

T.C.
ERZİNCAN BİNALİ YILDIRIM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Fe₂O₃ / FTO GAZ SENSÖRÜNÜN ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Hussein JANABI

Danışman: Prof. Dr. M. ALİ YILDIRIM

**ELEKTRİK-ELEKTRONİK MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

**ERZİNCAN
2022**

Her Hakkı Saklıdır.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Fe₂O₃ / FTO GAZ SENSÖRÜNÜN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Hussein JANABI

Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Elektrik-Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. M. ALİ YILDIRIM

Fe₂O₃ ince film, Successive Ionic Layer Adsorption and Reaction (SILAR) yöntemi ile oda sıcaklığında 30 SILAR turunda flor katkılı kalay oksit (FTO) kaplı cam taban malzeme üzerine başarılı bir şekilde büyütüldü. İnce filmin yapısal, morfolojik, kimyasal bileşen ve CO gaz algılama özellikleri sırasıyla XRD, SEM, EDAX ve gaz ölçüm sistemi ile incelendi. XRD ve SEM çalışmaları, ince filmin polikristal yapıda olduğu ve hematit (α -Fe₂O₃) fazda kristalleştiğini, FTO taban malzeme yüzeyine yoğun bir kaplamanın ve farklı boyutta bölgesel yığılımların olduğunu gösterdi. EDAX analizi, filmin yüzeyinde Fe ve O elementlerinin varlığını ve demir oksit oluşumunu doğruladı. Fe₂O₃/FTO sensörünün statik ve dinamik CO gaz algılama ölçümleri yapıldı. Sensörün duyarlılığı çalışma sıcaklığı ile 285 °C'ye kadar arttığı ve optimum çalışma sıcaklığının 285 °C olduğu görüldü. 285 °C çalışma sıcaklığında, sensörün duyarlılık değeri 5 ppm CO gazı için %10 ve 100 ppm CO gazı için %47,8 olarak belirlendi. Sensörün yanıt ve geri dönüş zamanları hesaplandı. Ayrıca, sensörün tekrarlanabilirlik, kararlılık ve kontrol grubu gazları için seçicilik ölçümleri yapıldı.

2022, 65 Sayfa

Anahtar Kelimeler: CO gazı, Demir oksit, Gaz sensörleri, Metal oksit ince filmler

ABSTRACT

Master Thesis

THE PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF Fe₂O₃ / FTO GAS SENSOR

Hussein JANABI

Erzincan Binali Yıldırım University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Electrical and Electronic Engineering

Supervisor: Prof. Dr. M. Ali YILDIRIM

Fe₂O₃ thin film was successfully grown on fluorine doped tin oxide (FTO) coated glass substrate at 30 SILAR cycle at room temperature by the Successive Ionic Layer Adsorption and Reaction (SILAR) method. The structural, morphological, chemical composition and CO gas sensing properties of the thin film were investigated by XRD, SEM, EDAX and gas measurement system, respectively. XRD and SEM studies indicated that the thin film had polycrystalline nature and was crystallized in the hematite (α -Fe₂O₃) phase, there were dense coating and regional agglomerations of different sizes on the FTO substrate surface. EDAX analysis confirmed the presence of Fe and O elements and formation of iron oxide on the surface of the film. Static and dynamic CO gas detection measurements of the Fe₂O₃/FTO sensor were done. It was observed that the sensitivity of the sensor increased with the operating temperature up to 285 °C and the optimum operating temperature was 285 °C. At operating temperature of 285 °C, the sensitivity value of the sensor was determined as 10% for 5 ppm CO gas and 47.8% for 100 ppm CO gas. The response and recovery times of the sensor were calculated. In addition, the repeatability, stability and selectivity measurements for the control group gases were done.

2022, 65 Pages

Keywords: CO gas, Gas sensors, Iron oxide, Metal oxide thin films

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmamın hazırlanması ve yürütülmesi sırasında yardımını asla esirgemeyen, sabırla ilgilenen, bilgisini, tecbürelerini ve desteğini hiçbir zaman eksik etmeyen, daima yol gösteren çok kıymetli hocam Prof. Dr. M. Ali YILDIRIM'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Beni bu günlere getiren, her daim yanımda olan ve bana güvenen kıymetli aileme şükranlarımı sunmayı bir borç bilirim.

Hussein JANABI

Mart 2022

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	vi
TABLolar LİSTESİ.....	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR	ix
1. GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ	3
2.1. Fe ₂ O ₃ İnce Filmler.....	3
2.2. Gaz Algılama Uygulamaları.....	6
3. KURAMSAL TEMELLER.....	15
3.1. Gaz Sensörleri	15
3.1.1. Gaz sensörlerinin karakteristikleri.....	17
3.1.2. Adsorpsiyon, desorpsiyon mekanizmaları.....	19
3.2. Farklı Gaz Sensör Teknolojileri	20
3.2.1. Katalitik sensörler.....	21
3.2.2. Pellistör tipi katalitik gaz sensörü.....	24
3.2.3. Termoelektrik gaz sensörü.....	25
3.2.4. Termal iletkenlik gaz sensörü.....	26
3.2.5. Elektrokimyasal gaz sensörleri	27
3.2.6. Optik gaz sensörleri	28
3.2.7. Kızılötesi gaz sensörü	28
3.2.8. Yarıiletken gaz sensörleri	29
3.2.9. Metal oksit tabanlı gaz sensörü.....	30
3.2.10. Akustik dalga gaz sensörleri.....	32
3.2.11. Karbonmonoksit (CO) gazı ve algılama mekanizması.....	34
4. MATERYAL VE YÖNTEM.....	37
4.1. Materyal.....	37
4.1.1. Fe ₂ O ₃ ince filmleri için kimyasalların hazırlanması.....	37
4.2. Yöntem	37

4.2.1. İnce film büyütme yöntemleri	37
4.2.1.1. Ardışık İyonik Tabaka Adsorpsiyon ve Reaksiyon (SILAR) yöntemi	38
4.2.1.2. Fe ₂ O ₃ ince filmlerin büyütülmesi.....	39
4.2.2. Yapısal karakterizasyon yöntemleri	41
4.2.2.1. X-Işını kırınım tekniği (XRD)	41
4.2.2.1.a. X-ışını radyasyonu üretimi	41
4.2.2.1.b. X-ışınının kristal malzemeler tarafından kırınımı.....	41
4.2.2.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	43
4.2.3. Elektriksel karakterizasyon yöntemleri	45
4.2.3.1. Gaz ölçümü	45
5. ARAŞTIRMA BULGULARI	47
5.1. XRD Analizi Sonuçları	47
5.2. SEM Analizi Sonuçları.....	48
5.3. EDAX Analizi Sonuçları.....	48
5.4. Fe ₂ O ₃ İnce Film Gaz Sensörlerinin CO Gazı Algılama Sonuçları	49
5.4.1. Sıcaklığa bağlı yapılan statik gaz algılama sonuçları	49
5.4.2. Konsantrasyona bağlı yapılan dinamik gaz algılama sonuçları.....	49
5.4.3. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün yanıt ve geri dönüş zamanları.....	51
5.4.4. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün seçicilik gaz algılama sonuçları.....	52
5.4.5. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün tekrarlanabilirlik ve kararlılık gaz algılama sonuçları	52
6. SONUÇLAR	54
6.1. X-ışını Kırınımı (XRD) Sonuçlarının Değerlendirilmesi.....	55
6.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçlarının Değerlendirilmesi	55
6.3. Enerji Dağılımlı X-ışını Analiz (EDAX) Sonuçlarının Değerlendirilmesi	56
6.4. Fe ₂ O ₃ /FTO Sensörünün Gaz Algılama Sonuçlarının Değerlendirilmesi	56
6.4.1. Sıcaklığa bağlı yapılan statik gaz algılama sonuçlarının değerlendirilmesi....	56
6.4.2. Gaz konsantrasyona bağlı dinamik gaz algılama sonuçlarının değerlendirilmesi	57
KAYNAKLAR	59
EKLER.....	65
Ek-1. Tez Çalışması Süresince Yapılan Akademik Çalışmalar	65

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 3.1. Sensörlerin çalışma prensibi	16
Şekil 3.2. Algılama sisteminde fiziksel bir sinyali elektrik sinyaline dönüştürme mekanizması.....	16
Şekil 3.3. Kullanımda olan bazı gaz sensörleri	17
Şekil 3.4. Katı yüzey üzerine, gaz moleküllerinin adsorpsiyonu ve desorpsiyonunun şematik olarak gösterimi	20
Şekil 3.5. Sıcak Tel Sensörü	21
Şekil 3.6. Katalitik boncuk Sensörü	22
Şekil 3.7. Mikro ocak sensörü (Microhotplate sensor)	23
Şekil 3.8. Pellistör tipi gaz sensörü	24
Şekil 3.9. Metan gazı tespiti için Wheatstone köprüsü kurulumu	25
Şekil 3.10. Mikro-termal iletkenlik gaz sensörü	27
Şekil 3.11. Tipik bir yarıiletken gaz sensörü	30
Şekil 3.12. Gaz algılama prensibini gösteren bir SAW cihazı.....	33
Şekil 3.13. Üst katman ve hedef analit buharını algılayan SAW kimyasal sensörünün şeması.....	34
Şekil 3.14. a) Hava varlığında metal oksit yüzeyi, b) indirgeyici gaz varlığında metal oksit yüzeyi, c) oksitleyici gaz varlığında metal oksit yüzeyi.....	35
Şekil 4.1. Fe ₂ O ₃ ince filmlerin SILAR yöntemi ile büyütülmesi.....	40
Şekil 4.2. Fe ₂ O ₃ /FTO gaz sensörünün şematik diyagramı	40
Şekil 4.3. Bragg yansımalarının gösterimi.....	42
Şekil 4.4. Panalytical Empyrean X-Işınları kırınımı cihazı	42
Şekil 4.5. Tipik XRD sinyali ve FWHM tanımı	43
Şekil 4.6. Taramalı elektron mikroskobunun şematik yapısı	44
Şekil 4.7. EDAX dedektörüne sahip taramalı elektron mikroskobu (FESEM)	45
Şekil 5.1. 30 SILAR turuna sahip Fe ₂ O ₃ ince filminin X-ışını kırınım deseni	47
Şekil 5.2. 30 SILAR turuna sahip Fe ₂ O ₃ ince filminin SEM görüntüsü	48
Şekil 5.3. 30 SILAR turuna sahip Fe ₂ O ₃ ince filmin EDAX analizi.....	48
Şekil 5.4. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörün 100 ppm CO gazı konsantrasyonundan elde edilen duyarlılık-çalışma sıcaklığı grafiği	49
Şekil 5.5. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığında dinamik gaz ölçümü....	50

Şekil 5.6. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığında duyarlılık-gaz konsantrasyonu grafiği	50
Şekil 5.7. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün yanıt zamanı - gaz konsantrasyonu grafiği.....	51
Şekil 5.8. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün geri dönüş zamanı - gaz konsantrasyonu grafiği	51
Şekil 5.9. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün seçicilik grafiği	52
Şekil 5.10. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün tekrarlanabilirlik grafiği.....	52
Şekil 5.11. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün kararlılık grafiği.....	53



TABLÖLER LİSTESİ

Sayfa

Tablo 6.1. α -Fe ₂ O ₃ ince filmine ait ortalama kristal boyutu (D_{ort}) ve ortalama dislokasyon yoğunluğu (δ_{ort}) değerleri	55
Tablo 6.2. Fe ₂ O ₃ /FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığındaki dinamik gaz algılama ölçüm sonuçları	58



SİMGELER ve KISALTMALAR

Simgeler

%	Yüzde
Å	Angstrom
Cl	Klor
°C	Santigrat derece
cm	Santimetre
d	Kristal düzlemleri arasındaki mesafe
D	Kristalit büyüklüğü
Eg	Yasak enerji aralığı
eV	Elektron volt
f	Frekans
Fe	Demir
g	Gram
H	Hidrojen
I	Akım
I-V	Akım-voltaj
k	Scherrer sabiti
M	Molarite
mV	Millivolt
nm	Nanometre
Pd	Paladyum
pH	Power of hydrogen (Hidrojenin Gücü)
ppm	Milyonda bir
Pt	Platin
R	Direnç
Si	Silisyum
Sn	Kalay
T	Sıcaklık
V	Gerilim
W	Watt

Zn	Çinko
β	Yarı pik genişliği (FWHM)
θ	Yansıma veya gelme açısı
Ω	Ohm
δ	Dislokasyon yoğunluğu
λ	Dalga boyu

Kısaltmalar

BNC	Bayonet Neill - Concelman
CBD	Chemical Bath Deposition
EDAX	Enerji Dağılımlı X-ışını Analizörü
Fe ₂ O ₃	Demir Oksit
FESEM	Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu
FTO	Flor Katkılı Kalay Oksit
IDT	İnterdijital Kontak
MFC	Kütle Akış Kontrolörü (Mass Flow Controller)
MKS	Gaz Akış Kontrocüsü
MO	Metal oksit
MOCVD	Metalorganic Chemical Vapor Deposition
MOS	Metal Oksit Yarıiletken
NH ₃	Amonyak
NH ₄ OH	Amonyum hidroksit
NO ₂	Azot Dioksit
OH	Hidroksil
QCM	Kuartz Kristal Mikrobals
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SILAR	Ardışık İyonik Tabaka Adsorpsiyon ve Reaksiyonu
SnO	Kalay oksit
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
UV	Ultraviyole, Morötesi
vb.	Ve Benzeri

vd.	Ve Diğerleri
WO ₃	Tungsten Trioksit
XPS	X-Işın Fotoelektron Spektroskopisi
XRD	X-Işın Kırınımı



1. GİRİŞ

Endüstriyel ortamlarda, evlerde, işyerlerinde kirliliğin etkili ve ciddi sağlık sorunlarına yol açması, dünya genelinde gaz sensörü teknolojisine yönelik araştırmaların artmasına neden olmuştur. Çevremizi saran hava, insan sağlığına zararlı olabilecek, atmosferik kirleticiler, endüstriyel veya tıbbi bir süreç için önemli olabilecek farklı miktarda gaz içermektedir. Çevre insanlar, bitkiler ve hayvanların yaşam alanı olduğu için, bu gazların varlığını tespit etmek canlıların yaşam güvenliğini sağlamak açısından zorunludur. Temel olarak, zararlı veya zehirli bir gaz kaçağı olduğunda insanları uyarmak için sesli alarm veren sistemler üreten geleneksel algılama yöntemleri, hedef gaz konsantrasyonunun doğru gerçek zamanlı ölçümlerini elde etmek gerektiğinden çok güvenilir değildir. Bununla birlikte, yüzyıllardır yarıiletken gaz sensörleri, optik gaz sensörleri, katalitik gaz sensörleri, akustik gaz sensörleri ve elektrokimyasal gaz sensörleri dahil olmak üzere farklı gazların tespiti için farklı gaz sensörü teknolojileri kullanılmıştır. Her sensörün performans özelliği, hassasiyet, seçicilik, algılama limiti, yanıt zamanı ve geri dönüş zamanı gibi bazı özelliklere dayanmaktadır. Gaz sensörleri fikri ses, ışık, koku ve ısıyı algılayan fiziksel sensörlerden gözler, kulaklar, burun ve parmaklardan gelmiştir. Bu gaz sensörleri otomobil, sağlık, güvenlik, havacılık, çevre izleme gibi birçok alanda hayati rol oynamaktadır. Kimyasal sensörler, iç güvenlik, tıbbi ve çevresel izleme, otomobil ve ayrıca gıda güvenliğini içeren uygulamalar için son on yılda önem kazanmıştır (Pearton vd., 2010). Birçok bilim insanı ve mühendis, yarıiletken davranışları, yapısal basitlikleri ve düşük maliyetleri nedeniyle metal oksit ince filmleri elektronik malzemeler olarak incelemiştir. Sensörler boyut, enerji tüketimi, maliyeti gibi özelliklerinin geliştirilmesi ile taşınabilir hale getirilebilir ve güncel elektronik haberleşme teknolojileri ile entegre edilerek her birey için iş güvenliği açısından gerçek zamanlı olarak izlenebilmektedir. Böylece, bu teknoloji ile binlerce hayat kurtarılabilir. Yaygın olarak bilinen demir oksit ince filmler FeO , Fe_3O_4 ve Fe_2O_3 'ü içerir. Bunlar arasında Fe_2O_3 yüksek kimyasal kararlılığa ve toksik olmayan özelliğe sahiptir. Fe_2O_3 ince film, mükemmel optik, elektriksel ve manyetik özelliklerinden dolayı fotokataliz ve gaz algılama gibi fonksiyonel alanlarda yaygın olarak benimsenmiştir (Yi Ma vd., 2021).

Metal oksit gaz sensörleri, çok çeşitli gazları algılamak için en önemli cihazlar arasındadır. Böylece metal oksitlerin çoğu iyi termal ve kimyasal stabiliteye sahiptir. Çevre dostu bir yarıiletken olan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ($E_g = 2,1$ eV), en kararlı demir oksittir ve düşük maliyeti, yüksek stabilitesi, korozyona karşı yüksek direnci nedeniyle gaz algılama uygulamaları için en önemli metal oksitlerden biridir (Mirzaei vd., 2016). Demir (III) oksit tüm bu iyi özelliklere sahip olduğundan, fotokatalitik uygulamalar ve sensörlere ek olarak fotovoltaiik ve elektriksel uygulamalarda ve cihazlarda umut verici bir malzemedir.

