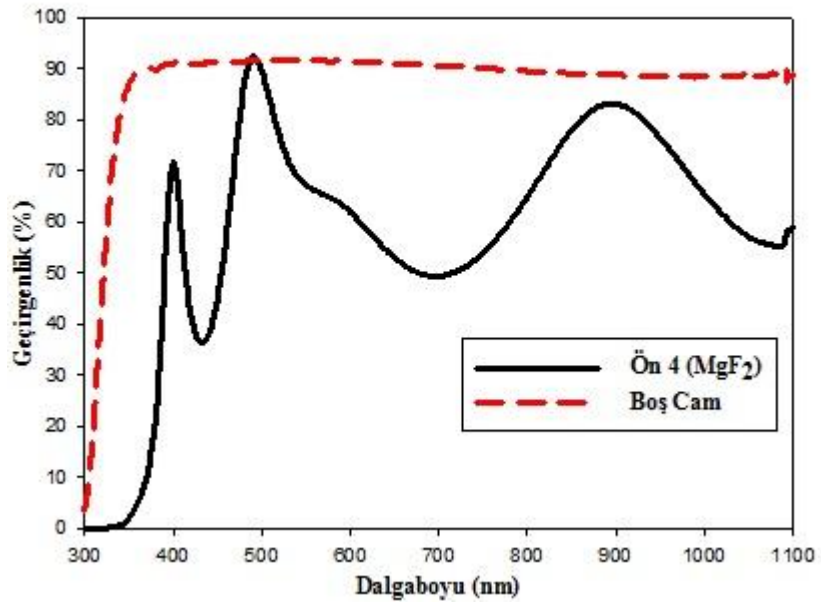
Şekil 5.37 Arka yüzey 2. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.



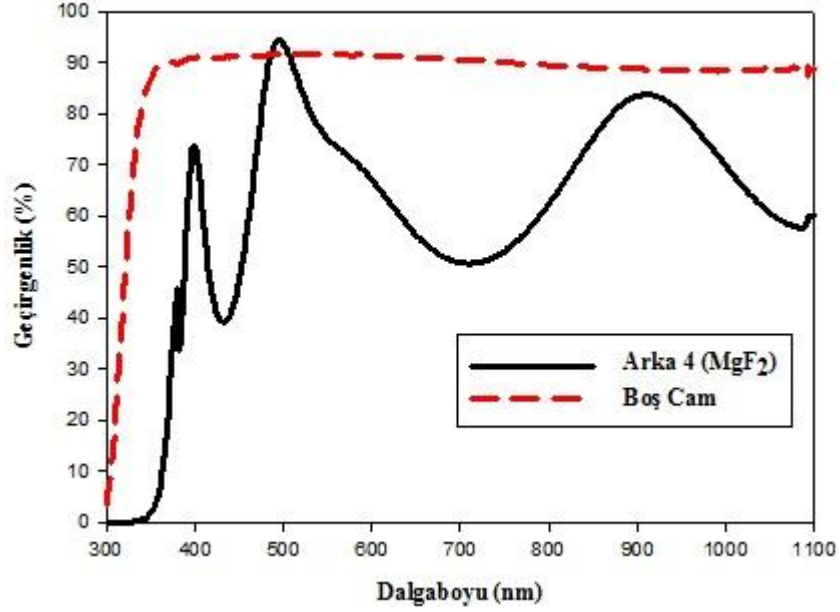
Şekil 5.38 Ön yüzey 3. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.



Şekil 5.39 Arka yüzey 3. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.



Şekil 5.40 Ön yüzey 4. katmanın dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.

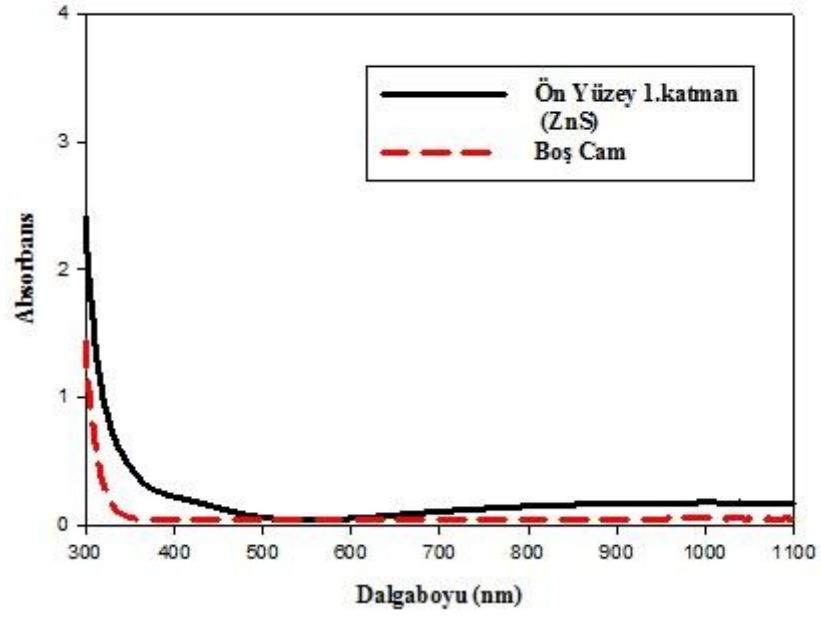


Şekil 5.41 Arka yüzey 4. katmanının dalga boyuna göre geçirgenlik grafiği.