Bu tez çalışması, Fe_2O_3 ince filminin Successive Ionic Layer Adsorption And Reaction (SILAR) yöntemi ile flor katkılı kalay oksit (FTO) taban malzemeler üzerine büyütülmesini ve bu filmin yapısal, morfolojik, kimyasal bileşen ve CO gaz algılama özelliklerinin incelenmesini içermektedir. Birinci bölümde gaz sensörlerinin ve Fe_2O_3 ince filmlerin genel özelliklerinden oluşan bir giriş bulunmaktadır. İkinci bölümde, tez konusu ile ilgili literatür taraması, üçüncü bölümde tez konusu ile ilgili temel kuramsal bilgiler, dördüncü bölümde tez çalışmasında kullanılan materyal ve yöntem hakkında bilgi, beşinci bölümde ölçüm sonuçlarının verildiği araştırma bulguları, altıncı bölümde ise ölçüm sonuçlarının değerlendirildiği tartışma ve sonuç bölümü bulunmaktadır.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Fe₂O₃ İnce Filmler

Demir (III) oksit, kırmızımsı-kahverengi kristal toz formunda olan ve pasın ana bileşeni olan Fe₂O₃ formülüne sahip kimyasal bir bileşiktir. Demir (III) oksit, 1566 °C erime sıcaklığı, 1987 °C kaynama sıcaklığı, 159,70 g/mol molar kütle ve 5,24 g/cm³ yoğunluğa sahiptir.

Tang vd. (2006), farklı Fe:Zn bileşimlerine sahip Fe₂O₃-ZnO nanokompozitlerine dayalı gaz sensörleri, sol-jel ve spin-kaplama (spin-coating) yöntemi ile hazırlanmıştır. Fe₂O₃-ZnO nanokompozitlerinin morfolojik, yapısal ve elemental özellikleri, XRD, SEM ve TEM ile sistematik olarak karakterize edilmiştir. Elektrik ve algılama ölçümlerinin sonuçları, Fe:Zn = %2 olan sensörün, oda sıcaklığında NH₃'e karşı oldukça mükemmel hassasiyet ve seçicilik sergilediğini göstermiştir. Sensörün tepki ve geri kazanım süresi 20 s'den az olduğu bulunmuştur.

Mulmudi vd. (2011), hidrotermal yöntem kullanarak flor katkılı kalay oksit (FTO) cam altlık üzerinde hematit (Fe₂O₃) nanoçubuklar elde edilmiş. Bu sentezde FeCl₃ öncü, üre ise pH düzenleyici olarak görev yapmıştır. Çözelti bir cam şişeye konularak 24 saat 100 °C' de ısıtılmıştır. FTO cam altlık, iletken kenarı şişe duvarına bakacak şekilde cam şişelere dikey olarak yerleştirilmiştir. Reaksiyondan sonra istenen aşamanın elde edilmesi için, altlık üzerindeki nanoyapı, deiyonize (DI) suda iyice durulanmış ve 30 dakika boyunca 500 °C' de tavlansmıştır.

Dawei Su vd. (2012), ayarlanabilir gözenekli α -Fe₂O₃ malzemeleri, seçici aşındırma (selective etching) yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. Gözenekli hematitlerin yapısı ve morfolojisi, XRD, SEM ve TEM ile sistematik olarak karakterize edilmiştir. Gözenekli hematitler, gaz algılama ve lityum iyon hücrelerinde lityum depolama için uygulanmıştır. Gözenekli α -Fe₂O₃ malzemeleri, 1269 mAh/g' lık tersinir bir lityum depolama kapasitesi göstermiştir. Gaz sensörlerinde algılama malzemesi olarak kullanıldığında, gözenekli α -Fe₂O₃, zehirli ve yanıcı gazlara karşı üstün bir hassasiyet göstermiştir.

Elbeyli vd. (2014), gaz sensörleri için cam altlıklar üzerine sol-jel daldırma yöntemiyle

SnO₂ ve Cu katkılı SnO₂ kaplamaların üretimi ve karakterizasyonu sistematik olarak incelenmiştir. Kaplamaların termal, yapısal, elektriksel ve gaz duyarlılık özellikleri detaylı bir şekilde (Differential Thermal Analysis) DTA-TG, (Fourier Transform Infrared) FTIR, XRD, SEM-EDX, refraktometre, spektrofotometre ve gaz duyarlılık ölçüm cihazları kullanılarak karakterize edilmiştir. Elde edilen jel kaplamalar DTA-TG ve FTIR sonuçlarının kombinasyonu olarak 300 °C’ de 10 dakikada kurutulmuş ve buna müteakiben hava atmosferinde 500 °C’ de 5 dakikada ısıtılmıştır. SnO₂ cassiterite fazı XRD sonuçlarından bulunmuştur. SEM incelemeleri kaplama yapısının Cu katkı miktarına ve film kalınlıklarına bağlı olarak farklı karakteristikler göstermiştir. SnO₂ ince filmleri kırılma indisi, enerji aralığı, absorbans, transmitans ve gaz duyarlılık değerleri Cu içeriğine bağlı olarak değişmiştir.

Patil vd. (2015), hidrotermal yöntemle sentezlenen α -Fe₂O₃ nanoparçacıklarına dayalı kalın film sensörlerinin nem algılama özellikleri rapor edilmiştir. Sentezlenen α -Fe₂O₃ nanoparçacıklar, XRD, raman spektroskopisi, TEM ve HRTEM kullanılarak karakterize edilmiştir. α -Fe₂O₃ nanoparçacıklarının boyutunun, yüksek kristalli yapıya sahip 20-30 nm aralığında olduğunu göstermektedir, α -Fe₂O₃ nanoparçacık bazlı sensörün hassasiyeti ~%99 olarak bulunmuş ve en hızlı yanıt süreleri kaydedilmiştir. Bu da α -Fe₂O₃ nanoparçacık bazlı sensörün daha fazla gelecek beklentisi olduğunu göstermiştir.

Cuong vd. (2015), demir oksit nanoparçacıkları (NPs), yüksek performanslı CO gaz sensörü için basit bir hidrotermal yöntemle hazırlanmıştır. SEM, TEM sonuçları, elde edilen α -Fe₂O₃ parçacıklarının yarım küre uçlu fıstık benzeri (peanut-like) bir geometriye sahip olduğunu ortaya koymuştur. α -Fe₂O₃ NPs bazlı sensörün karbon monoksit (CO) ve diğer gazların çeşitli konsantrasyonlarına tepkisi farklı sıcaklıklarda ölçülmüştür. Fıstık benzeri α -Fe₂O₃ NPs tabanlı sensörü 300 °C’ de yüksek yanıt, hızlı yanıt-geri dönüş ve CO'ya karşı iyi seçicilik sergilediği bulunmuştur.

Mishra ve Chum (2015), ultraviyole (UV) ve görünür ışık varlığında iyi fotokatalitik aktivite gösteren birçok malzeme bulunduğunu belirlemiştir. α -Fe₂O₃, TiO₂, ZnO gibi diğer geleneksel malzemelere göre bir avantaja sahiptir. Düşük bant aralığı (~2,2 eV) değeri nedeniyle fotokatalitik uygulamalar için güneş enerjisi kullanımında α -Fe₂O₃, görünür güneş spektrumunun büyük bir bölümünü absorbe edebilir (absorbans kenarı ~600 nm). Ayrıca sulu ortamda iyi kimyasal kararlılığı, düşük maliyeti, bolluğu ve

toksik olmayan yapısı onu fotokatalitik su arıtma ve su ayırma uygulamaları için umut verici bir malzeme yapmaktadır.

Zhijie Li vd. (2015), α -Fe₂O₃ nanopartiküllere dayalı H₂S gaz sensörü, termal tavlama ile imal edilmiştir. Elde edilen numunelerin kimyasal bileşimini ve mikro yapısını karakterize etmek için XRD, SEM ve TEM dahil olmak üzere karakteristik teknikler kullanılmıştır. Sensörün gaz algılama performansı 100 °C' den 400 °C' ye kadar farklı çalışma sıcaklıklarında incelenmiştir. Sonuçlar, sensörün 300 °C' lik bir çalışma sıcaklığında H₂S gazını algılamak için en iyi hassasiyeti, tekrarlanabilirliği ve uzun vadeli kararlılığı sergilediğini göstermiştir. Sensörün H₂S gazına yönelik algılama limiti 0,05 ppm, yanıt süresi ve geri dönüşüm süresi sırasıyla 30 s ve 5 s olarak belirlenmiştir.

Hung vd. (2016), içi boş α -Fe₂O₃ toplan, ucuz, ve ölçeklenebilir bir hidrotermal yöntem kullanılarak sentezlenmiştir. Bu yapıların gaz algılama özellikleri de sistematik olarak incelenmiştir. XRD, EDAX, SEM ve HRTEM ile malzeme karakterizasyonu, ortalama çapı 1,5 nm olan tek fazlı α -Fe₂O₃ içi boş toplanın elde edildiğini ortaya koymaktadır. Nanopartiküller arasındaki içi boş yapı ve nano gözenekler, α -Fe₂O₃ içi boş toplanın 250 °C ile 450 °C arasında değişen çalışma sıcaklıklarında etanole önemli ölçüde yüksek tepki vermesiyle sonuçlanmıştır. Sensör ayrıca CO ve NH₃ gibi diğer gazlara göre iyi bir seçicilik göstermiştir.

Hosseinnejad vd. (2016), ZnO ince film gaz sensörlerinde yaygın olarak kullanılan en umut verici şeffaf iletken oksit malzemelerden biridir. Termal oksidasyon süresinin ZnO ince filmlerinin yapısal, morfolojik ve gaz algılama özelliklerine bağımlılığı araştırılmıştır. ZnO nanoyapıları, saf çinko katmanların cam altlıklar üzerinde biriktirilmesi için DC magnetron püskürtme ve ardından ZnO ince filmler üretmek için biriktirilmiş çinko katmanların termal oksidasyonu kullanılarak sentezlenmiştir. XRD ölçümlerinden elde edilen sonuçlar, termal oksidasyon süresinin artmasıyla ZnO ince filmlerin kristalliliğinin ve ortalama tane boyutunun arttığını ortaya koymaktadır. ZnO ince filmlerin yüzey topografyası ve büyüme davranışı, bu filmlerin gaz algılama özelliklerinin optimizasyonunda önemli bir role sahiptir. Gaz algılama ölçümleri ince filmlerin etanol gazı algılama özelliklerinin tane boyutu küçüldükçe iyileştiğini göstermiştir.

Liu vd. (2017), hematit (α -Fe₂O₃) nanoyapılı filmler, hidrotermal büyütme yöntemi kullanılarak flor katkılı kalay oksit (FTO) altlıklar üzerinde hazırlanmıştır. XRD, SEM ve elektrokimyasal empedans spektroskopisine dayanan analizler, α -Fe₂O₃ nanoçubuklarının küçük çaplı, bol açık delikler, alt tabakaya dikey eksen boyunca büyüyen ve yüksek donör yoğunluğu gibi özelliklere sahip olduğunu ortaya çıkarmıştır.

Karaduman vd. (2017), ficus carica (incir/fig) ve Euphorbia amygdaloides (Euphorbia) bitkilerinin yaprak ekstraktlarının peroksidaz enzimleri, γ -Fe₂O₃ nanoparçacıklarının (NPs) sentezi için kullanmıştır. γ -Fe₂O₃ NP'lerin yapısal, morfolojik ve metan gazı algılama özellikleri araştırılmıştır. İncir bitkisi peroksidaz enziminden elde edilen γ -Fe₂O₃ NPs, 150 °C 'de 1-ppm metan gazına %15 tepki sergileyen Euphorbia bitkisi peroksidaz enziminden elde edilen γ -Fe₂O₃ NPs göre daha yüksek tepki ve seçicilik gösterdiği sonucuna ulaşılmıştır. Empedans spektroskopisi analizi, tane sınırlarından kaynaklanan direncin gaz algılama özelliklerine önemli ölçüde katkıda bulunduğunu göstermiştir. Elde edilen tüm sonuçlar, γ -Fe₂O₃-FF'nin algılama performansının, γ -Fe₂O₃-EU'nun performansından önemli ölçüde daha iyi olduğunu ortaya çıkarmıştır. Bu nedenle, İncir bitkilerinden elde edilen γ -Fe₂O₃ nanoparçacıklarının (NPs) metan gazı algılama uygulamalarında büyük potansiyele sahip olduğu sonucuna varılabilmektedir.

2.2. Gaz Algılama Uygulamaları

Shufeng Si vd. (2006), Fe₂O₃ / ZnO nanoçubukları, çözelti hidroliz yöntemiyle hazırlanmıştır. XRD, BET (Brunauer-Emmett-Teller: Kompozit malzemelerin yüzey alanını elde etmek için kullanılan bir yöntemdir) ve TEM teknikleri ile karakterize edilmiştir. Sonuçta ortaya çıkan Fe₂O₃/ZnO gaz sensörü, çeşitli yanıcı gazların düşük konsantrasyonlarının tespitinde yüksek tepki, iyi stabilite ve geri kazanım süresinin gösterilmiştir. Tepki süresinin 20 saniyeden az olduğu bulunmuştur. Fe₂O₃ nanoçubuklarının yüzeyinde kaplanmış ZnO kabuğunun kalınlığının, geleneksel ZnO tabanlı sensör cihazlarındakinden daha küçük olan yaklaşık 2-3 nm olduğu tahmin edilmiştir. Sensör ayrıca iyi bir uzun vadeli stabilite gösterilmiştir. Bahsedilen tüm özellikler, mevcut Fe₂O₃/ZnO'yu yanıcı gazlar için bir sensör olarak ilgi çekici kılmaktadır.

Jin vd. (2011), yüzey morfolojisinin, Fe₂O₃ nanoparçacıkları (Fe₂O₃/VONTs) ile yüklü yüzeye sahip vanadyum nanotüplere dayalı bir etanol sensörünün tepkisi üzerindeki

etkisi araştırılmıştır. VONTs yüklenen Fe_2O_3 'ün partikül boyutu, yeni sitrik asit destekli hidrotermal yöntem kullanılarak değiştirilmiştir. Sitrik asit, nanotüp yüzeyinde tek tip bir Fe_2O_3 yüklemesinin büyümesini sağlayan bir yüzey aktif maddesi ve şelat maddesi (surfactant and chelate agent) olarak kullanılmıştır. Etanol algılama özellikleri daha sonra bu Fe_2O_3 /VONTs için 230–300 °C 'de ölçülmüştür. Sonuçlar, sensör tepkisinin partikül boyutu ve Fe_2O_3 yükleme miktarı ile arttığını göstermiştir. VONT yüzeyindeki Fe_2O_3 yükünün oksijen boşluklarının konsantrasyonunu arttırdığı ve serbest elektron konsantrasyonunu azalttığı görülmektedir. Fe_2O_3 /VONTs dayalı gaz sensörü, havada $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 'e yüksek ve hızlı bir tepki göstermiştir. Ayrıca, sensör 1000 ppm $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ için 330 °C 'de 7,4 s değerine sahip yanıt zamanı gözlenmiştir.

Yıldırım vd. (2016), MnS ince filmler, SILAR yöntemi kullanılarak cam altlıklar üzerinde sentezlendi. Film kalınlığının filmlerin yapısal, morfolojik, optik ve elektriksel özelliklerine etkisi araştırıldı. XRD ve SEM çalışmaları, tüm filmlerin β -MnS yapısı ile polikristal yapı gösterdiğini ve cam altlıklar üzerinde iyi bir şekilde kaplandığını göstermiştir. Filmlerin bant aralığı ve direnç değerleri film kalınlığının 180 nm'den 3,39 350 nm'ye artmasıyla 3,39 eV 'den 2,92 eV 'ye ve $11,84 \times 10^6 \Omega\text{-cm}$ 'den $2,21 \times 10^5 \Omega\text{-cm}$ 'ye azaldığı belirlenmiştir. Kırılma indisi (n) ve dielektrik sabiti (ϵ_0 , ϵ_∞) değerleri hesaplandı. Bu nedenle, MnS tabanlı cihazların performansı ve üretimi için, kırılma indeksi ve dielektrik sabitleri gibi bazı parametrelerin belirlenmesi önemli bir ön koşuldur. Buna göre filmlerin yapısal, morfolojik, optik ve elektriksel özelliklerinin film kalınlığına büyük ölçüde bağlı olduğu ve SILAR'ın MnS ince filmlerinin sentezlenmesi için uygun bir yöntem olduğu bulunmuştur.

Karaduman vd. (2017), nanoyapılı NiO ince filmler, kolay ve düşük maliyetli SILAR yöntemi ile cam altlıklar üzerine sentezlenmiş ve filmlerin hidrojen gazını algılama özellikleri üzerinde film kalınlığının etkisi incelenmiştir. Numuneler, XRD, SEM ve EDAX analizi ile karakterize edilmiştir. XRD sonuçları, kristallığın artan kalınlıkla arttığını ve filmlerin polikristal yapıda kristalleştiklerini göstermiştir. SEM analizleri, filmlerin altlık malzemeye iyi kaplandığını göstermiştir. Optik soğurma ölçümlerine göre, artan film kalınlığı ile optik bant aralığı azalmıştır. Nano yapılı NiO filmlerin gaz algılama özellikleri gaz konsantrasyonu ve sıcaklığın fonksiyonu olarak araştırılmıştır. Filmler, yüksek tepki ile H_2 gazının iyi algılama performansını göstermiştir. 200 °C' lik optimum çalışma sıcaklığında ve 40 ppm'lik gaz konsantrasyonunda maksimum yanıt

%75'dir. Bu sonuçlar, SILAR yöntemiyle sentezlenen nanoyapılı NiO ince filmlerinin hidrojen gazı tespitinde uygulama potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir.

Karaduman vd. (2017), nanoyapılı ZnO ince filmlerin CO gazı algılama özellikleri üzerinde bakır ve mangan katkılama etkisi araştırılmıştır. Katkısız, bakır ve mangan katkılı ZnO nanoyapıları ZnO, CZO ve MZO paralel reaksiyon istasyonu kullanılarak basit bir kimyasal sentez yöntemiyle başarıyla sentezlenmiştir. Nanoyapıların yapısal, morfolojik ve elemental özellikleri sırasıyla XRD, SEM ve EDAX analizleri kullanılarak araştırılmıştır. Yapısal analiz, tüm filmin altıgen wurtzite kristal fazına sahip polikristal yapıda olduğunu ortaya çıkarmıştır. SEM görüntüleri, katkı maddesine bağlı olarak nanoyapılarda morfoloji değişikliklerinin gerçekleştiğini göstermiştir. Hazırlanan nanoyapıların farklı sıcaklıklarda ve farklı gaz konsantrasyonlarında CO algılama özellikleri incelenmiştir. CZO nanoyapısı, düşük çalışma sıcaklığında (95 °C) CO gazı için üstün algılama performansları sergilemiştir. Ayrıca, Cu katkılı ZnO nanoyapısı, daha yüksek tepki, daha iyi seçicilik ve tekrarlanabilirlik gibi gelişmiş CO algılama özellikleri sergilemiştir.

Çorlu vd. (2017), katkısız, Cu katkılı ve Ni katkılı ZnO ince filmler SILAR yöntemi ile başarılı bir şekilde hazırlanmıştır. İnce filmlerin yapısal, elementel ve morfolojik özellikleri sırasıyla XRD, EDAX, ve SEM ile karakterize edilmiştir. Bu ince filmlerin NO gazı algılama özellikleri üzerindeki doping etkisi, gaz konsantrasyonuna ve çalışma sıcaklığına bağlı olarak incelenmiştir. Çalışma sıcaklığında Cu katkılı ZnO ince film katkısız ve Ni katkılı ZnO ince filmden daha yüksek gaz tepkisi sergilemiştir. Cu katkılı ZnO ince film sensör, diğer sensörlerden daha hızlı tepkiler ve geri kazanım hızları vermiştir.

Liang vd. (2017), ortalama boyutu ~ 3 nm olan ultra ince α -Fe₂O₃ nanoparçacıkları, bir ters mikro emülsiyon (facile reverse micro-emulsion) yöntemiyle başarıyla hazırlanmıştır. Hazırlanan α -Fe₂O₃ nanoparçacıkları, boyutu ve yüzey etkisi nedeniyle mükemmel gaz algılama aktivitesi göstermektedir. Bu α -Fe₂O₃ nanoparçacıkları, aseton buharına hızlı tepki, yüksek seçicilik ve iyi stabilite gösterilmiştir. Bu tür bir malzemenin aseton sensörlerinde uygulama için bir aday aday olması beklenmektedir. Hazırlanan α -Fe₂O₃ nanoparçacıkları asetona karşı yüksek hassasiyet sergiledi ve diğer gazların mevcudiyetinde asetona karşı seçici olarak tespit edebilmiştir.

Saritas vd. (2018), demir oksit, gaz sensörü uygulamaları için yaygın olarak kullanılan hassas bir malzemedir. Düşük üretim maliyetleri nedeniyle atmosfer koşullarında ve 200 °C sıcaklıkta gaz algılama alanında büyük ilgi görmüştür. Demir oksit gaz sensörleri çeşitli alanlarda kullanılan tehlikeli gazlar için araştırılmaktadır. Spray pyrolysis tekniği ile büyütülen Ni:Fe₂O₃, Mg:Fe₂O₃ ve Fe₂O₃ ince filmlerinin morfolojik yapısı (partikül boyutu, gözenek boyutu vb.), optik, manyetik ve elektriksel özellikleri incelenmiştir. Yapısal özellikleri incelemek için XRD, Raman ve AFM yöntemleri kullanılmıştır. AFM ölçümleri, yüzey topografyası hakkında çok faydalı bilgiler sağlamıştır. Gaz sensörlerinin tepkisi için I-V (Van der Pauw) yöntemi kullanılmıştır. Gaz algılama testi yapıldıktan sonra Ni:Fe₂O₃ ve Fe₂O₃ ince filmleri n tipi yarıiletkenlerdir, Mg : Fe₂O₃ p tipi yarıiletkenidir ve yanıt zamanı diğerlerinden daha küçük ve çok daha hızlıdır. Ni:Fe₂O₃, Fe₂O₃ ince filmler için reaksiyon sonucunda ortaya çıkan elektronlar taşıyıcı konsantrasyonunu artırır veya azaltır. XRD ve Raman ölçümlerine göre malzemelerin kristal yapısı değişmiştir. Ni:Fe₂O₃, Mg:Fe₂O₃ ve Fe₂O₃ ince filmlerin özellikleri kontrol edildikten sonra gaz algılama özellikleri incelenmiştir. Bu filmlerin gaz sensörü uygulaması için kullanabilir olduğu görülmüştür.

J Y Lin vd. (2018), Fe₂O₃ nanotelleri, 8 saat boyunca 600 °C' de hava basıncı altında yatay bir elektrikli fırında sentezlenmiştir. Fe₂O₃ nanotellerine dayalı olarak geliştirilen bir termoelektrik NO₂ gaz sensörü, sinyal amplifikasyonunu ve işlemeyi kolaylaştıran, onlarca milivoltluk DC voltajları üretebilmiştir. Sensörlerin NO₂ gazına karşı gaz algılama performansı incelenmiştir. Gaz algılama çalışmaları, sıcaklık 120 °C olarak ayarlandığında, 10 ppm NO₂ gazına karşılık gelen voltaj sinyalinin 17,9 mV olduğunu, tepki süresinin ve geri kazanım süresinin sırasıyla 23 s ve 17 s olduğunu göstermiştir.

Song vd. (2018), çokyüzlü (Polyhedral) α -Fe₂O₃ kristalleri indirgenmiş grafen oksitler (Reduced Graphene Oxides, RGO) nanokompozitleri, hidrotermal olarak sentezlenmiş bir β -FeOOH öncüsünün dehidrasyonu ve yeniden kristalleştirilmesi yoluyla hazırlanmıştır. Nanokompozitlerin yapıları ve morfolojileri, XRD, FE-SEM, TEM ve XPS dahil olmak üzere çeşitli karakterizasyon teknikleri ile araştırılmıştır. Karakterizasyon sonuçları, α -Fe₂O₃ kristallerinin çokyüzlü olduğunu ve 120-190 nm çapında olduğunu göstermiştir. Hazırlanan nanokompozitlerin gaz algılama performansları incelenmiş ve çıplak α -Fe₂O₃ polihedron tabanlı sensörlerle karşılaştırılmıştır. Çokyüzlü α -Fe₂O₃ kristalleri RGO nanokompozit sensörleri, 14,7' ye

ulařan 50 ppm asetona karřı önemli duyarlılık vermiřtir. Bu deęer, 260 °C' de α -Fe₂O₃ çokyüzlü ile elde edilen deęerden 1,6 kat daha yüksek olduęu bulunmuřtur. Ayrıca sensörler, temiz havaya maruz kaldıktan kısa bir süre sonra ilk durumlarını geri kazanmıřtır.

İskenderoęlu ve Güney (2018), SILAR yöntemi ile Ag katkılı CdO ince filmler, oda sıcaklıęında cam altlıklar üzerine büyütölmüřtür. Büyütölen numunelerin yapısal, morfolojik ve optik özellikleri araştırılmıřtır. XRD analizleri ile filmlerin polikristal kübik fazda kristalleřtięi ve Ag katkısı ile ortalama kristal boyutunun 22 nm'den ve 25 nm'ye arttıęı belirlenmiřtir. Absorpsiyon ölçömleri, artan Ag katkı oranı ile filmlerin yasak enerji aralıęının 2,22 eV'den 2,67 eV'ye yükseldięini göstermiřtir. SEM analizleri, Ag katkılama ile filmlerin morfolojilerinde deęiřikliklerin olduęunu göstermiřtir.

Tarık vd. (2018), 50 W ve 100 W güç deęerlerinde RF magnetron püskürtme yöntemi ile büyütölen In₂O₃ filmlerin yapısal, morfolojik, optik ve gaz algılama özellikleri incelenmiřtir. Filmlerin %80 - %90 arasında optik geçirgenlik deęerlerine sahip olduęu bulunmuřtur. In₂O₃ ince film sensörünün fabrikasyonu yapılarak Sens-1 ve Sens-2 gaz sensörleri elde edilmiřtir. Sens-1 ve Sens-2 sensörleri 0-750 ppm arasındaki bütan gazı konsantrasyonlarında, 0-5V arasındaki voltaj deęerlerinde 100-300 °C arasındaki çalışma sıcaklıklarında analiz edilmiřtir. Sens-1 sensöründen farklı olarak, Sens-2 gaz sensörünün çalışma sıcaklıęına duyarlı olduęu tespit edilmiřtir. Fakat iki sensör 100 °C çalışma sıcaklıęında karřılařtırıldıęında Sens-1 sensörü Sens-2 sensöründen daha yüksek algılama hassasiyete sahip olduęu görölmüřtür.

Zhang vd. (2019), nano boyutlu Pt yüklü Fe₂O₃ nanoküpler, ardışık olarak basit bir hidrotermal reaksiyon hazırlanmıřtır. Fe₂O₃ nanoplateletlerin (nanoplatelets) elde edilen Pt yüklü Fe₂O₃ nanoküpler, ortalama kenar uzunluęu 200 - 300 nm, içi boş ve gözeneklidir. Pt ile elde edilmiř Fe₂O₃ nanokompozitlerine (nanocomposites) dayalı sensör, düşük sıcaklıkta 139 °C 100 ppm aseton gazına daha yüksek tepki göstermiřtir. Pt- Fe₂O₃ nanokompozit sensör, yüksek nem kořulları altında ve dięer gazların giriřimi ile yüksek aseton seçicilięi ile aseton gazı için düşük maliyetli, düşük sıcaklık sensörü olarak mükemmel bir potansiyel göstermiřtir. Sensör, yüksek tekrarlanabilirlik ve kararlılıkla ppb seviyede aseton miktarlarını algılayabilir. Kısmen oksitlenmiř Pt nanoparçacıklarının çekici kimyasal ve elektronik hassaslařtırmaları, aseton algılama

performansının geliştirilmesinden sorumludur. Yüksek aseton seçiciliği, yüksek stabilite ve hızlı dinamik tepkiye dayalı olarak, Pt ile güçlendirilmiş Fe_2O_3 nanoküp sensörü, düşük maliyetli bir aseton sensörü için son derece uygun bir adaydır.

Hjiri vd. (2019), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) nano tozları hidrotermal bir yolla başarıyla hazırlanmıştır. Sentezlenen nanotozların morfolojisi ve mikro yapısı, SEM-TEM analizi ve X-ışını kırınımı kullanılarak analiz edilmiştir. Gaz algılama cihazları, birbirine bağlı bir platin elektrot ile sağlanan alüminyum altlıklar üzerine $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nano tozları basılarak üretilmiştir. Ana çevresel kirleticilerden biri olan NO_2 'ye karşı sensör hassasiyetini belirlemek için havada düşük konsantrasyonlarda NO_2 ile testler yapılmıştır. 200 °C çalışma sıcaklığında gerçekleştirilen algılama testlerinin sonuçları, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ sensörünün p tipi yarı iletken davranışı ve yüksek hassasiyet sergilediğini göstermiştir. Ayrıca sensörün sergilediği dinamikler de çok hızlıdır. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ sensörünün seçiciliği farklı gazlar ile test edilmiştir. Sensör, CO ve CO_2 gibi çevrede bulunan diğer kirleticilerle kıyasla NO_2 'ye karşı büyük seçicilik göstermiştir.

Z wu vd. (2019), bu çalışmada, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nano-elipsoidleri, kolay bir tek adımlı hidrotermal yöntem kullanılarak sentezlendi ve oldukça hassas H_2S algılayıcı malzemeler olarak araştırılmıştır. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nano elipsoidleri kullanılarak üretilen H_2S gaz sensörleri 260 °C 'lik optimum çalışma sıcaklığında mükemmel H_2S algılama performansı göstermiştir. Yanıt ve geri kazanım süreleri, literatürde bildirilen H_2S gaz sensörlerinden çok daha hızlı olan, 50 ppm konsantrasyonlu H_2S gazı için 0,8 s/2,2 s olduğunu göstermiştir. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nano-elipsoid tabanlı sensörler ayrıca NH_3 , CO, NO_2 , H_2 , CH_2Cl_2 ve etanol dahil olmak üzere yaygın olarak araştırılan diğer gazlara kıyasla H_2S 'ye karşı yüksek seçicilik göstermiştir. Ek olarak, sensörler, 100 ppb kadar düşük bir algılama limiti ile farklı H_2S konsantrasyonlarına yüksek tepki değerlerinin yanı sıra mükemmel tekrarlanabilirlik ve uzun vadeli stabilite göstermiştir.

Bouhjar vd. (2020), polikristal krom (Cr) katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmler, flor katkılı kalay oksit kaplı cam altlıklar üzerine elektrodepozisyon tekniği ile kaplanmıştır. Kaplanan filmler daha sonra 2 saat boyunca 650 °C 'de hava ortamında tavlansmıştır. Katkısız ve Cr katkılı $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmlerin yapı, optik ve morfolojik özellikleri, XRD, SEM ve UV Vis spektroskopisi ile karakterize edilmiştir. Dahil edilen Cr atomlarının (Cr^{4+} iyonları) konsantrasyonu, öncü çözeltideki $\text{Cr}(\text{ClO}_4)_3$ konsantrasyonu değiştirilerek

kontrol edilmiştir. Cr katkılamanın önemli etkisi, α -Fe₂O₃ filmlerinin iletkenliğini ve yük taşıma özelliklerini iyileştirmesidir.

Liu vd. (2020), bir solvotermal yöntem kullanılarak küresel bir demir oksit öncüsü hazırlanmış ve daha sonra α -Fe₂O₃ nanoparçacıkları elde etmek için 40 °C' de termal olarak işlenmiştir. Elde edilen ürünlerin yapıları ve morfolojisi, X-ışını kırınımı XRD, TEM ve SEM kullanılarak karakterize edilmiştir. Sonuçlar, α -Fe₂O₃ nanoparçacıklarının çapının yaklaşık 500 nm olduğunu göstermiştir. Ayrıca, α -Fe₂O₃ nanoparçacıkları gaz sensörü olarak kalın bir film haline getirilerek gaz algılama testi gerçekleştirilmiştir. Çalışma sıcaklığı 250 °C 'ye ayarlandığında, α -Fe₂O₃ nanoparçacığı trimetilamin (TMA) için çok iyi seçicilik ve yüksek hassasiyet sergilemiştir. Minimum algılama 1 ppm kadar düşmüş ve 100 ppm TMA gazı için yanıt değeri 27,8 bulunmuştur. Bulgular, α -Fe₂O₃ nanoparçacıklarının gaza duyarlı bir malzeme olarak kullanılabileceğini göstermiştir.

Wang vd. (2020), yüzey oksijen boşluğu kusurlarının (Ov), taşıyıcı yoğunluğunu önemli ölçüde iyileştirerek ve daha fazla oksijen adsorpsiyon alanı sağlayarak gaz algılama davranışına faydalı olduğu kabul edilir. Ov kusurlu Ce katkılı α -Fe₂O₃ kompozitleri, tavlama işlemiyle desteklenen bir yağ banyosu yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Morfolojik karakterizasyon sonuçları, α -Fe₂O₃'ün katmanlı mimarisinin, Ce elementleri eklendikten sonra büyük boyutlu 7-9 nm masif nanoparçacıklardan oluşan nanokürelere dönüştürüldüğünü göstermiştir. Gaz algılama sonuçları, katkılı α -Fe₂O₃'ün 220 °C çalışma sıcaklığında 26,3 – 100 ppm aseton gazına karşı algılama tepkisi sergilediğini göstermektedir. En önemlisi, X-ışını fotoelektron spektroskopisi ve elektron spin rezonans spektroskopisi sonuçları, Ce katkılı α -Fe₂O₃ sensörlerinin algılama tepkilerinin doğrudan Ov kusurlarıyla ilişkili olduğunu doğrular, yani Ov kusurlarının miktarı ne kadar büyükse, algılama tepkisi o kadar yüksek olmuştur.

Demircioğlu vd. (2021), hematit (Fe₂O₃) ince filmler, indiyum kalay oksit (ITO) kaplı cam altlık üzerinde bir elektrodpozisyon tekniği kullanılarak sentezlenmiş ve farklı sıcaklıklarda tavlama işlemi yapılarında meydana gelen değişiklikler araştırılmıştır. Biriktirme sonrası 500 °C, 550 °C ve 600 °C sıcaklıklarda tavlama sonrası oluşan Fe₂O₃ ince filmlerin yapı, optik ve morfolojik özellikleri XRD analizi, absorpsiyon spektroskopisi, Raman spektroskopisi ile belirlenmiştir. XRD analizi, Fe₂O₃ ince filmlerin eşkenar dörtgen kristal yapısına sahip olduğunu ortaya çıkarmıştır. ITO

üzerinde sentezlenen ve farklı sıcaklıklarda tavlanan Fe_2O_3 filmlerinin yasak enerji aralığı absorpsiyon ölçümleri kullanılarak hesaplanmış ve 2,0 eV ile 2,2 eV arasında değerler bulunmuştur. SEM analizi, tavlama sıcaklığı arttıkça filmlerin tanecik boyutunun arttığını açıkça ortaya koymuştur. Bu analizlerin sonuçları, tavlama sıcaklığının artırılmasıyla $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmlerinin yapısının iyileştirildiğini doğrulamaktadır. Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ölçümleri, ITO altlık üzerinde sentezlenen $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ filmlerinin korozyon davranışının ayrıntılı olarak incelenmesini sağlamıştır. Fe_2O_3 'teki yapısal değişiklikleri ve korozyon davranışını belirlemek için Nyquist ve Bode analizleri uygulanmıştır. 500 °C ile 600 °C arasında tavlanan hematit ince filmler için enerji bant aralığının 2,0 eV ile 2,2 eV arasında olduğu hesaplanmıştır. Nyquist grafikleri, artan frekansla daha büyük çaplı daireler göstermiştir. Bu da artan korozyon direncini göstermektedir. Tavlama öncesi korozyon potansiyeli ve akım değerleri sırasıyla 47,01 mV ve 360,80 pA olarak hesaplanmıştır. 600 °C 'de tavlama sonrası korozyon potansiyeli ve akım değerleri sırasıyla 132 mV ve 488,10 pA olarak belirlenmiştir. Tavlama sıcaklığının artmasıyla korozyon potansiyeli ve akım değerleri artmıştır. Sonuçların EIS'nin değerlendirilmesinde, elektrokimyasal sistemler yük-taşıma elemanlarının ortadan kaldırılmasında, korozyon mekanizmalarının ve oranlarının belirlenmesinde faydalı olacağı düşünülmektedir.