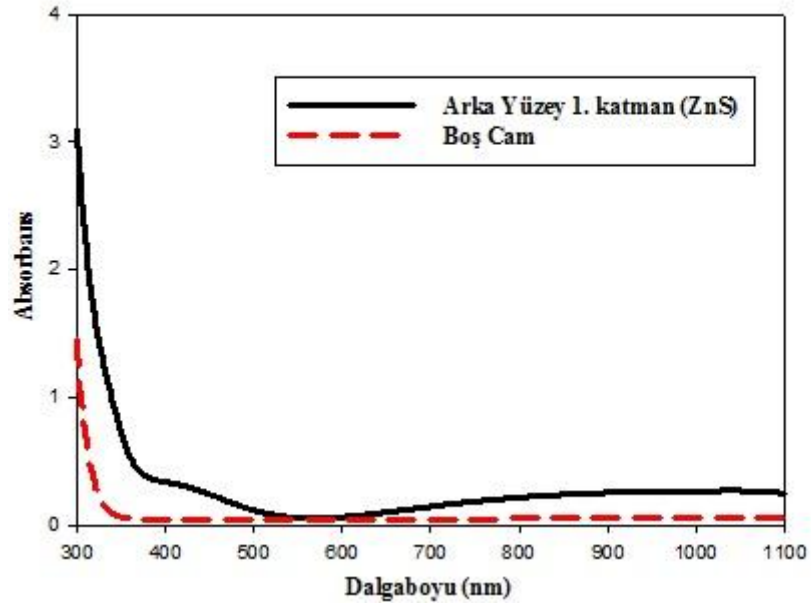
Son grafik bize numunemizin geçirgenliğinin 496 nm dalgaboyunda (görünür bölge dahilinde) boş camın geçirgenliğini geçtiğini göstermektedir. Boş camın 496 nm dalgaboyunda geçirgenliği % 92 iken numunemizin geçirgenliği % 95 olarak ölçülmüştür ve % 3' lük net bir artış gözlenmiştir. Ayrıca 700 nm civarında (görünür bölge dahilinde) geçirgenliğin %50'lere kadar düştüğü görülmüştür. Böylece bu çalışma sonucunda kısmi bir optik filtre elde edilmiştir.

### 5.3.2.8 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin UV-Vis Absorbans Sonuçları

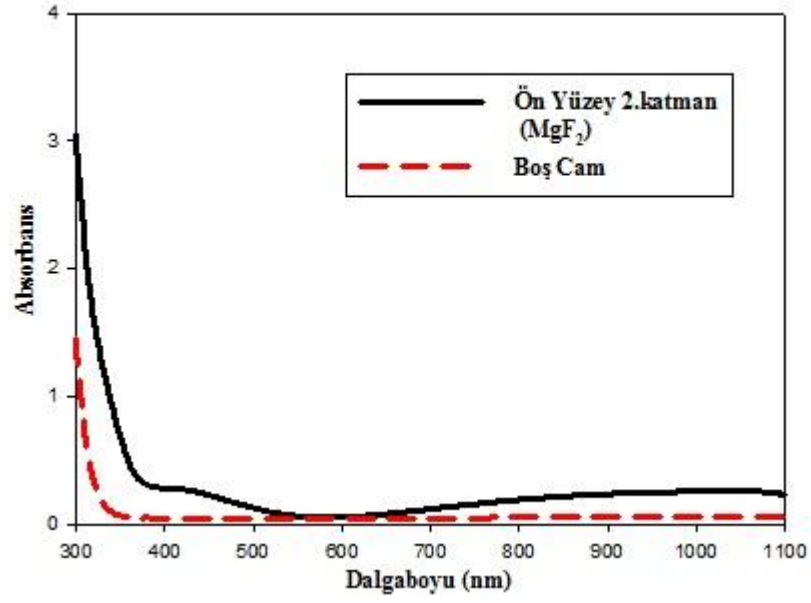
TVA yöntemi ile üretilen çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerin Absorbans değerleri Unico UV-4802 ölçüm cihazı ile 190-1100 nm aralığında ölçülmüştür. Ölçülen Absorbans değerleri katman sırasına göre Şekil 5.42 ile 5.49 aralığında verilmiştir.