Liang vd. (2021), fırça benzeri $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$ heteroyapıları, püskürtme ZnO tohum destekli hidrotermal büyüme yöntemi ile sentezlenmiştir. Elde edilen heteroyapılar, ortalama çapı yaklaşık 12 nm ve uzunluğu 25 nm olan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ çubuk şablonlarından ve ZnO dallı kristallerinden oluşmaktadır. Gaz algılama sonuçları, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$ heteroyapı tabanlı sensörün, 300 °C' lik bir optimum sıcaklıkta düşük konsantrasyonlu NO_2 gazına karşı mükemmel hassasiyet, seçicilik ve kararlılık sergilediğini göstermiştir. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$ sensörü, özellikle benzer test koşulları altında daha tepki süresinin ve geri kazanım süresinin yanı sıra bozulmamış $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ile karşılaştırıldığında önemli ölçüde daha yüksek hassasiyet göstermiştir.

Er Karaduman (2021), kimyasal banyolama yöntemiyle %1 ve %2 W katkılı ZnO ince filmler büyütülmüş ve H_2 gaz algılama özellikleri incelenmiştir. Film tabanlı sensörlerin gaz algılama ölçümleri, 30-160 °C arasındaki sıcaklıklarda ve 5-100 ppm arasındaki gaz konsantrasyonlarında gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümler ile sensörün çalışma sıcaklığı 100 °C olarak bulunmuştur. 5 ppm H_2 gaz konsantrasyonuna karşı sensörlerin kabul

edilebilir hassasiyete sahip oldukları görülmüştür. Diğer katkılama oranlarına göre %1 W katkılı ZnO film sensörü 100 °C çalışma sıcaklığında daha yüksek hassasiyete sahip olduğu belirlenmiştir. Bu ölçümler sonucunda, filmlerin gaz algılama özelliklerinin katkılama ile ilgili olarak değiştiğini göstermiştir.

Kabure vd. (2021), ultra ince CeO₂, α -Fe₂O₃ nanoparçacıkları (NPs) ve CeO₂-Fe₂O₃ nanokompozitleri (NCs) sentezlemek için mikrodalga destekli sol-jel yöntemi kullanılmıştır. Sentezlenen materyaller XRD, SEM, EDAX ve UV-Vis gibi tekniklerle karakterize edilmiştir. XRD ölçümleri, CeO₂ NPs 'ın 26 nm kristalit boyutu ile kübik yapının ve α -Fe₂O₃ NPs 'ın 25 nm kristalit boyutu ile eşkenar dörtgen yapının oluşumunu ortaya çıkarmıştır. CeO₂-Fe₂O₃ nanokompoziti (NC) 10 nm'lik bir kristalit boyutuna sahiptir. CeO₂ - Fe₂O₃ NC'nin SEM görüntüsü, gaz algılama uygulaması için yararlı olan yüksek mezo gözenekli bir yüzeyin oluşturulmasına yol açan küçük nanoparçacık kümelerini göstermektedir. Optik analizi, bant aralığı enerjisinin 3,19 eV' den (Eg-CeO₂) 1,4 eV' ye (Eg-CeO₂-Fe₂O₃) azaldığını gösterilmiştir. CeO₂-Fe₂O₃ NCs sensörü, 250 °C optimum çalışma sıcaklığında LPG konsantrasyonu 24 ppm ile %61,43 ile en yüksek duyarlılık gösterilmiştir.

Er Karaduman vd. (2021), ZnO ve Zn_{1-x}Sn_xO ince filmler, x = 0,05, 0,10, 0,15 ve 0,20 katkı oranları ile 40 döngüde SILAR yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Sentezlenen tüm ince filmlerin yapısal, optik ve elektriksel özellikleri incelenmiştir. Yapısal karakterizasyonlar için XRD tekniği kullanılmıştır. İnce filmlerin altıgen wurtzite yapıda olduğunu ve Sn katkılama ile kristalit boyutunun azaldığını göstermiştir. UV-Vis tekniği ile optik karakterizasyonlar yapılmıştır. ZnO ince filmin iyi şeffaf olduğunu ve Sn katkılama ile şeffaflık ve bant aralığındaki artışı doğrulamıştır. İnce filmlerin elektriksel özelliklerini araştırmak için, 450-750 K sıcaklık aralığında frekansın bir fonksiyonu olarak empedans, modül ve iletkenlik analizleri yapılmıştır. Sonuçlar, ZnO ince filmlerde sıcaklığın ve Sn katkı oranının kritik etkisini göstermiştir. Yeterince yüksek sıcaklıklarda, tüm ince filmlerin düşük frekans bölgesinde endüktif etkiler belirgin hale gelmiştir. Tüm sıcaklıklarda, ağırlıkça wt%5 ve ağırlıkça wt%10 katkılı filmler, incelenen katkı aralığında aşırı tepkiler göstermiştir. Burada birinci ve ikinci sırasıyla en yüksek ve en düşük iletkenliğin yanı sıra en düşük ve en yüksek tane etkisi olasılığını göstermiştir. Bu davranış, (Z, Θ) ve (C, G) olmak üzere iki ayrı veri seti ile iki farklı analiz tekniği kullanılarak doğrulanmıştır.

3. KURAMSAL TEMELLER

3.1. Gaz Sensörleri

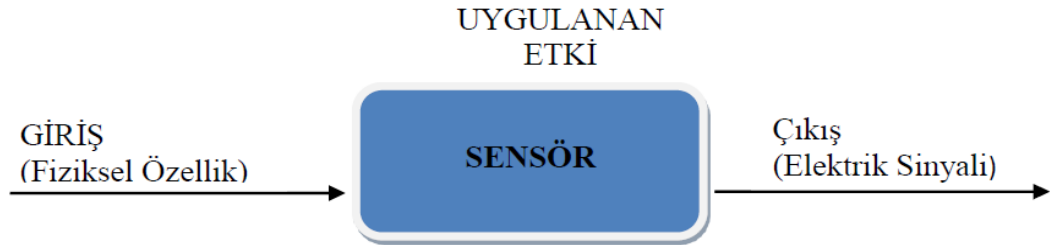
Son yıllarda toksik ve yanıcı gazların tespit ve konsantrasyonlarının belirlenmesine olan ilgi sürekli artmaktadır. CO, H₂S, NH₃, CH₄, NO₂, H₂ ve C₃H₈ gibi zehirli, yanıcı ve patlayıcı gazların neden olduğu hava kirliliği, küresel ısınmaya, iklim değişikliklerine ve insan sağlığına zarar veren kritik faktörlerden biridir.

İnsan koku alma sistemi H₂S gibi kokulu gazları algılayabilmektedir. İnsan koku alma sistemine rağmen, CO ve H₂ gibi bazı gazlar renksiz olduğu kadar kokusuz ve tatsız olduğu için bazı tehlikeli gazların tespiti insanlar için imkansızdır. Ayrıca, bazı durumlarda mutlak gaz konsantrasyonları insan burnu tarafından algılanamayacak kadar düşüktür. Bu nedenle, belirli yanıcı, patlayıcı ve zehirli gazların erken tespiti ve/veya alarmı için bir cihazın geliştirilmesi ve üretilmesi son derece gereklidir. Bu amaçla, bu tür kirlilik gazlarının konsantrasyon izlemesi için farklı cihazlar icat edilmiş ve geliştirilmiştir (Mirzaei vd., 2016).

Sonuç olarak, gazların tespiti için ucuz ve güvenilir cihazların geliştirilmesi bilimde önemli bir hedef olarak kabul edilmektedir. Gaz sensörü türünden bağımsız olarak, güvenilir bir gaz sensörü için temel gereksinimler iyi seçiciliktir, yüksek hassasiyet ve hızlı yanıttır. Metal oksit gaz sensörleri, gaz algılama elemanı olarak toplu halde, kalın veya ince film formunda uygun bir malzeme kullanır. Bununla birlikte, son yıllarda, bir malzemenin gaz algılama özellikleri üzerinde daha iyi kontrol ve geniş yüzey/hacim oranı sağladığı için nanoyapılı ince filmler kullanılmaktadır (Gong ve Chen, 2005).

Metal oksit malzemelerin bilinen ve en önemli özelliği gaz algılama davranışdır. Metal oksitler, dış basınca ve foton enerjisine karşı duyarlılıklarının yanı sıra kimyasal ortamlara da oldukça duyarlıdır. Gaz sensörü açısından, Fe₂O₃ tabanlı sensörler, H₂ ve CO gibi çeşitli gazların tespiti için yaygın olarak uygulanabilir. Ferrik oksit (Ferric oxide), sıcaklığa bağlı yüzey morfolojisi ve foto katalitik aktivitesi nedeniyle sensörlerin en vaad verici yüksek algılama malzemeleri olarak kabul edilir (Chaudhari, 2008). Sensörler, dışarıdan gelen bir uyarıyı (ısı, ışık, nem, radyasyon, elektrik, basınç, kuvvet, hareket, ivme, yer değiştirme, ses, uzaklık, konum ve pH gibi fiziksel ya da kimyasal büyüklükleri) işlenebilen ve ölçülebilen elektrik sinyallerine dönüştürür. Gaz

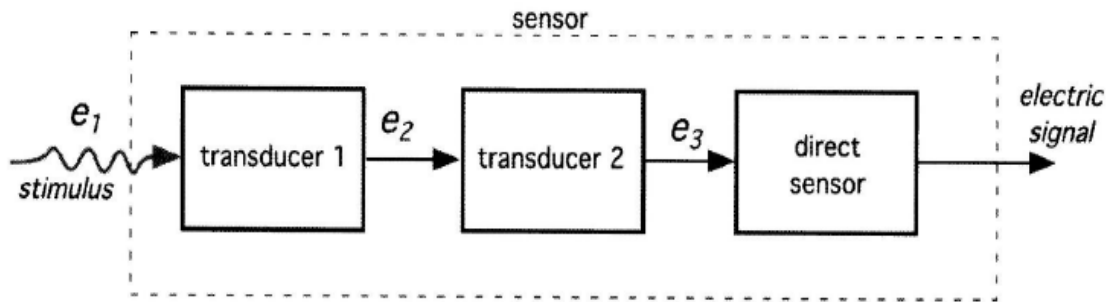
sensörü, gaz ortamında çalışan, ortamda bulunan gazların konsantrasyonunu ölçmeyi sağlayan aygıtlara denir. Şekil 3.1’de bir sensörün çalışma prensibini şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Sensörlerin çalışma prensibi

Sensörler sadece endüstriyel ortamlarda kullanılan cihazlar değil aynı zamanda günlük hayatımızda farklı ortamlarda her daim bizleri izleyen gözlerimiz gibidir. Sensörleri programlayarak görevlerini aksatmadan yapmaları sağlanabilir. Örneğin; ayarladığımız sıcaklığı algılayarak çalışan bir oda ısıtıcısı, bizi gördüklerinde otomatik olarak açılan bir kapılar, TV kumandası ve televizyon algılayıcısı sensörlerin en güzel örneklerdir.

Bütün sensörler temel olarak bir niceliği algılayıp, o niceliği sinyale çevirmek suretiyle cevap veren devrelerden ve cihazlardan oluşurlar. Bu bağlamda gaz sensörlerini de birer enerji dönüştürücü olarak görmek mümkündür. Çünkü ölçüm yapılan maddeden algılayıcılara yönelik bir enerji değişimi söz konusudur. Bu dönüştürme doğrudan olabilir veya dönüştürücüler gerektirebilir. Bu durum Şekil 3.2’de gösterilmektedir.



Şekil 3.2. Algılama sisteminde fiziksel bir sinyali elektrik sinyaline dönüştürme mekanizması

Sensörler lambalar, asansör düğmeleri gibi gündelik nesneler için kullanıldığı gibi, çoğu insanların farkında bile olmadığı birçok uygulamalarda da kullanılmaktadır. Sağlık, çevresel izleme, yerel emniyet, inceleme, asayiş, otomotiv, roket, robot, makine vb

uygulamaları, uzay aracı uygulamaları ve uçaklardaki hava şartları gibi bu uygulamalara örnek verilebilir.

Kullanımda olan bazı gaz sensörlerine ait görseller aşağıda Şekil 3.3'te gösterilmiştir.

Kimyasal Sensörler	Hedef Gazlar
MQ 2	Metan, LPG, Duman
MQ 3	Alkol, Etanol
MQ 4	Metan, CNG gazı
MQ 5	Doğal gaz, LPG
MQ 7	Karbonmonoksit
MQ 9	Yanıcı Gazlar
MQ 135	Benzen, Alkol, Duman
MQ 138	Benzen Toluen Aseton Propan Formaldehit gazı (Formaldehyde Gas)



Şekil 3.3. Kullanımda olan bazı gaz sensörleri

3.1.1. Gaz Sensörlerinin Karakteristikleri

Her sensörde çalışma prensibine, üretim ve çalışma koşullarına göre gerekli bir takım özellikler bulunmalıdır. Bunlardan en önemlileri şu şekilde sıralanabilir:

1. Parçacık boyutu (Particle size): Literatüre göre, partikül boyutundaki bir azalma, sensörlerin hassasiyetini önemli ölçüde artırabilir. Diğer bir deyişle nanomalzemelerin sensör hassasiyeti geleneksel sensörlere göre daha yüksektir. Sonuç olarak, boyutları küçültülmüş partiküller kullanılarak sensörlerin performansını artırmak için birçok araştırma yapılmıştır. Bu nedenle son yıllarda nanomalzemelere dayalı sensörler geliştirilmiştir.

2. Sensörün tepkisi (Response of sensor): Sensör denilince akla gelen ilk özellik sensörün tepkisidir. Sensörün tepkisi, gaza maruz kaldığında malzemenin direncindeki değişimle orantılıdır. Gazların varlığında tepki (S) genellikle aşağıdakileri içeren birkaç farklı biçimde tanımlanır;

$$S = \frac{R_a}{R_g} \text{ yada } S = \frac{R_g}{R_a} \quad (3.1)$$

burada R_a , hava ortamındaki sensör direnci, R_g ise hedef gaz ortamındaki sensör direncidir.

3. Tepki süresi (Response time): Tepki süresi diğer önemli sensör parametresidir. Bir otomotiv egzoz gazı sensörü, katalitik konvertörün düzgün çalışması için gereken hava-yakıt oranının geri besleme kontrolünü sağlamak için gaz bileşimindeki bir değişikliğe 10 ms mertebesinde yanıt vermelidir. Tepki süresi, bir sensörün hedef gaza maruz kaldığında toplam tepkinin %90 'ına ulaşması için gereken süre olarak tanımlanır.

4. Geri dönüş süresi (Recovery time): Hedef gazın çıkarılmasından sonra bir sensörün orijinal temel sinyalin %90'ına dönmesi için gereken süre olarak tanımlanır.

5. Kararlılık (Stability): Kararlılık başka bir önemli özelliktir. Güvenilir ve kararlı sensör okumaları olmadan sensör değersiz hale gelir. Bazı sensörler aşırı sıcaklıklar ve çevresel koşullar altında çalışmayı gerektirdiğinden stabilizasyon daha zor hale gelmektedir.

6. Çalışma sıcaklığı (Working temperature): Sensörün çalışma sıcaklığı, en uygun yanıtı elde etmek için sensör malzemesinin ısıtılması gereken sıcaklıktır. Genel olarak, iyi bir gaz sensörü, düşük çalışma sıcaklığı ile karakterize edilir.

7. Seçicilik (Selectivity): Diğer bir önemli algılama özelliği, ortam atmosferindeki çok sayıda gazın seçici olarak tespit edilmesinin veya sensörün tek bir analite olduğu kadar bir dizi analite de seçici olarak yanıt verme yeteneğidir.

8. Doğrusallık (Linearity): Deneysel veriler yardımıyla elde edilen kalibrasyon grafiğinin eğimi sabit olan ideal çizgiden sapmasının bir ölçüsüdür. (Kretschmar vd., 2005).

9. Ömür: Sensörün optimal olarak çalışabileceği süredir (Kretschmar vd., 2005).

10. Çözünürlük (Resolution): Yapılan ölçümlerde sensörün algılayabileceği en küçük değişim miktarını belirten karakteristik özelliktir. Yüzde olarak hesaplanır:

$$R_{max} (\%) = \frac{\Delta T_{min}}{T_{max} - T_{min}} \cdot 100 \quad (3.2)$$

11. Gürültü (Noise): Yapılan ölçümler sırasında çoğunlukla nedeni tam olarak belirlenemeyen rastgele değişimlerin sensör çıkışına yansımaya gürültü denir. Ölçüm sonuçlarındaki bu rastgele değişimler, sensörün algılama sürecinde, bilginin depolanmasında, iletilmesinde, işlenmesinde veya dönüştürülmesinde ortaya çıkabilir.

12. Tekrarlanabilirlik (Repeatability): Sensör, yapılan ölçüme etki eden şartlar aynı kalmak suretiyle tekrar tekrar gerçekleştirilen her bir ölçüm için aynı sonuçları buluyorsa bu sensör tekrarlanabilirlik özelliğine sahiptir. Bir sensörün tekrarlanabilirlik özelliğine sahip olabilmesi için öncelikle, ölçüm işlemi bittiğinde, ortam koşulları başlangıç şartlarına geri döndüğünde sensöründe başlangıç pozisyonuna geri dönebilmesi gerekmektedir. Genel olarak, iyi bir gaz sensörü, yüksek hassasiyet, yüksek seçicilik, yüksek yanıt, geri dönüş süresi ve düşük çalışma sıcaklığı ile karakterize edilir.

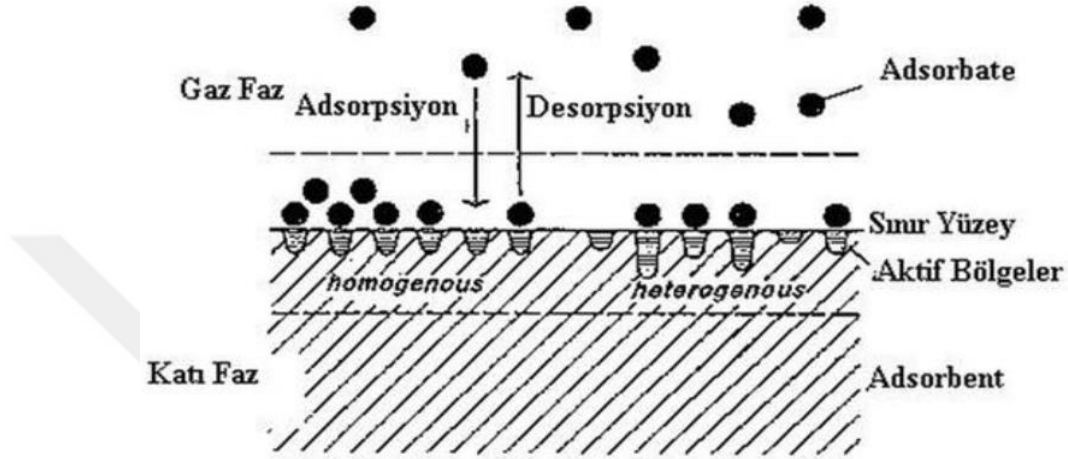
Sensörü karakterize etmek için bu özellikler kullanılmaktadır. İdeal bir sensör, yüksek hassasiyete, iyi seçiciliğe ve kararlılığa, geniş algılama aralığına, düşük algılama sınırına, yüksek doğrusalığa, düşük tepki ve geri dönüş sürelerine ve uzun bir çalışma süresine sahip olmalıdır.

3.1.2. Adsorpsiyon, desorpsiyon mekanizmaları

Adsorpsiyon, günümüzde birçok kimyasal, fiziksel ve biyolojik olayda önemli bir olgudur ve en basit tanımıyla “tutunma” olarak ifade edilebilir. Genel olarak gaz ya da sıvı çözeltilerde veya karışımda bulunan iyon, atom ya da moleküllerin aktif yüzeylere çekilerek tutunmalarına ve birikim yapmalarına karşılık gelen terimdir.

Bu tutunma işlemi sırasında, bir malzeme, oluşan çekim kuvveti ile başka bir malzemenin temas ettiği yüzeyinde birikir yani konsantrasyonu artar (Beyhan, 2003). Tutunma olayı, katı ile gaz arasında veya katı ile sıvı arasındaki temas hallerinde olabilir. Katı yüzey üzerinde biriken sıvı veya gaz moleküllerinin oluşturduğu yapıya adsorbate yada adsorbat yani tutulan, katı yüzeye ise adsorbent ya da adsorban yani

tutucu denir (Tong vd., 2002). Adsorpsiyon yani tutunma olayının tersi de mümkündür. Yüzeyde tutunan parçacıkların yüzeyden kopmasına da desorpsiyon yani bırakma denir. Adsorpsiyon ve desorpsiyon olaylarının ikisine birden genel olarak sorpsiyon mekanizmaları denilmektedir. Bu terimleri görsel olarak Şekil 3.4'te şematik olarak verilmiştir.



Şekil 3.4. Katı yüzey üzerine, gaz moleküllerinin adsorpsiyonu ve desorpsiyonunun şematik olarak gösterimi

Adsorpsiyon olayı, tutucu yüzey üzerinde aktif merkezler üzerinde gerçekleşir ve bu merkezlerde yer alan atomlar arasındaki bağ kuvvetlerinin tamamen doyurulması sonucu oluşur. Eğer tutucu üzerine tutunan bir madde, kendisine oranla daha şiddetli tutunma yani adsorplanma isteği olan bir madde tutucu yüzeyine temas ederse, adsorplanma isteği yüksek olanla yer değişimi söz konusu olur.

3.2. Farklı Gaz Sensör Teknolojileri

Birçok endüstriyel kompleks ve tesisin çeşitli toksik gazların aşırı kullanımı ve üretimi, geniş bir çevrede insanlarda ölümcül hasara neden olabilecek sızıntı veya patlama kazaları olasılığını artırmıştır. Ölümcül zehirli gazlara maruz kalmayı önlemek için gaz sensörleri kullanılarak zehirli gaz sızıntısının gerçek zamanlı olarak izlenmesi çok önemlidir (Lee ve Lim, 2015).

Metal oksit yarı iletken (MOS) sensörler kızılötesi, elektrokimyasal, kalorimetrik, pelistör gibi sensörler arasında en yaygın kullanılan gaz sensörü türüdür. MOS gaz sensörlerinin yavaş tepkileri, güç tüketimlerinin fazla olması ve yüksek hassasiyetleri gibi

dezavantajları olmasına rağmen düşük maliyeti nedeniyle arařtırmalarda en çok tercih edilen gaz sensörlerinden biridir.

Bu bölümde, farklı sensör tipleri ve çalışma prensipleri hakkındaki incelemelere değinilecektir.

3.2.1. Katalitik Sensörler

Katalitik sensörler, yanıcı gazların tespiti için neredeyse bir asırdır kullanılmaktadır. İlk katalitik yanma tipi sensör 1923 'te Jonson tarafından keřfedildi ve madenlerde metan tespiti için kullanıldı. Çoğu metal oksit ve bileřikleri katalitik özelliğe sahiptir. Yanıcı gaz karışımları, belirli bir tutuşma sıcaklığına ulaşana kadar yanmazlar, ancak belirli bir kimyasal işlemin varlığında gaz, daha düşük sıcaklıklarda bile tutuşmaya başlayacaktır. Bu süreç katalitik yanma olarak bilinir. Katalitik prensip temelinde yapılan bir gaz sensörüne katalitik gaz sensörü denir.

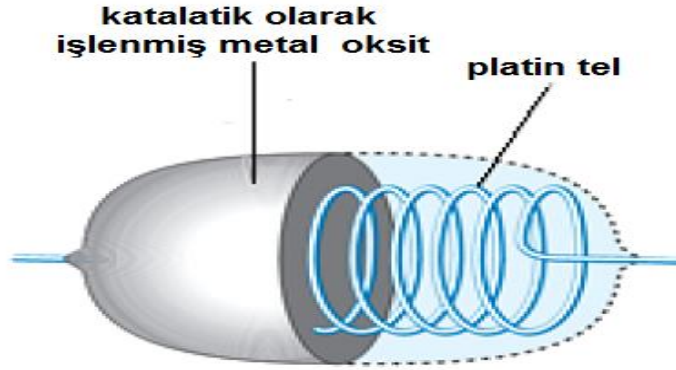
Katalitik gaz sensörünün çıktısını ölçmek için bir Wheatstone köprüsü kullanılır. Katalitik gaz sensörü pelistör (pellistor) tipi ve termoelektrik (thermoelectric) tipi olmak üzere ikiye ayrılır. En eski katalitik gaz sensörü, Şekil 3.5'te gösterildiği gibi basit sarmal şekilli bir platin teldir. Bu, bir gaz sensörü için verimli bir ısıtma ve güçlü bir sinyal üretmek için kullanılmaktadır. Ancak platinin mükemmel özelliklerine rağmen, hidrokarbon gazlarının yanması için zayıf katalizördür.



Şekil 3.5. Sıcak Tel Sensörü

Hidrokarbonların tespiti için gereken sıcaklık 900 °C ile 1000 °C arasındadır ancak bu sıcaklıkta platin buharlaşmaya başlar ve bu nedenle platin telin direnci artar (Awang, 2014). Platin tel ile ilgili diğer bir problem ise 1000 °C sıcaklıkta platinin yumuşamasıdır. Bu sorunun çözümü, platini diğer metal oksitlerle kaplamak ve son olarak sensörü platin (platinum), paladyum (palladium) veya toria bileřikleri (thoria

compounds) gibi bir katalizörle işlem den geçirmektedir. Şekil 3.6 'da, metal oksit kaplamalı bir katalitik boncuk sensörü gösterilmektedir. Kaplama, sensörü daha sağlam, daha kararlı, şok ve titreşimlere karşı dirençli hale getirir (Awang, 2014).



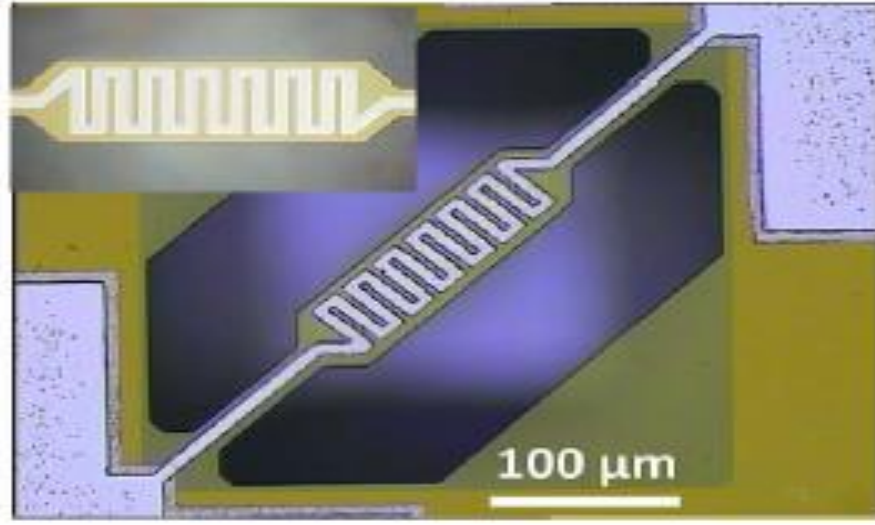
Şekil 3.6. Katalitik boncuk Sensörü

Son zamanlarda, gaz sensörlerinde yüksek güç tüketimi nedeniyle platin bobin yerine mikro ocaklar (microhotplates) yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu tip sensörler genellikle, katalizörü herhangi bir yanıcı gaz molekülünün tutuşabileceği çok yüksek bir sıcaklığa kadar ısıtan Pt dirençli bir sıcak plaka üzerinde kaplanmış bir katalitik yüzey içerir. Platin direncindeki sıcaklık artışından kaynaklanan direnç değişimi izlenerek gaz konsantrasyonları tespit edilebilir (Awang, 2014)..

Bu tasarım yakın zamanda Lei Xu ve diğerleri tarafından katalitik gaz sensörleri için iki ışınlı bir mikroplaka tasarlanıp ürettikler ile geliştirilmiştir. İki ışınlı mikroplaka (the two-beam microplate), Şekil 3.7 'de gösterildiği gibi MEMS teknolojisi kullanılarak tasarlanmıştır. Tasarımları, diğer mikro ocaklar (microhotplates) ile karşılaştırıldığında aktif alan başına %30 güç ile düşük güç tüketimi göstermiştir.

Katalitik sensörün birçok avantajı vardır. Bunlardan bazıları aşağıda verilmiştir (Karthikeyan vd.; 2015).

- Çalıştırması basit.
- Kurulumu, kalibrasyonu ve kullanımı kolaydır.
- Düşük değiştirme maliyetiyle uzun ömür.
- Olağanüstü güvenilirlik ve öngörülebilirlik ile kanıtlanmış teknoloji.



Şekil 3.7. Mikro ocak sensörü (Microhotplate sensor)

- Kızılötesi absorpsiyon kullanılarak tespit edilemeyen hidrojen gibi gazlara ayrı ayrı kolayca kalibre edilir.
- Yüksek sıcaklık uygulamalarında daha güvenilir performans gösterebilir.
- Neme ve yoğuşmaya karşı daha az hassastır.
- Basıncıdaki değişikliklerden önemli ölçüde etkilenmez.
- Çoğu yanıcı hidrokarbonu tespit edebilir.

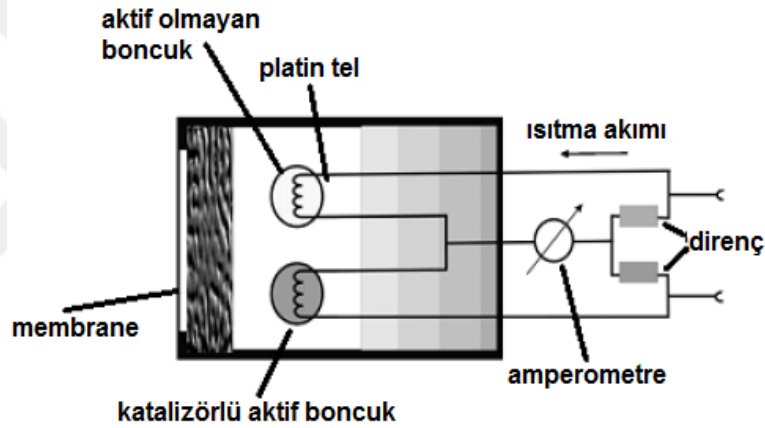
Katalitik algılama teknolojisinde birçok sınırlayıcı faktör vardır:

- Katalizörler kontaminasyon (Klorlu ve Silikonlu bileşikler, H_2S 'ye ve diğer kükürt veya erozyon bileşiklere uzun süre maruz kalma) nedeniyle zehirlenebilir veya etkisiz hale gelebilir.
- Tespit için oksijen gerektirir.
- Yüksek konsantrasyonlarda yanıcı gaza uzun süre maruz kalmak sensör performansını bozabilir.
- Çok yüksek gaz konsantrasyonu ile daldırılırsa, düşük tepki gösterebilir veya hiç tepki göstermeyebilir ve sensör hasar görebilir veya çalışmaz hale gelebilir.

3.2.2. Pellistör Tipi Katalitik Gaz Sensörü

Şekil 3.8 'de gösterilen bir Pellistör tipi katalitik gaz sensörü, iki işlevi olan iki platin bobinden oluşur. Bunlar hem ısıtıcı hem de direnç termometresi görevi görürler. Ayrıca aktif ve aktif olmayan boncuklar bulunmaktadır. Aktif boncuk, platin veya paladyum gibi bir metalden yapılan katalizör ile aktive edilir. Aktif olmayan boncukta katalizör yoktur, ancak genellikle dengeleyici elementler olarak işlev görür (Awang, 2014).

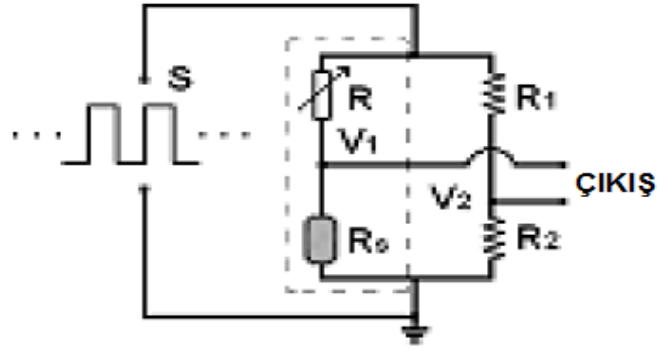
Devreyi, güç sağlamak için kullanılan voltaj kaynağı bobinleri ısıtır. Böylece boncuklar hedef gaza bağlı olarak 300 °C ile 500 °C aralığında yüksek bir sıcaklığa yükseltilir. Bu, gazın tutuşmasına neden olur ve dedektör bobininin sıcaklığını yükseltir.



Şekil 3.8. Pellistör tipi gaz sensörü

Sıcaklıktaki bu artış, bobin direncini artırır ve sensör sinyalini oluşturan Wheatstone köprüsünün voltajında bir dengesizliğe neden olur. Sensörün çıkışı, Şekil 3.9 'da gösterilen Wheatstone köprü devresinden alınır. Son araştırmalarda, darbe voltajı (pulse voltage) modunda çalışan bir Pd-Pt katalizörü olan bir katalitik yanma tipi metan algılama sensörü geliştirilmiştir. Sensör, bir silikon substrat üzerinde mikro işleme ve sol-jel işlemi ile üretilmiştir.

Gaz sensörünün çıkışı, dirençli bir algılama elemanı, bir Pd-Pt/ γ -Al₂O₃ katmanına sahip mikro ocak plakası, bir değişken direnç R ve iki sabit direnç R1 ve R2'den oluşan şekilde gösterilen bir köprü devresi ile ölçülür. Test sonuçları, 1,3 V sabit voltaj altında 2 mV / %CH₄ ile karşılaştırıldığında darbe voltajı modunda artan hassasiyet göstermiştir. Test sonuçları ayrıca metan tespitine karşı yüksek hassasiyet göstermektedir (Awang, 2014).



Şekil 3.9. Metan gazı tespiti için Wheatstone köprüsü kurulumu

Pelistör teknolojisi, entegrasyon, minyatürleştirme ve azaltılmış güç tüketimi avantajı nedeniyle üretimleri için mikro elektrokimyasal sistemler (MEMS) teknolojisi kullanılarak önemli bir gelişmeye tanık olmuştur.

3.2.3. Termoelektrik Gaz Sensörü

En eski termoelektrik gaz sensörü hidrojen gazı gibi yanıcı gazların tespiti için 1985 yılında McAleer tarafından geliştirilmiştir. Termoelektrik gaz sensörleri Seebeck etkisi prensibine göre çalışmaktadır. Seebeck etkisi, iletken veya yarıiletken bir malzemenin iki noktası arasındaki sıcaklık farkının bu noktalar arasında voltaj farkına yol açması sonucu oluşmaktadır. Termoelektrik sensörler, mikro işleme teknikleri kullanılarak üretilmiştir (Awang, 2014).

Hidrojen ve atomik oksijenin tespiti için bir mikroelettrik gaz sensörü, sensör üretimi için yüzey mikro işleme tekniği kullanılarak rapor edilmiştir. Sensör, Cu-Bi termopilleri kullanarak yeni bir metal katalizör arasındaki katalitik reaksiyonun reaksiyon ısını ölçerek gazları algılar. Son zamanlarda rapor edilen hidrojen termoelektrik sensörler, kalay oksit ince filmlerin kullanımıyla uçucu organik bileşiklerin tespiti için kullanılmıştır. Termoelektrik gaz sensörlerini kullanarak gaz algılama prensibi genellikle gaz absorpsiyonuna dayanır. Uçucu organik bileşiklerin tespiti için bir termoelektrik gaz sensörü, tasarlanmış ve geliştirilmiştir (Awang, 2014). Burada sensör ve kalay oksit filmlerinin Seebeck katsayısını arttırmak için cam alt tabaka üzerine krom metal filmler biriktirilmiştir. Sensör, yaklaşık 80 °C ila 160 °C sıcaklık aralığında etanol, izopropil alkol ve heksan (ethanol, isopropyl alcohol and hexane) gibi uçucu organik bileşiklere karşı tepkisi test edilmiştir. Metal filmli ve filmsiz geliştirilen

sensörler, aseton gazına tepkileri test edilmiştir. Krom metalli sensörler, 28 ppm kadar düşük asetona karşı iyi hassasiyet göstermiş ve aseton gazına karşı seçici olduğu bulunmuştur.