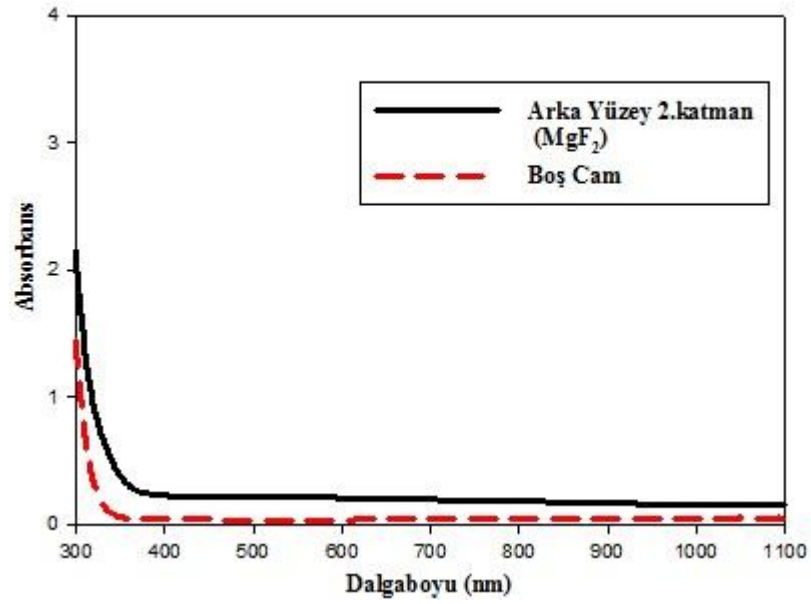
Şekil 5.42 Ön Yüzey 1. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.



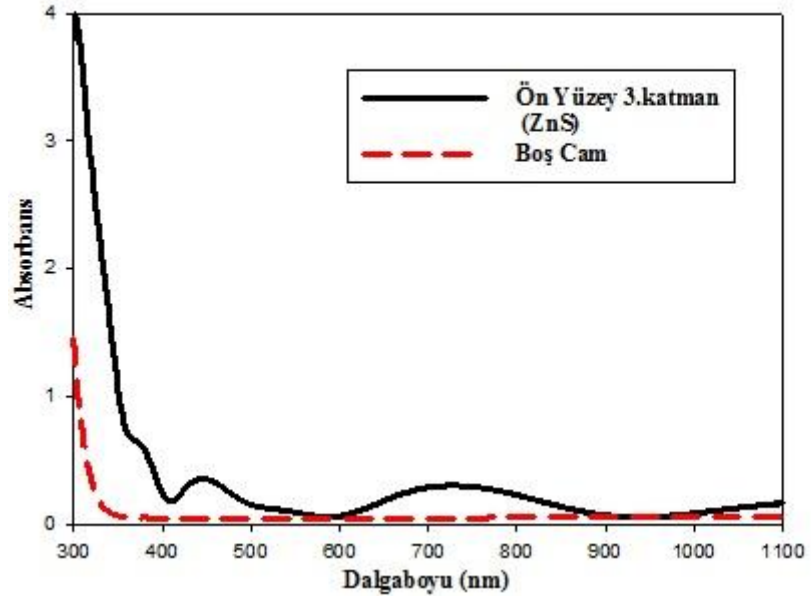
Şekil 5.43 Arka Yüzey 1. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.



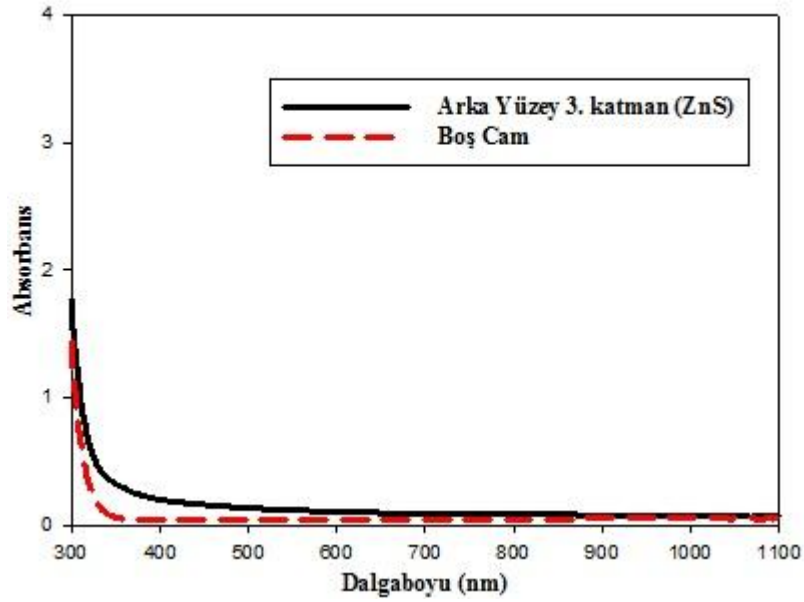
Şekil 5.44 Ön Yüzey 2. katmanın dalga boyuna göre absorbanans grafiği.