3.2.4. Termal İletkenlik Gaz Sensörü

Gaz analizi için termal iletkenlik ölçümleri uzun yıllardır kullanılmaktadır. Genellikle hidrojen ve metan gibi havadan daha yüksek ısı iletkenliğe sahip gazların tespiti için kullanılırken, amonyak ve karbon monoksit gibi havaya yakın iletkenliğe sahip gazlar tespit edilememektedir.

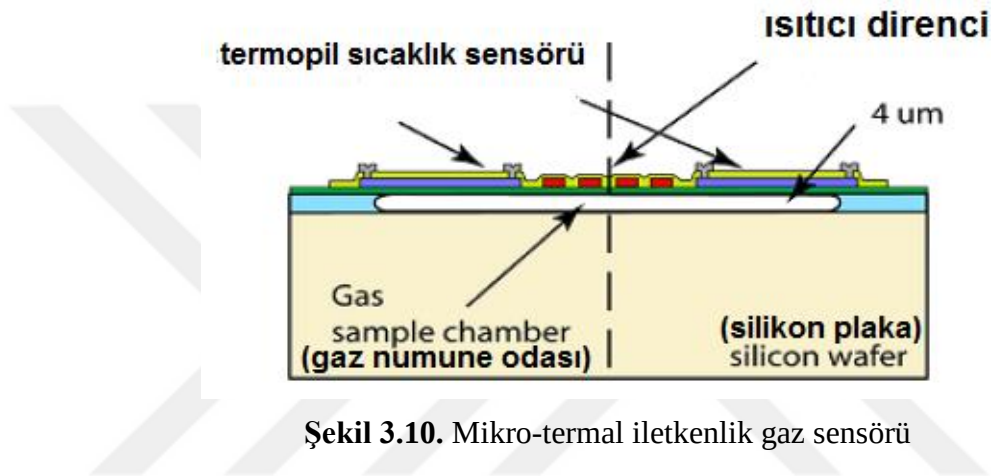
Çalışma prensipleri, termal iletkenlik yoluyla daha sıcak bir gövdeden soğuk elemente ölçülen ısı kaybına dayanır. Birinci tip termal iletkenlik gaz sensörü pellistor benzeri (pellistorlike) sensör olarak adlandırılır ve implante edilmiş bir termorezistöre sahip iki inert (inactive) direnç boncuktan oluşur. Algılama direnci genellikle bir referans gazı içeren bir gaz odası içinde bulunur. Katalitik gaz sensörüne benzer şekilde, iki boncuğun bağlandığı bir Wheatstone köprü (Wheatstone bridge) devresi de kullanılır (Awang, 2014). Algılama mekanizmasının arkasındaki prensip, direnç hedef gaz karışımına maruz kaldığında, hedef gazın referans gaza göre termal iletkenliğine bağlı olarak daha yüksek veya daha düşük olan ısı kaybıdır. Ancak bu, boncuk sıcaklığında bir artışa veya azalmaya ve ayrıca Wheatstone köprüsünde bir dengesizlik olarak ölçülen direncinde bir değişikliğe yol açar.

İkinci tip sensör, referans hücre kullanımını gerektirmez. Bilinen ve sabit bir sıcaklık farkı olan bir sıcak ve soğuk elementten oluşur. İncelenen gazın termal iletkenliği sayesinde ısı, sıcak elementten soğuk elemente aktarılır. Hidrojen ve metan içindeki karbon monoksit içeriğinin belirlenmesi için bir SiC mikropalakasının (microplate) geçici tepkisine dayanan dinamik bir termal iletkenlik sensörü geliştirilmiştir. Isolde Simon ve Micheal Arndt ise basit bir mikro işlenmiş termal iletkenlik sensörü tasarlamıştır (Awang, 2014).

Gerçekleştirilen deneyler, model tarafından tahmin edilenden iyi sensör performansı göstermiştir. Sensör çipleri, otomotiv uygulamaları için bir hidrojen dedektörü oluşturmada kullanılmıştır. Son zamanlarda, minyatürleştirme ve azaltılmış güç tüketimi nedeniyle hidrojen gazı tespiti için mikro işleme kullanılmaktadır. Hidrojen

tespiti için yüksek hassasiyetli termal sensörlerin üretimi için MEMS teknolojisini kullanan bir termal iletkenlik gazı geliştirilmiştir. Analiz, yüzey mikroişlemeli cihazların performansının toplu mikroişlemeli cihazlardan daha iyi olabileceğini göstermiştir. Havadaki hidrojen duyarlılığı, 1 mW ısıtıcı yayılımında % H₂ başına 60 μ V olarak bulunmuştur (Awang, 2014).

Şekil 3.10 'da, bir silikon gofret üzerinde imal edilen mikro TCD'nin bir enine kesitini göstermektedir.



3.2.5. Elektrokimyasal Gaz Sensörleri

İlk elektrokimyasal hücreler 1885 'te Kohlraush ve 1900'lerin başında Haber tarafından rapor edilmiştir. O zamandan beri birçok araştırmacı, farklı gazların tespiti için elektrokimyasal gaz sensörleri üzerinde çalışmalar yapmıştır (Awang, 2014).

Bu tip sensörler, gazların gözenekli bir zardan elektrotta indirgendiği veya oksitlendiği bir elektrotta yayılmasına izin verir. Elektrokimyasal sensörler, hedef gazla reaksiyona girerek ve gaz konsantrasyonuyla orantılı bir elektrik sinyali üreterek çalışır. Tipik bir elektrokimyasal gaz sensörü, ince bir elektrolit tabakası ile ayrılan bir algılama elektrotu veya çalışma elektrotu ve bir karşı elektrottan oluşur. Gaz sensörle temas etmeden önce ince bir kapiler (thin capillary-type) tip açıklıktan geçer ve daha sonra elektrot yüzeyine ulaşmadan önce hidrofobik (hydrophobic) bir bariyerden yayılır. Bu zarın işlevi, sıvı elektrolitin dışarı sızmasını önlemek ve algılama elektrotunda yeterli elektrik sinyali üretmektir. Hedef gazla elektrokimyasal reaksiyon, algılama ve karşı elektrotlar arasında bir akım oluşturur (Awang, 2014).

3.2.6. Optik Gaz Sensörleri

Bu tip sensörler, tanımlanmış optik dalga boylarında bir gaz türünün optik absorpsiyon/emisyon saçılımını kullanır. Bir optik gaz sensörü, bir ışık yayan eleman, bir ışık algılayıcı eleman, bir gaz algılama elemanı, ışığa tepki veren gaz algılama elemanı ve floresan veya fosforesansı almak için bir filtreden oluşur.

Çoğu optik sensör, genellikle bir optik fiberin uzunluğu boyunca kaplanmış ince paladyum veya kemokromik oksit filmlerine dayanır. Optik sensörler, hidrojen gibi yanıcı gazların tespitinde uzun yıllardır kullanılmaktadır. İlk optik hidrojen gazı sensörü, palladyum ve titanyum kaplamalı bir optik fiberden oluşan 1984 yılında Butler tarafından rapor edilmiştir (Awang, 2014).

Sensör 500 °C 'de platinik asit kullanmaktadır ve hidrojen gazı algılamasına iyi yanıt vererek oda sıcaklığında bile gazı algılayabilmektedir. M. Girschikofsky ve diğerleri benzen, toluen ve ksilen gibi maddeleri tespit edebilen bir optik düzlemsel Bragg ızgaralı sensör tespit etmişlerdir. Elde edilen sonuçlar bu gazlara karşı iyi bir hassasiyet göstermiştir.

3.2.7. Kızılötesi Gaz Sensörü

Kızılötesi sensörler, elektromanyetik radyasyon enerjisini elektrik sinyallerine dönüştüren bir dedektörden oluşur. Dedektörler farklı tiplerdedir: Termoelektrik (Thermoelectric), Termistör Bolometre (Thermistor Bolometer), Pyroelectric dedektör ve Foton dedektörlerdir (Photon detector). Aynı zamanda, normal bir akkor ışık olabilen bir kızılötesi kaynaktan veya CO₂, CO ve diğer hidrokarbonların tespiti için kullanılabilen ısıtılmış bir tel filamentten oluşur. Diğer bir bileşen, dağıtıcı ve dağıtıcı olmayan şeklinde iki tipte optik fiberdir. Dağıtıcı olmayan tipler ayrık optik bant geçiren filtreler kullanır ve çoğunlukla gaz sensörü uygulamaları için kullanılırken, dağıtıcı tipler ızgara veya prizma (grating or prism) gibi bir optik cihaz kullanır (Awang, 2014).

Kızılötesi gaz sensörleri metan, etan, propan, bütan, benzen toluen, ksilen (xylene) ve metanol, etanol gibi diğer alkoller gibi farklı gazları algılamak için kullanılır. Metan ölçümü için LED kullanan bir kızılötesi gaz sensörü geliştirmişlerdir. Gaz örneklerinin %0-97 arasında absorpsiyonu başarıyla ölçülmüştür. Düşük güç tüketimine sahip

kablosuz sensör ağıları için CO₂ gaz konsantrasyonunun ölçümü için bir Dağıtıcı Olmayan Kızılötesi (NDIR) gaz sensörü geliştirilmiştir (Awang, 2014).

IR gaz dedektörlerinin başlıca avantajları (Karthikeyan vd.; 2015):

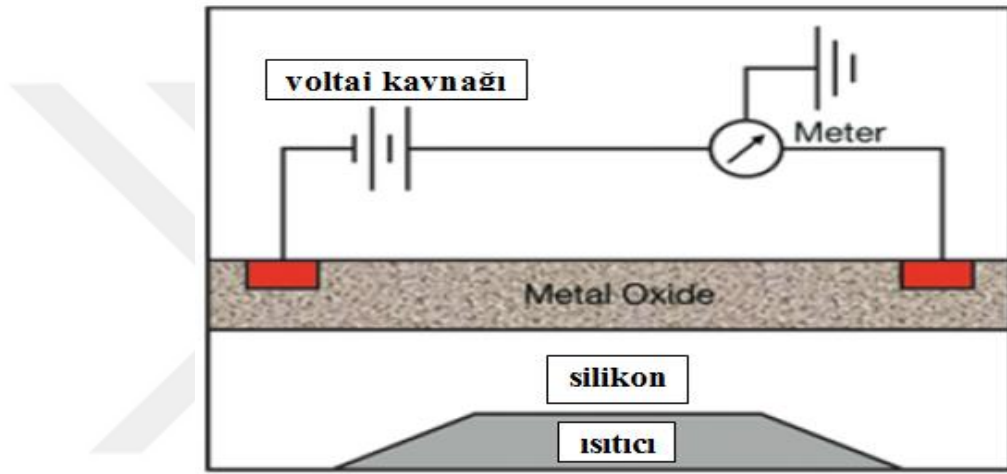
- Kontaminasyon ve zehirlenmeye karşı bağışıklık.
- Sarf malzemeleri (kaynak ve dedektör) katalitik sensörlerden daha uzun ömürlü olma eğilimindedir.
- Katalitik dedektörden daha az sıklıkla kalibre edilebilir.
- Oksijensiz ortamda çalışabilme.
- Sürekli gaz varlığında çalışabilme.
- Değişken akış koşullarında daha güvenilir performans gösterebilir.
- Gazla dolduğunda bile yüksek okuma göstermeye devam edecek ve sensör zarar görmeyecektir.
- %100 LEL'in üzerindeki seviyelerde tespit edebilir. (Lower Explosive Limit: LEL).

3.2.8. Yarıiletken Gaz Sensörleri

Yarıiletkenleri gaza duyarlı cihazlar olarak kullanma fikri ilk kez, 1953 yılında Brattain ve Bardeen tarafından ortaya çıkarılmıştır. Daha sonra metal oksitlerin gaz algılama etkileri bulunmuştur. 1968 'de Taguchi Figaro, metal oksit malzemeleri gaz algılama elemanları olarak tanımlayarak bu alanda devrim yaratmıştır. Taguchi sonunda metal oksitlere dayalı yarıiletken sensörleri Taguchi tipi sensörler olarak adlandırılan endüstriyel bir ürüne getirmiştir. Yarıiletken gaz sensörleri, cihazın elektrik direncini ölçerek hedef gazın gaz konsantrasyonunu ölçmek için kullanılan ısıtılmış metal oksitlerden oluşan cihazlardır.

Oksit materyalin yüzeyindeki gaz adsorpsiyonu, oksit materyalin elektrik direncinde bir değişiklikle sonuçlanır. Şekil 3.11'de gösterildiği gibi ölçüm cihazı, tipik bir yarı iletken gaz sensörüdür. Tabandaki ısıtıcı, reaksiyon hızını hızlandırmak için sensör yaklaşık 200 - 250 °C' lik sabit bir sıcaklığa ısıtmak için kullanılır. Bir n-tipi yarıiletken, enjekte

edilen elektronların bir sonucu olarak yüksek iletkenlik değişikliği nedeniyle indirgeyici gazları algılamak için uygundur. Benzer şekilde, oksitleyici gazların tespiti için p tipi bir yarıiletken uygundur. Genellikle n-tipi için kullanılan oksitler temel oksitlerdir (SnO_2 , ZnO , In_2O_3 veya WO_3). Hidrojen, oksijen, alkol ve karbon monoksit gibi zararlı gazları tespit etmek için yaygın olarak kullanılırlar. Metal oksit yarıiletken kullanan gaz sensörleri ilk olarak Seiyama ve Taguchi tarafından önerilmiştir. Yanıcı gazlar metal oksitlerle temas ettiğinde katı içinde yeni bir elektron seviyesi oluştururlar. Böylece gaz algılama elemanlarının elektrik direncinde bir değişikliğe neden olurlar (Awang, 2014).



Şekil 3.11. Tipik bir yarıiletken gaz sensörü

3.2.9. Metal Oksit Tabanlı Gaz Sensörü

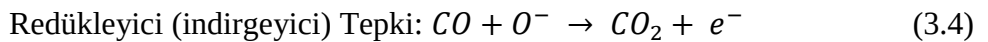
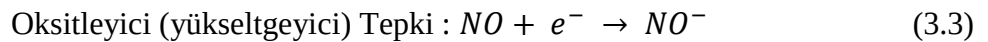
Metal oksitler, her tür gaz sensöründe kullanılabildikleri için gaz sensörlerinde en yaygın uygulanan malzemelerden biridir. Örneğin, iletkenlik ölçüm sensörlerinde yarı iletken metal oksitler, oksitleyici veya indirgeyici gazlara maruz kaldıklarında elektriksel dirençlerini değiştirdikleri için tipik olarak gaz algılama malzemeleri olarak kullanılırlar. Metal oksitlerin farklı elektrofiziksel, optik ve kimyasal özellikleri, yüksek termal ve zamansal kararlılıkları ve zorlu ortamlarda çalışabilmeleri gibi ayırt edici özellikleri metal oksitleri kimyasal sensörlerin kullanımında çok uygun malzemeler haline getirmiştir.

Metal oksit malzemelerin bilinen ve en önemli özelliği gaz algılama davranışdır. Metal oksitler, dış basınç ve foton enerjisine karşı duyarlılıklarının yanı sıra kimyasal ortamlara da oldukça duyarlıdır. Metal oksitler, zorlu ortamlarda çalışabilme yeteneğine sahiptirler ve diğer kimyasal sensörlere kıyasla hassasiyet, güvenilirlik ve

dayanıklılıkta avantajlar göstermektedirler. Gaz ortamına maruz kalan sensörler, yapısındaki algılayıcı yüzeyin optik veya elektriksel özelliklerindeki değişiklikleri algılayarak gaz konsantrasyonundaki değişiklikleri algılar. Metal oksit sensörlerdeki gaz algılama işlemi, içinde bulundukları gaz ortamı ile yüzey adsorpsiyonu ve ardından kimyasal reaksiyon ile açıklanabilir.

Yüzey adsorpsiyonu ve kimyasal reaksiyon sonucunda metal oksit yüzeyinde meydana gelen elektron transferi ile gazın komplekslere veya yüklü iyonlara ayrılmasına sebep olur. Metal oksitlerin elektriksel özellikleri esas olarak oksit yüzeyinin özelliğine kimyasal bileşimine ve iş fonksiyonuna bağlıdır. Metal oksit gaz sensörünün performansını belirleyen temel özellikler, hedef gazın elektron alıcı/verici özellikleri algılayıcı yüzeyin doğası, yüzey reaksiyonları, adsorpsiyon katsayıları ve müteakip gaz desorpsiyonu gibi faktörlerdir. Numune ve gazlar arasındaki etkileşimler temel olarak numunenin yüzeyinde gerçekleşir. Bu nedenle arayüz atomlarının ve tane sınırlarının miktarı metal oksit sensörlerin performansını kontrol etmek için kritik öneme sahiptir (Satyanarayana vd., 2003).

Metal oksit gaz sensörlerinin algılama mekanizması, yüzeylerinde türlerin iyon şeklinde adsorpsiyonu ile alakalıdır. Oksijen ve su ortam atmosferinde faal olan türlerdir. Metal oksit yüzeyindeki elektriksel ve kimyasal olarak aktif oksijen boşlukları tarafından algılama mekanizması kontrol edilir. Bu durumda, iki tür sensör tepkisi görülmüştür. Birincisi, boşluk bölgelerinde yük kabul eden O_2 ve NO_2 gibi moleküllerin adsorpsiyonu ile elektronların iletim bandından transfer edilir. Bu işlemle iletim bandında elektron sayısı azalarak iletkenliğin azalmasına neden olur. İkincisi ise, oksijence zengin bir ortamda, algılayıcı yüzeyde adsorbe olmuş oksijen ile CO ve H_2 gibi gaz molekülleri arasında reaksiyon gerçekleşir. Böylece iletim bandından transfer edilen elektronların yeniden iletim bandına salınması ile iletim bandındaki elektron sayısının artmasına ve iletkenlikte bir artışa yol açar (Lu vd., 2006). İletim bandında bir artış ve azalış olarak kendini gösteren oksitleyici ve redükleyici olarak redox algılama tepkisi sınıflandırılırsa, algılama tepkileri aşağıdaki örneklerle temsil edilebilir:



Yüksek sıcaklık aralığında metal oksit sensörler çalıştırıldığında, yüzey reaksiyonları ile uyarılan yük transfer işlemi elektriksel direnç değişimine neden olur. Sensörün algılama mekanizması, O^- , O^{2-} , OH^- ve H^+ gibi aktif kimyasallar ile hedef gaz molekülleri arasındaki etkileşim sürecine bağlıdır. Metal oksitlerin tane boyutu, oksit partiküllerinin gözenek boyutu, yüzey alanı, hacim oranı, film kalınlığı gibi mikroyapısal etkiler algılama mekanizmasını etkilemektedir. Son yıllaraki araştırmalar, tane sınırlarındaki reaksiyonlar ve tanelerdeki yüklerin tamamen tükenmesi malzemelerin iletim özelliklerini güçlü bir şekilde değiştirdiğinden dolayı nanoyapılı oksitlere yoğunlaşmıştır.

3.2.10. Akustik Dalga Gaz Sensörleri

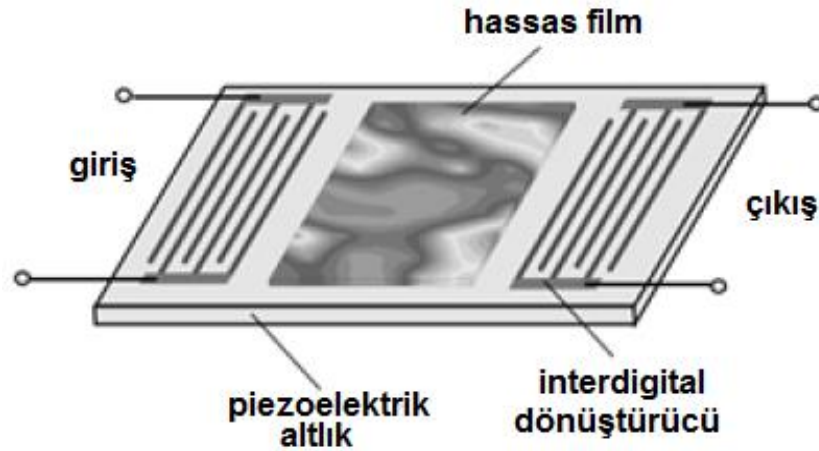
Akustik dalga sensörleri, algılama mekanizmaları mekanik veya akustik bir dalga olduğu için bu şekilde adlandırılmıştır. Akustik dalga malzemenin yüzeyinden yayılırken, yayılma yolunun özelliklerindeki herhangi bir değişiklik dalganın hızını ve/veya genliğini etkiler. Hızdaki değişiklikler, sensörün frekans veya faz karakteristikleri ölçülerek izlenebilir ve daha sonra, ölçülen ilgili fiziksel nicelik ile ilişkilendirilebilir.

Bir akustik dalga sensörü, bir analite duyarlı bir eleman olan bir alıcı ve bir dönüştürücü, yani yanıtı bir elektrik sinyaline dönüştüren bir eleman içerir. İlk akustik gaz sensörü 1964 'te King tarafından keşfedildi ve toplu akustik dalgaların (BAW) (bulk acoustic waves) ölçümüne dayanır. Dalga yayılımının türüne göre farklı akustik dalga sensörleri vardır. Akustik dalga sensörleri, sıcaklık, basınç, kütle, kimyasal vb gibi çeşitli uygulamalara sahiptir. Herhangi bir sensörün performans özelliği, hassasiyet, tepki süresi, seçicilik, küçük boyut ve düşük güç tüketimi gibi bazı faktörler tarafından belirlenir. Yüzey akustik dalga teknolojisi, çeşitli teknolojik uygulamalarda SAW cihazının kullanımını ifade eder. Yüzey akustik dalgaları ilk olarak 1885 yılında Lord Rayleigh tarafından keşfedilmiştir. SAW sensörleri Rayleigh dalgalarına dayalı olarak geliştirilmiştir. Gaz algılama uygulamaları için piezoelektrik substrat seçimi SAW dalgasının tipini belirler.

Rayleigh dalgaları, ince bir yüzey tabakasında yayılır ve bir dalga boyu mertebesinde bir mesafede alt tabakaya nüfuz edebilir. Dalganın yayılma hızı, alt tabaka malzemesine, alt tabakanın kristal kesimine ve çalışma frekansına bağlıdır. Yüzey

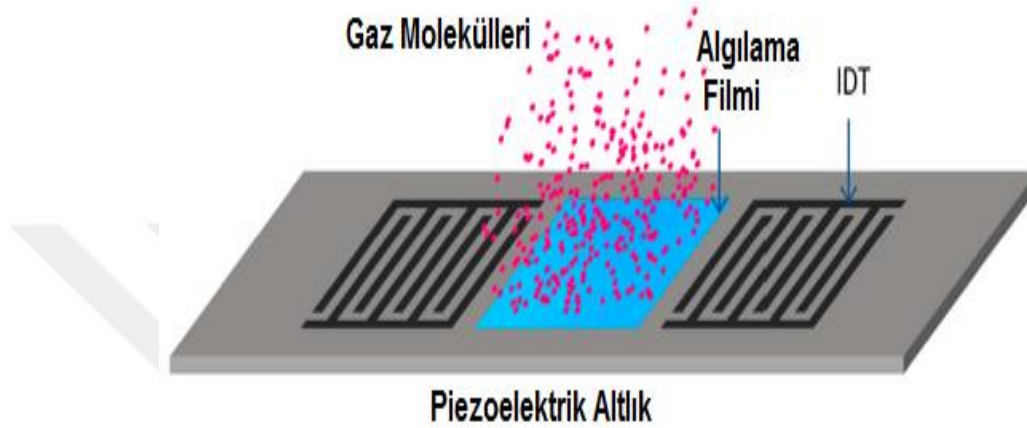
Akustik Dalga Gaz Sensörleri, kimyasal, optik, termal, basınç, ivme, tork ve biyolojik dahil olmak üzere çeşitli uygulamalarda kullanılmıştır. SAW teknolojisini kullanmanın başlıca avantajları, yüksek hassasiyet, düşük güç tüketimi, kablosuz, hareketli veya dönen parçalara ve tehlikeli ortamlara yerleştirilebilir. Yüzey akustik dalga teknolojisinin bir başka avantajı da gaz algılamanın kablosuz olarak yapılabilmesidir. Bu da gaz sensörünün gerçek çevrimiçi izlenmesini mümkün kılar ve kablo kullanımını ortadan kaldırır. Bu özelliği onu gaz algılama için çekici bir aday yapar ve diğer gaz algılama tekniklerinden üstün kılar. SAW cihazı, üretim süreci diğer mikro elektronik cihazlara benzer olduğu için teknolojik olarak da uyumludur.

Çalışma prensibine gelince; yüzey akustik dalga sensörleri, sensörün bir giriş elektrik sinyalini mekanik bir dalgaya dönüştürür ve tekrar elektrik sinyaline dönüştürdüğü transdüksiyon ilkesine dayalı olarak çalışır. Bu, inter sayısal dönüştürücü aracılığıyla mümkün kılınır. Piezoelektrik etkiyi kullanan IDTs olarak bilinir. IDTs, alüminyum, altın veya platinden yapılmış elektrotlardan yapılmıştır. Bu nedenle tipik bir SAW, aralarında gecikme hattı (a delay-line) adı verilen boşluklara sahip bir giriş ve çıkış dönüştürücüsünden oluşur. SAW 'da gaz algılama ilkesi, Şekil 3.12'de ve Şekil 3.13'te gösterildiği gibi ilgili gaz veya gazları seçici olarak emilir, gecikme hattı boyunca ince bir polimer gibi bir algılama malzemesinin uygulanmasıyla gerçekleştirilir (Devkota vd., 2017). Rayleigh dalga sensörlerinin çalışma frekansı genellikle 40-600 MHz arasındadır.



Şekil 3.12. Gaz algılama prensibini gösteren bir SAW cihazı

Genel olarak SAW sensörleri COx, H₂, H₂O, NOx ve uçucu organik gazları algılama uygulamalarında kullanılmaktadır. Yüksek hassasiyet, hızlı yanıt zamanı, seçicilik, tekrarlanabilirlik gibi avantajları söz konusu iken ısı ve neme karşı hassasiyeti dezavantajları arasındadır. SAW haricinde, piezoelektrik tabanlı diğer bir gaz sensörü çeşiti de, kuartz kristal mikrobalsans (QCM) tekniğidir.



Şekil 3.13. Üst katman ve hedef analit buharını algılayan SAW kimyasal sensörünün şeması

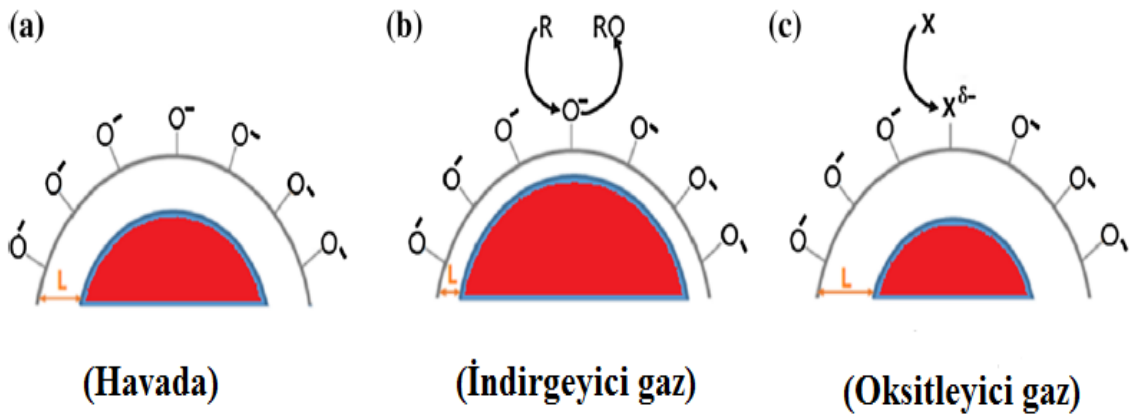
3.2.11. Karbonmonoksit (CO) Gazı ve Algılama Mekanizması

Karbonmonoksit, kokusuz, renksiz, tatsız, oldukça zehirli ve aşındırıcı olmayan ölümcül bir gazdır. Karbonmonoksit suda az çözünen ve normal koşullar havadan daha az yoğun olan çok zehirli bir gazdır. CO gazı , -205 °C erime sıcaklığı, -191,5 °C kaynama sıcaklığı, 28,01 g/mol molar kütle ve 1,14 g/cm³ yoğunluğa sahiptir.

Karbonmonoksit, yakıt içindeki karbonun eksik yanması ile yani yanma bölümünde yeterli hava olmadığı zaman meydana gelir. Trosferde bulunan iz gazlardan biridir. Atmosferdeki karbonmonoksit konsantrasyonu genel olarak yaz aylarında daha düşük, kış aylarında ise daha yüksektir. Çünkü kış aylarında ilaveten ısınma amacı ile yakıt kullanılmaktadır. Karbonmonoksit gazının atmosferde bozunma süresi takriben 2,5 aydır. Yani atmosferde bozunmadan yaklaşık olarak iki ay kalabilmektedir (Karaduman, 2013). Karbon monoksit ve hidrokarbonları algılamak için gaz sensörlerinin geliştirilmesi esastır. Çünkü bu gazların izlenmesi yanma proseslerini kontrol etmek için faydalı bilgiler sağlayacaktır. Karbon monoksit renksiz ve kokusuz bir gaz olduğu için hava kirliliğinde ve günlük hayatta en tehlikeli gazlardan biridir.

Çoğu CO gazı sensörü için çalışma sıcaklığı 300 °C 'nin üzerindedir. Bu sensörler, yalnızca yanma prosesleri dahil olmak üzere yüksek çalışma sıcaklıkları gerektiren uygulamalarda kullanılabilir ve düşük çalışma sıcaklıkları gerektiren uygulamalar için uygun değildir. Sonuç olarak, birçok araştırma grubu gaz sensörlerinin çalışma sıcaklıklarını düşürmenin çeşitli yolları üzerinde çalışmaktadır (Hong vd., 2019).

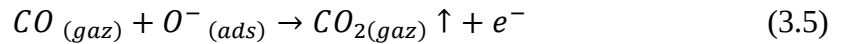
CO gazı gaz sobaları, gazlı çamaşır kurutucuları, gazlı su ısıtıcıları, odun fırınları, gaz veya kömür ızgaraları, gaz veya dizel jeneratörler, dizel motorlu tekneler, scooter - gaz veya yağ ısıtıcıları, sigara, arabalar gib kaynaklardan herhangi birinden sızabilir. Karbon monoksit zehirlenmesine maruz kalındığında baş ağrısı, kafa karışıklığı ve zihinsel karışıklık, nefes darlığı, halsizlik, yorgunluk, baş dönmesi, yürürken harekette dengesizlik, mide bulantısı ve kusma, bilinç kaybı gibi belirtiler ortaya çıkar. Hemoglobin oksijene göre CO ile 240 kat daha fazla reaksiyona girme kabiliyetine sahiptir. Hemoglobini, karbonmonoksit ile doygun hale getirmek için gerekli karbon monoksitin kısmi basıncı, oksijenle doygun hale getirmek için gerekli oksijenin kısmi basıncının sadece 1/240 kadardır. Kanda COHb oluşması sağlık açısından ciddi problem olur. Dünya Sağlık Teşkilatı karbon monoksit sınır değerlerini belirlenen maruz kalma süreleri içinde kandaki karboksi hemoglobin seviyesinin % 2,5 aşmaması esas alınarak belirlenmiştir. Karbon monoksit için Türkiye'ye ait sınır değerleri AB standartlarına göre yaklaşık 3 kat daha yüksektir. Bu standartların yeniden düzenlenmesi gereklidir (Karaduman,2013).



Şekil 3.14. a) Hava varlığında metal oksit yüzeyi, **b)** indirgeyici gaz varlığında metal oksit yüzeyi, **c)** oksitleyici gaz varlığında metal oksit yüzeyi

Şekil 3.14.a'da gösterildiği gibi, ortamda gaz yokken, algılayıcı yüzeyinde adsorbe edilen O₂ molekülleri elektron tüketim bölgeleri oluşturur. Hedef gaz ile algılayıcı yüzey etkileştiğinde yüzeydeki O₂ molekülleri de gazla etkileşir ve O₂ molekülleri yüzeyden uzaklaşmaya başlar. O₂ molekülleri yüzeyden ayrılırken ortamdaki indirgeyici veya yükseltgeyici gaza bağlı olarak algılayıcı yezeye elektron salınır ya da algılayıcı yüzeyen elektron koparılır. Bu nedenle, iletkenlikte bir değişiklik meydana gelir. O₂ molekülleri yüzeyden ayrılırken ortamdaki indirgeyici veya yükseltgeyici gaza bağlı olarak algılayıcı yezeye elektron salınır ya da algılayıcı yüzeyen elektron koparılır. Bu nedenle, iletkenlikte bir değişiklik meydana gelir. Şekil 3.14.b'de gösterildiği gibi, sensör yüzeyi indirgeyici gazlara (örneğin, H₂, CO, NH₃, H₂S ve VOCs) maruz kaldığında, bu gazlar O⁻ iyonları ile reaksiyona girer ve elektronları iletim bandına geri salar. Sonuç olarak, yüzeydeki elektron konsantrasyonu artar ve yüzey direncinde bir azalma görülür. Şekil 3.14.c'de gösterildiği gibi, gaz sensörü NO₂ veya O₃ gibi yükseltgeyici gazlara maruz kaldığında, bu gazlar O⁻ iyonları ile reaksiyona girerek algılayıcı yüzey tarafından adsorbe edilir. Yükseltgeyici gaz iyonları, O⁻ iyonları yardımıyla yüzeyden elektronları uzaklaştırır ve yüzeydeki elektron konsantrasyonu azalır. Sonuç olarak, dirençte bir artış görülür (Mirzaei vd., 2016).

Fe₂O₃/FTO gaz sensörlerinin CO gibi indirgeyici gazlara duyarlılığı, sensör yüzeyindeki oksijenin kimyasal olarak emilimine ve daha sonra adsorbe edilmiş oksijen anyon türleri ile analit gaz arasındaki reaksiyona bağlanır. Böylece bir Fe₂O₃/FTO gaz sensörü bir karbonmonoksit gaz atmosferine yerleştirildiğinde, CO molekülleri önceden adsorbe edilmiş oksijen türleriyle reaksiyona girer. Reaksiyon aşağıdaki gibidir



4. MATERYAL VE YÖNTEM

4.1. Materyal

Fe₂O₃ tabanlı gaz sensörlerinin elde edilmesi için ≈ 7 ohm/sq yüzey direncini sahip 9 mm x 25 mm boyullarında hazırlanmış flor katkılı kalay oksit (FTO) kaplı cam malzemeler taban malzemesi olarak kullanıldı.

4.1.1. Fe₂O₃ ince filmleri için kimyasalların hazırlanması

SILAR yöntemiyle Fe₂O₃ ince filmlerinin büyütülmesi için demir-amanyok ([Fe(NH₃)₄]³⁺) kompleksi kullanıldı. Demir-amanyok kompleksini hazırlamak için, 0,1M FeCl₃ (pH $\approx 5,5$) çözeltisine, çözeltinin pH ≈ 10 olacak şekilde %25-28 NH₄OH çözeltisi ilave edildi.