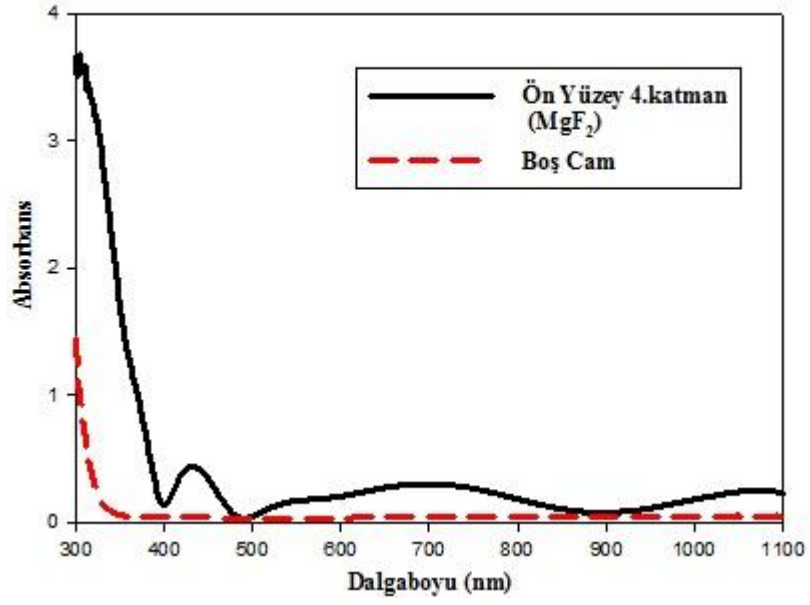
Şekil 5.45 Arka Yüzey 2. katmanın dalga boyuna göre absorbanans grafiği.



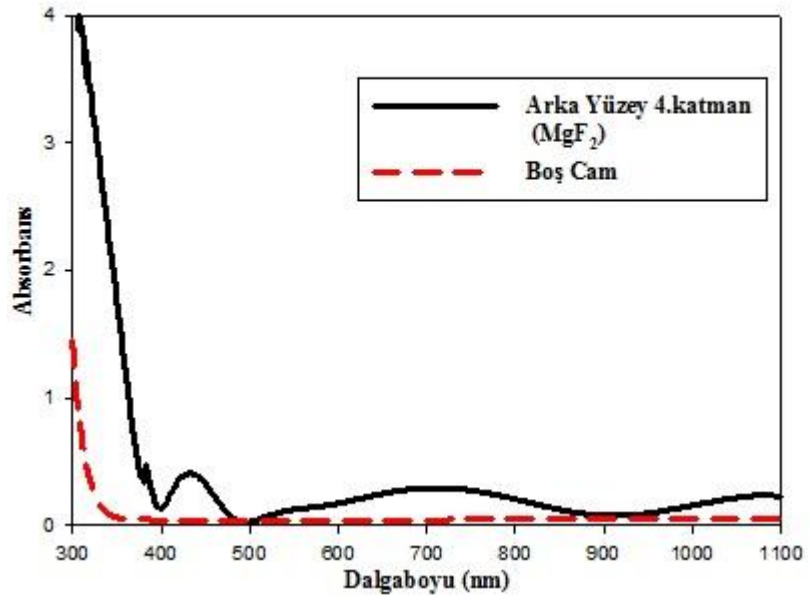
Şekil 5.46 Ön Yüzey 3. katmanın dalga boyuna göre absorbanans grafiği.



Şekil 5.47 Arka Yüzey 3. katmanın dalga boyuna göre absorbanans grafiği.



Şekil 5.48 Ön Yüzey 4. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.

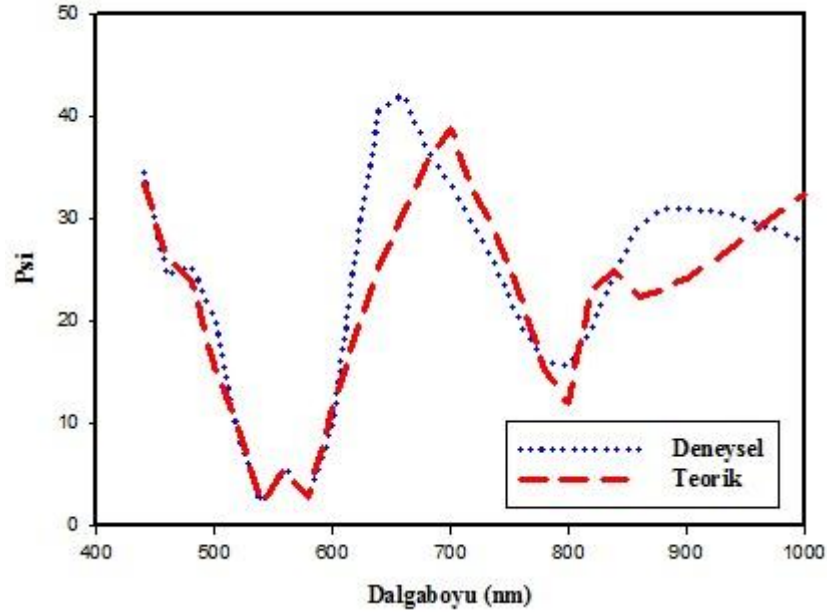


Şekil 5.49 Arka Yüzey 4. katmanın dalga boyuna göre absorbans grafiği.

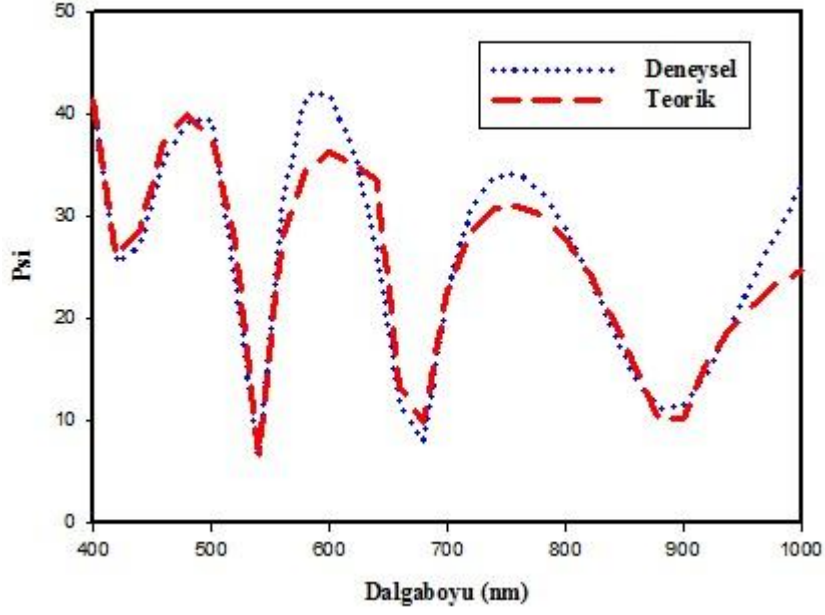


### 5.3.2.9 Cam Alttaş Üzerine Büyütülen Çift Taraflı Çok Katmanlı (4-4 Katman) ZnS-MgF<sub>2</sub> İnce Filmlerinin Spektroskopik Elipsometre Ölçüm Sonuçları

Dalgaboyuna karşılık Psi değerleri incelendiğinde, teorik ve deneysel ölçümlerin görünür bölgede uyum içerisinde olduğu gözlenmiştir. Grafikler görünür bölge dalga boyundan başlanarak çizdirilmiştir (Şekil 5.50 - Şekil 5.51). Yapılan ölçümler sonucunda MSE değerleri sırasıyla 220 ve 217 çıkmıştır. Elipsometre ölçümünden elde edilen kalınlıklar ön yüzey için çizelge 5.8'de; arka yüzey için de çizelge 5.9'da verilmiştir.



Şekil 5.50 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin ön yüzeyinin dalgaboyuna karşılık  $\psi$  değişimi.



Şekil 5.51 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin arka yüzeyinin dalgaboyuna karşılık  $\psi$  değişimi.

Çizelge 5.9 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin ön yüzeyinin katman katman kalınlıkları.

ZnS (1. katman)	49 nm
MgF <sub>2</sub> (2. katman)	31 nm
ZnS (3. katman)	75 nm
MgF <sub>2</sub> (4. katman)	55 nm
Toplam kalınlık	210 nm

Çizelge 5.10 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin arka yüzeyinin katman katman kalınlıkları.

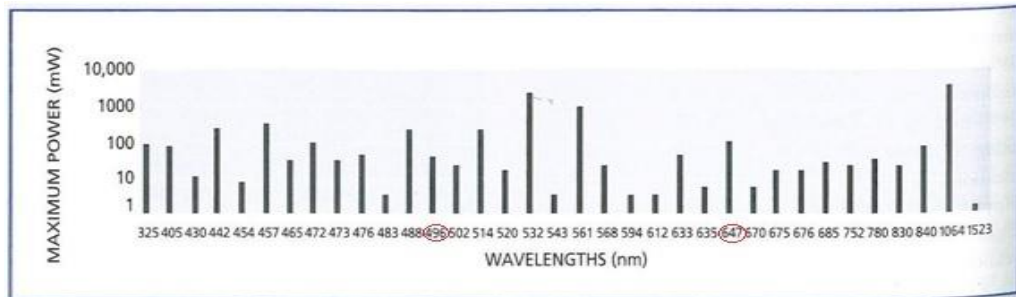
ZnS (1. katman)	43 nm
MgF <sub>2</sub> (2. katman)	30 nm
ZnS (3. katman)	81 nm
MgF <sub>2</sub> (4. katman)	45 nm
Toplam kalınlık	199 nm

Çizelge 5.11 Çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filminin ön yüzeyinin kalınlığının karşılaştırmalı tablosu.

FESEM	175 nm
İnterferometre	182 nm
Elipsometre	210 nm

Çizelge 5.11'den de görüldüğü gibi farklı cihazlar ile yapılan ölçümler sonucunda elde edilen kalınlık değerleri birbirine çok yakındır.

Ayrıca elde ettiğimiz optik filtreler planladığımız gibi daha önceden de çalışılan dalga boyları ile uyum göstermektedir. Aşağıdaki tabloda hangi dalga boylarında filtreler üretildiği gösterilmektedir. Çift taraflı çok katmanlı numune ile elde edilen dalga boyları tablo ile birebir örtüşmektedir. Tek taraflı çok katmanlı numune ile elde edilen dalga boyları ise tablodakine çok yakın bir değerdedir.



Şekil 5.52 Optik filtreler üretilirken çalışılan bazı dalga boyları

## 6. TARTIŞMA ve SONUÇ

Bu tez çalışması kapsamında ilk kez Termiyonik Vakum Ark (TVA) tekniği kullanılarak tek taraflı çok katmanlı (8 katman) ve çift taraflı çok katmanlı (4-4 katmanlı) kaplamalar elde edilerek optik filtre tasarımı yapılmıştır.

TVA tekniği ile metal, seramik, yarıiletken gibi hemen hemen her materyalin plazması üretilmiş olup; bu sistem ile bugüne kadar pek çok çalışma yapılmıştır.

TVA tekniği ile cam alttaşlar üzerine tek taraflı çok katmanlı ve çift taraflı çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmler büyütülmüştür. Üretilen çok katmanlı ZnS-MgF<sub>2</sub> ince filmlerin mikro yapıları ve kristalografik bilgileri XRD cihazı ile belirlenmiştir. Üretilen ince filmlerin çoklu kristal yapıda olduğu görülmüştür. Bu sonuçlar literatürle uyumludur.

Elde edilen ince filmlerin yüzey görüntüleri SEM ve AFM cihazları kullanılarak incelenmiştir. AFM ve SEM görüntüleri birbirlerini destekler biçimde yüzeyin homojen yapıda olduğu görülmüştür. Bununla birlikte AFM cihazı ile yüzeyin düşük pürüzlülükte olduğu gözlenmiştir. Ayrıca EDS analizleri ile üretilen ince filmlerin elementel yapısı tayin edilmiştir.

Büyütülen ince filmlerin kalınlıkları interferometrik metot ile belirlenmiştir. Elde edilen ince filmler çok katmanlı olmasına rağmen kalınlıklar nanometre mertebesindedir.

UV-Vis spektrometre cihazı ile üretilen ince filmlerin geçirgenlikleri ve absorbanları belirlenmiştir. Her iki çalışmanın da UV ölçümlerine göre kısmi bir optik filtre olarak kullanılabilceği görülmekle beraber, çift taraflı çok katmanlı (4-4 katman) numunenin, tek taraflı çok katmanlı (8 katman) numuneye göre daha iyi bir optik filtre özelliği gösterdiği saptanmıştır.

Elde edilen ince filmleri dalgaboyuna karşılık Psi değerleri elipsometre ile incelendiğinde, teorik ve deneysel ölçümlerin görünür bölgede uyum içerisinde olduğu gözlenmiştir.

## KAYNAKLAR

- Aksoy S., 2006, Kalay katkılı ZnO İnce Filmlerinin Bazı Fiziksel Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, Türkiye
- Arabacı E., 2001, ZnS Yarıiletken Bileşiğinin Spray Pyrolysis Yöntemi ile Elde Edilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, Türkiye
- Balbag M. Z., Pat S., Cenik M.I., Akan T., Ekem N., Musa G., 2007, Boron Evaporation and Related Difficulties, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, Vol. 9, No. 4, p. 858 – 861
- Balbağ, M., Z., 2009, Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniği ile Magnezyum, Bor ve Magnezyumborür İnce Filmlerinin Üretilmesi ve Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir
- Balbağ M.Z., Pat S., Özkan M., Ekem N., Musa G., 2010, Thermionic Vacuum Arc (TVA) Technique for Magnesium Thin Film Deposition, Physica B-Condensed Matter, Volume 405, Issue 16, p. 3276-3278.
- Brownlie G.D., B. Vogele, W. Meredith, J.S. Milnes, K.A. Prior, B.C. Cavenett., 1998, Growth of sulphur-based ternary and quaternary epilayers for use in multilayer devices, Journal of Crystal Growth, 184–185, 37
- Bütün H., 2007,  $Fe_xZn_{1-x}$  İnce Filmlerinde  $K\beta/K\alpha$  Şiddet Oranının Ölçülmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş, Türkiye
- Chopra K., Kaur I., 1983, Thin Film Device Applications, Plenum Pres, NewYork, 244s
- Duyar Ö., Tam Yansıtan ve Hiç Yansıtmayan Çok Katmanlı Dielektrik Filmler, Doktora Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye
- Ekem N., Musa G., Pat S., Balbag M.Z., Cenik I., Vladou R., Carbon thin film deposition by Thermionic Vacuum Arc (TVA), 2008, Journal Of Optoelectronics And Advanced Materials, Vol. 10, No. 3, p. 672 – 674
- Ekem N., Akan T., Pat S., Balbağ M.Z., Cenik M.I., Karakaş E., Vladou R., 2007, Investigation of Properties of Boron Thin Film Deposited by Thermionic Vacuum Arc Technology Six International Conference of the Balkan Physical Union, Volume 899, p. 699.

### KAYNAKLAR (Devam)

- Eren O., 2006, Alüminyum Katkılı ZnO İnce Filmlerinin Bazı Fiziksel Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Eskişehir
- Fahrenbruch, A.L. (1977), II-VI Compounds in Solar Energy Conversion, J Cryst. Growth, 39, 73-91
- Filmetrics F20 kullanıcı kılavuzu, 2005
- Fridjine S., S. Touihri, K. Boubaker, M. Amlouk., 2010, Some physical investigations on  $ZnS_{1-x}Se_x$  films obtained by selenization of ZnS sprayed films using the Boubaker polynomials expansion scheme, Journal of Crystal Growth, 312, 202-208.
- Ganguly A., S. Chaudhuri, A.K. Pal., 2001, Synthesis of  $ZnS_xSe_{1-x}$  ( $0 < x < 1$ ) nanocrystalline thin films by high pressure sputtering, Journal of Physics D: Applied Physics, 34, 506
- Guinier A., 1994, Diffraction of X-rays by Crystals, in X-ray Diffraction in Crystals, Dover Publications, Inc., New York, USA
- Hsu C.T., 1999, Growth of  $ZnS_xSe_{1-x}$  layers on Si substrates by atomic layer epitaxy, Materials Chemistry and Physics, 58, 6-11
- Kars İ., 2007,  $Al_{0,2}Ga_{0,8}As/GaAs$  Çoklu Kuantum Kuyusunun Yapısal ve Optik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, Türkiye
- Kavgacı M., 2007, Kimyasal Banyo Yöntemiyle Üretilen Xse ( $X=Zn,Cu,Mn$ ) İnce Filmlerinde Xrf Ölçümleri, Yüksek lisans tezi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş, Türkiye
- Korçak S., 2006,  $Al_xGa_{1-x}As$  ve  $In_xGa_{1-x}N$  Tabakalı Yarıiletken İnce Filmlerin Optik ve Yapısal Özelliklerinin Tayini, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye
- Korkmaz Ş., Elmas S., Ekem N., Pat S., Balbağ M.Z., 2012, Deposition of  $MgF_2$  thin films for antireflection coating by using thermionic vacuum arc (TVA), Optics Communications, Volume 285, Issue 9, p. 2373-2376.
- Kowalski J., Szymanowski H., Sobczyk-Guzenda A., Gazicki-Lipman M., 2009, A Stack Multilayer High Reflectance Optical Filter Produced on Polyester Substrate with the PECVD Technique, Bulletin of the Polish Academy of Sciences Technical Sciences, 57, 2

### **KAYNAKLAR (Devam)**

- Küçükgenç Ö., 2008, Güneş Işığı Kollektörlerinde Kullanılan Soğurucu Filmlerin Geliştirilmesi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Gebze, Türkiye
- Lungu, CP; Mustata, I; Musa, G, et al., 2004, Low friction silver-DLC coatings prepared by thermionic vacuum arc method, Vacuum, Volume: 76 Issue: 2-3 p.127-130
- Lungu, CP; Mustata, I; Lungu, AM, et al., 2005, Influence of Re on the thermo-electron emission from thoriated W cathode during Re deposition by thermionic vacuum arc (TVA) method, Journal Of Optoelectronics And Advanced Materials, Volume: 7 Issue: 5 Pages: 2513-2519
- Lungu, CP; Mustata, I; Musa, G, et al., 2006, Unstressed carbon-metal films deposited by thermionic vacuum arc method, Journal Of Optoelectronics And Advanced Materials, Volume: 8 Issue: 1 Pages: 74-77
- Melles Griot, The Practical Application of Light, Catalog X
- Musa, G., Betiu, N., Mustata, I., Baltog, A. and Popescu, A., 1983, Low voltage arc welding in vacuum, Review Roum. Physics, 28, 907
- Musa G., Betiu N., Mustata I., Baltog A., Popescu A., 1984, Heated Cathode Arc In Vacuum Arc In Vacuum Developed In The Vapors of The Heated Anode, Proc. XI th Symp. On Discharges And Insulation In Vacuum, Berlin, p.229
- Musa, G., Mustata, I; Ciupina, V, et al., 2004, Diamond-like nanostructured carbon film deposition using thermionic vacuum arc, Diamond And Related Materials, Volume:13, Issue:4-8, p.1398-1401
- Musa, G., Mustata, I; Ciupina, V, et al., 2004, Diamond-like nanostructured carbon film deposition using thermionic vacuum arc, Diamond And Related Materials, Volume:13, Issue:4-8, p.1398-1401
- Musa, G(a)., Mustata, I; Blideran, M, et al., 2005, Thermionic vacuum arc – New technique for high purity carbon thin film deposition, Acta Physica Slovaca Volume: 55 Issue: 4 Pages: 417-421
- Musa G(b)., Mustata I., Lungu C. P., Bob C. S., Lungu A. M., Bursikova V., Vladoiu R., Prodan G., Ciupina V., 2005, Tungsten film deposition by thermionic vacuum arc method, XXVIIth ICPIG, 18-22 July, Eindhoven, the Netherlands

### **KAYNAKLAR (Devam)**

- Musa, G., Vladoiu R., Ciupina V., Lungu C.P., Mustata I., Pat S., Akan T., Ekem N., 2006, Characteristics of boron thin films obtained by TVA technology , Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, Vol: 8 (2), p: 617-620
- Musa, G., Bob, CS; Lungu, CP, et al., 2007, Gaseous Thermionic Vacuum Arc (G-TVA) - an extension of TVA (Thermionic Vacuum Arc) input materials from solid samples to gases and liquids for carbon thin film deposition, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials Volume: 9 Issue: 4 Pages: 867-870 Published: APR 2007
- Oura, K., Lifshits, V. G., Saranin, A. A., Zotov, A. V., Katayama, M., 2003, Surface science:An introduction, Springer, Berlin, 19-37, 159-168
- Özkan M., 2010, Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniği ile II-VI Grubu Bazı Yarıiletken Bileşiklerin İnce Filmlerinin Üretilmesi ve Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi
- Özkan M., Ekem N., Pat S., Balbağ M.Z., 2012, ZnS Thin Film Deposition on Silicon and Glass Substrates by Thermionic Vacuum Arc, Materials Science in Semiconductor Processing, Volume 15, Issue 2, p. 113-119.
- Özmumcu M., 2011, Özel Bir Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniği Kullanılarak Organik Gözlük Camlarının Çeşitli Kaplamalarının Yapılması ve Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Eskişehir
- Pat, S., Ekem N., Akan T., Kusmus O., Demirkol S., Vladoiu R., Lungu C.P., Musa G., 2005, Study on Thermionic Vacuum Arc-A Novel and Advanced Technology For Surface Coating, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials Vol.7, No.5, p.2495-2499
- Pat, S., 2007, Çoklu Gaz Karışımı Plazmalarının Optik Emisyon Spektroskopisi, Doktora Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Eskişehir
- Pat S., Özmumcu M., Ekem N., Özkan M., Korkmaz Ş., Balbağ M.Z., 2010, Antireflective Coating on Polyethylene Terephthalate by Thermionic Vacuum Arc, Journal of Plastic Film & Sheeting, Volume 26, Issue 3, p. 259-270.
- Pat S., Temel S., Ekem N., Korkmaz Ş., Özkan M., Balbağ M.Z., 2011, Diamond-like Carbon Coated on Polyethylene Terephthalate by Thermionic Vacuum Arc, Journal of Plastic Film & Sheeting, Volume 27, Issue 1-2, p. 127-137



### KAYNAKLAR (Devam)

Pilvi T., Atomic Layer Deposition for Optical Applications: Metal Fluoride Thin Films and Novel Devices, 2008, Laboratory of Inorganic Chemistry Department of Chemistry Faculty of Science University of Helsinki, Finland

Q-Scope™ 250/400 Nomad™ kullanıcı kılavuzu

Reddy K.T. Ramakrishna, Y.V. Subbaiah, T.B.S. Reddy, D. Johnston, I. Forbes, R.W. Miles.,2003, Pyrolytic spray deposition of  $ZnS_xSe_{1-x}$  layers for photovoltaic applications, Thin Solid Films, 431–432, 340-343

Seshan K.,2002, Deposition Processes and Techniques: Principles, Methods, Equipment and Applications, Second Edition, Santa Clara, California, USA, page 629

Surdu-Bob, C; Musa, G; Vladioiu, R, et al., 2007, The synthesis of DLC using a novel cathodic arc technique: Gas-TVA, Journal Of Optoelectronics And Advanced Materials, Volume: 9 Issue: 8 Pages: 2660-2662)

Şişman, İ., 2006, CdS, CdSe ve CdTe Bileşik Yarıiletken İnce Filmlerinin Aynı Çözeltiden Elektrokimyasal Olarak Au(111) Elektrodu Üzerinde Büyütülmesi ve AFM, STM, XRD ve Uv-VisSpektroskopisi ile karakterizasyonu, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum

TT90 SpektroskopikElipsometre Kataloğu 2010

UV-4802 UV/VisSpektrofotometre kullanıcı kılavuzu

Vladioiu, R; Musa, G; Mustata, I, 2003,Thermoionic vacuum arc - A new method of thin film deposition, Journal Of Optoelectronics And Advanced Materials Volume:5, Issue: 1 Pages: 325-330

Vladioiu, R; Ciupina, V; Lungu, CP, et al., 2006, Thermoionic vacuum arc (TVA) deposited tungsten thin film characterization, Journal Of Optoelectronics And Advanced Materials, Volume: 8 Issue: 1, p. 71- 73

Vladioiu, R; Ciupina, V; Surdu-Bob, C, et al., 2007, Properties of the carbon thin films deposited by thermionic vacuum arc, Journal Of Optoelectronics And Advanced Materials Volume: 9 Issue: 4, p.862-866

Wasa, K. and Hayakawa S., 1992, Handbook Of Sputter Deposition Technology, Noyes Publications, Osaka, 304p

**KAYNAKLAR (Devam)**

- Wasa, K., 2004, Kitabatake, M., Adachi H., 2004, Thin Film Materials Technology Sputtering of Compound Materials, William Andrew Publishing, USA
- Zhang, Z., Yuan, H., Liu, D., Liu, L., Shen, J., Xiang, Y., Ma. W., Zhou, W. ve Xie, 2003, S., Growth of ultrafine ZnS nanowires, Nanotechnology 18, 145607, (5pp).