4.2. Yöntem

4.2.1. İnce film büyütme yöntemleri

Endüstriyel ve bilimsel araştırmalarda önem taşıyan ince filmler, başta seramik ve camlar üzerinde dekorasyon şeklinde kullanılmıştır. Sonra ise, gümüş tuzları aracılığıyla cam yüzeylerin üzerinde gümüş filmler elde edilmiştir. 19. yy sonrasında ise bilimsel çalışmaların ilerlemesiyle, daha modern ve yeni ince film elde etme metodlarının da gelişmesine olanak tanımıştır. İlk ince film, 1838 yılında “elektroliz” metoduyla, daha sonra 1852 yılında Bunsen “kimyasal reaksiyon” metoduyla, Faraday “asal gaz içerisinde buharlaştırma” metoduyla, Nahrwold ve Kundt “Joule ısıtması” metoduyla ince film elde etmişlerdir (Sönmezoğlu vd., 2012).

İnce film hazırlama yöntemi, zarın fiziksel özellikleri üzerindeki büyük etkisinden dolayı büyük önem taşımaktadır. Yıllar boyunca bilim adamları, her yöntemin benzersiz özelliklere sahip olduğu ince filmler hazırlamak için birçok farklı yol keşfetti ve geliştirdi. Membranı hazırlamak için uygun yöntemin seçilmesi, uygulamanın doğası, türü, hazırlama maliyeti, kolaylığı ve hızı gibi çeşitli özelliklere ve ayrıca hazırlamada kullanılan malzemelerin türüne bağlıdır. Pek çok sedimantasyon yöntemi vardır ve bunların çoğu iki belirgin başlık altında fiziksel yöntemler ve kimyasal yöntemler toplanır. İnce film biriktirmenin basit ve ucuz yöntemlerine her zaman dikkat çekilir.

Mesela; SILAR normal basınç ve sıcaklık koşulları altında gerçekleştirilebilen ve aynı zamanda modern ve pahalı cihazları kullanan diğer karmaşık yöntemlere kıyasla yüksek doğrulukta sonuçlar veren bir yöntemdir (Mazet, 2005).

İnce film büyütmede kullanılan kimyasal yöntemler, çözelti fazı ve gaz fazına şeklinde ikiye ayrılır. Çözelti fazlı kimyasal yöntemler arasında Successive Ionic Layer Adsorption And Reaction (SILAR), sol-jel, elektrokimyasal kaplama, kimyasal banyo kaplaması (CBD) ve sprey piroliz (SP) yöntemleri bulunur. Gaz fazı kimyasal yöntemleri kimyasal buhar biriktirme (CVD), lazer CVD ve metal organik kimyasal buhar biriktirme (MOCVD) yöntemlerini içerir (Yıldırım, 2010; Çorlu vd., 2016).

Bu tez çalışmasına konu olan Fe_2O_3 ince filmlerin büyütülmesinde bölümümüzün imkânları dâhilinde SILAR yöntemi kullanılmıştır. Büyütme işlemi, oda sıcaklığında yapılmıştır. İnce filmlerin çok fazla zaman kaybetmeden hızlı ve pratik bir şekilde büyütülebilmesi, pahalı donanımlar gerektirmediği ve maliyetinin düşük olması, büyütme parametrelerinin kolayca kontrol edilebilir olması bu yöntemin tercih edilmesinin temel nedenleridir (Çorlu vd., 2016).

4.2.1.1. Ardışık İyonik Tabaka Adsorpsiyon ve Reaksiyon (SILAR) yöntemi

Son otuz yılda, Successive Ionic Layer Adsorption and Reaction (SILAR) yöntemi, çeşitli bileşik malzemeleri ince film formunda biriktirmek için çözüm yöntemlerinden biri olarak ortaya çıkmıştır. SILAR yöntemi, geniş alan biriktirme için ucuz, basit ve kullanışlıdır. Yalıtkanlar, yarı iletkenler, metaller ve sıcaklığa duyarlı alt tabakalar (polyester gibi) gibi çeşitli alt tabakalar, biriktirme oda sıcaklığında veya buna yakın bir sıcaklıkta gerçekleştirildiğinden kullanılabilir. Düşük sıcaklıkta bir işlem olarak, alt tabakanın oksidasyonunu ve korozyonunu da önler (Pathan ve Lokhande, 2004). Ardışık iyonik tabaka adsorpsiyon ve reaksiyon (SILAR) adı verilen kimyasal bir yöntemdir. Bu yöntem, substratın belirli bir solüsyona ve deiyonize veya saf suya birden fazla daldırılmasını içerir, her ikisinin de sıcaklığı durumdan duruma değişebilir. Substratın ayrı ayrı yerleştirilmiş katyonlara ve anyonlara daldırılmasına dayanan, tek tip ve geniş alanlı ince filmler yapmak için kullanılan kimyasal yöntemlerden biridir (Pathan ve Lokhande, 2004).

İnce film biriktirme için en yeni çözüm yöntemlerinden biri, kimyasal banyo kaplamanın (CBD) değiştirilmiş versiyonu şeklinde de bilinen SILAR yöntemidir.

SILAR yönteminde film kalınlığı tur sayısına bölünerek tur başına büyüme oranı elde edilebilir. SILAR yönteminde, yüksek kaliteli bir ince film elde etmek için hazırlama koşullarını iyileştirerek yerine getirilmesi gereken bazı şartlar vardır. Bunlar:

- (1) Öncüllerin konsantrasyonu,
- (2) Kompleks oluşturucu maddenin doğası,
- (3) Öncü çözeltilerin pH'ı ve adsorpsiyon, reaksiyon ve durulama süreleri vb. (Pathan ve Lokhande, 2004).

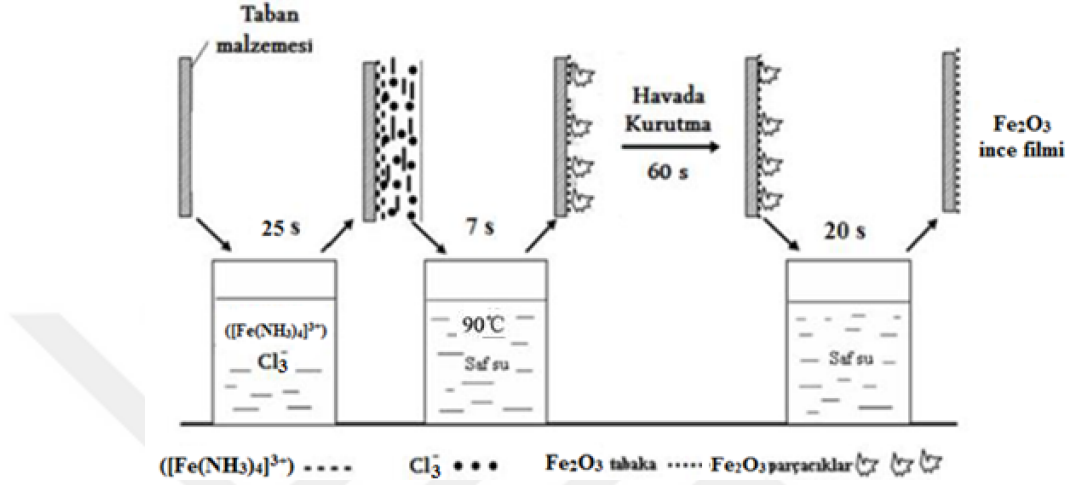
SILAR yönteminin birçok avantajı vardır. Bu avantajlardan bazılarından kısaca şu şekilde bahsedilebilir;

- (1) Ucuz, basit ve geniş alanda büyütme yapmak için kullanışlıdır. Katılama işlemi diğer yöntemlere göre daha kolaydır.
- (2) Büyütülen materyal için zararlı olabilecek derecede ısınmalara yol açmaz. Yüksek kalitede alttaş ve vakum gerektirmemektedir.
- (3) Altlık malzeme, boyutu, yüzey profili ile ilgili neredeyse hiçbir sınırlama yoktur. Ayrıca, filmin kalınlığı ve büyüme oranı kolaylıkla kontrol edilebilir (Yıldırım, 2010).
- (4) Bu yöntemle filmler daha az sağlıklı malzemeler üzerinde oda sıcaklığında büyütülebilmektedir (İskenderoğlu ve Güney, 2017).

4.2.1.2. Fe₂O₃ ince filmlerin büyütülmesi

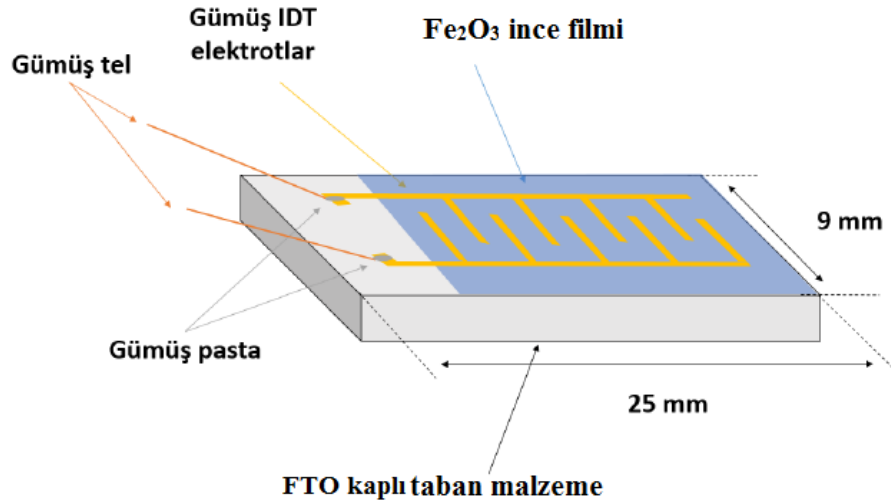
SILAR yöntemi ile Fe₂O₃ ince film büyüme mekanizması Şekil 4.1'de gösterilmektedir. FTO taban malzeme sırasıyla önce hazırlamış olduğumuz [Fe(NH₃)₄]³⁺ kompleks çözeltilisine daldırılarak 25 saniye tutuldu ve FTO yüzeyinde [Fe(NH₃)₄]³⁺ kompleksinin sulu ince film tabakasının oluşması sağlandı. Sonra 90 °C' deki sıcak su içersine daldırılarak 7 saniye tutuldu ve taban malzeme yüzeyinde oluşan kompleks ince filmin demir hidroksit fazına ve sonra bu fazdaki ince filmin Fe₂O₃ ince filmine dönüşümü sağlandı. Daha sonra, taban malzeme yüzeyinde oluşan Fe₂O₃ sulu filmini kurutmak

için taban malzeme 60 saniye havada tutuldu. Son olarak altlık 20 saniye saf suda tutularak yüzeye zayıf bir şekilde bağlanan Fe_2O_3 partikülleri yüzeyden uzaklaştırılması sağlanmıştır. Böylece bir SILAR döngüsü tamamlanır. Bu şekilde bir SILAR döngüsü 30 kez tekrarlanarak 30 SILAR döngüsünde Fe_2O_3 ince filmler elde edildi.



Şekil 4.1. Fe_2O_3 ince filmlerin SILAR yöntemi ile büyütülmesi

Fe_2O_3 ince filminin CO gazına tepkisini belirlemek için filmin üzeri termal buharlaştırma yöntemiyle Inter Dijital Transduser (IDT) gümüş elektrotla kaplandı ve Şekil 4.2 'de gösterilen $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{FTO}$ gaz sensörü elde edildi.



Şekil 4.2. $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{FTO}$ gaz sensörünün şematik diyagramı

4.2.2. Yapısal karakterizasyon yöntemleri

4.2.2.1. X-Işını kırınım tekniği (XRD)

1895 yılında Wilhelm Conrad Roentgen tarafından X-ışınlarının keşfi, tüm bilimsel ve mühendislik disiplinlerde önemli yeniliklere izin vererek, yeni tıbbi ve teknik uygulamaların geliştirilmesini mümkün kılmıştır. Özellikle Laue, Friedrich ve Knipping tarafından 1912' de başlatılan kristaller tarafından X-ışını kırınımı (XRD) üzerine yapılan araştırma, kristal malzemelerin çalışmasında yeni olanaklar sağlamıştır (Epp, 2016).

X-Işını kırınımı, yapı belirleme için klasik bir yöntemdir. Bir numunenin kristal formda olup olmadığını kanıtlamak için kullanılır.

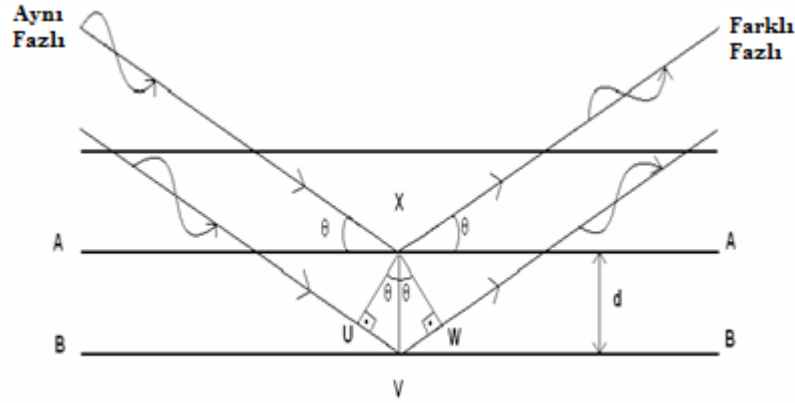
4.2.2.1.a. X-ışını radyasyonu üretimi

X ışınları, dalga boyu 10^{-3} ile 10^1 nm arasında olan yüksek enerjili elektromanyetik dalgalar. Enerjisi 100 eV ve 100 keV arasında değişir. X-ışınlarının üretimi genellikle sızdırmaz tüplerin (Sealed tubes), dönen anotların veya senkrotron radyasyon kaynaklarının kullanılmasıyla sağlanır. Kapalı borular ve laboratuvar ekipmanlarında kullanılan döner anotların her ikisi de aynı prensipte X-ışınları üretir. Bir tungsten filamanının bir vakumda ısıtılmasıyla üretilen elektronlar, yüksek potansiyelli bir alan boyunca hızlandırılır ve daha sonra X-ışınları yayan bir hedefe yönlendirilir (Epp, 2016).

4.2.2.1.b. X-ışınının kristal malzemeler tarafından kırınımı

X-ışını fotonları maddeye ulaştığı zaman farklı absorpsiyon ve saçılma etkilerine yol açan çeşitli etkileşim türleri meydana gelebilir. Bu şart altında saçılan dalganın enerjisi değişmez ve gelen dalga ile faz ilişkisi korunur. Sonuç olarak, ışınlanmış bir hacmin tüm atomlarına çarpan X-ışını fotonları her yöne saçılır. Bununla birlikte, bir kristal yapının periyodik doğası nedeniyle, yapıcı veya yıkıcı saçılan radyasyon ortaya çıkacak ve malzemelerin kristal yapısını araştırmak için incelenebilecek karakteristik kırınım fenomenlerine yol açacaktır. Yöntemlerin prensibi, periyodik atomik düzlemler tarafından X-ışınlarının kırınımına ve kırınım sinyalinin açı veya enerji çözümlü tespitine dayanır. W.L. Bragg'ın XRD fenomeninin geometrik yorumuna göre, kristaller

üzerindeki x-ışını radyasyonunun kırınımını, kristal kafeslerin ağ katmanları üzerindeki dalgaların kısmi yansıması olarak tanımlamaktadır (Epp, 2016). Şekil 4.3'te kırınım için geometrik koşul ve Bragg yasasının belirlenmesi ile ilgili ayrıntılar verilmektedir. Bragg yasası Eş. 4.1'de verilmiştir.



Şekil 4.3. Bragg yansımasının gösterimi

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (n=1,2,3,4...) \quad (4.1)$$

Eş. 4.1'de d kristal düzlemler arasındaki mesafe, n kırınım derecesi, λ X-ışınının dalga boyu ve θ yansıma/gelme açısıdır.

Büyütülen Fe_2O_3 ince filmin XRD ölçümleri, Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi Temel Bilimler Uygulama ve Araştırma Merkezi laboratuvarında bulunan ve Şekil 4.4'te verilen Panalytical Empyrean X-ışını difraktometre cihazı kullanılarak ($\lambda=1,5405$ °A dalga boyuna sahip bir Cu-K α ışını kullanılarak) gerçekleştirildi.

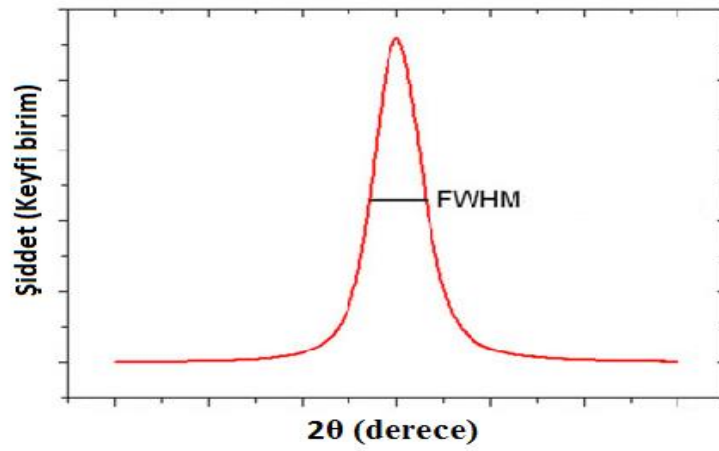


Şekil 4.4. Panalytical Empyrean X-Işınları kırınımı cihazı

Scherrer tarafından 1918 yılında yapılan yayında geçen ve daha sonra kendi adıyla anılan formüle göre, malzemedeki kristalit büyüklüğü (D), Eş. 4.2 ile hesaplanır (ÇAKIR, 2014).

$$D = (k \cdot \lambda) / (\beta \cdot \cos(\theta)) \quad (4.2)$$

Burada λ kullanılan x-ışınının dalga boyu, k scherrer sabiti (0,9), β yarı pik genişliği (FWHM) ve θ ise Bragg açısıdır. Buradan anlaşılacağı üzere kristalit büyüklüğü azaldıkça sinyal yayvanlaşacaktır. Bir XRD sinyali Şekil 4.5'te verilmiştir.



Şekil 4.5. Tipik XRD sinyali ve FWHM tanımı

Ek olarak, filmlerdeki kusurların miktarı hakkında daha fazla bilgi sahibi olmak için, aşağıdaki 4.3 eşitliği kullanılarak filmlerin dislokasyon yoğunluğu (δ) hesaplandı,

$$\delta = \frac{n}{D^2} \quad (4.3)$$

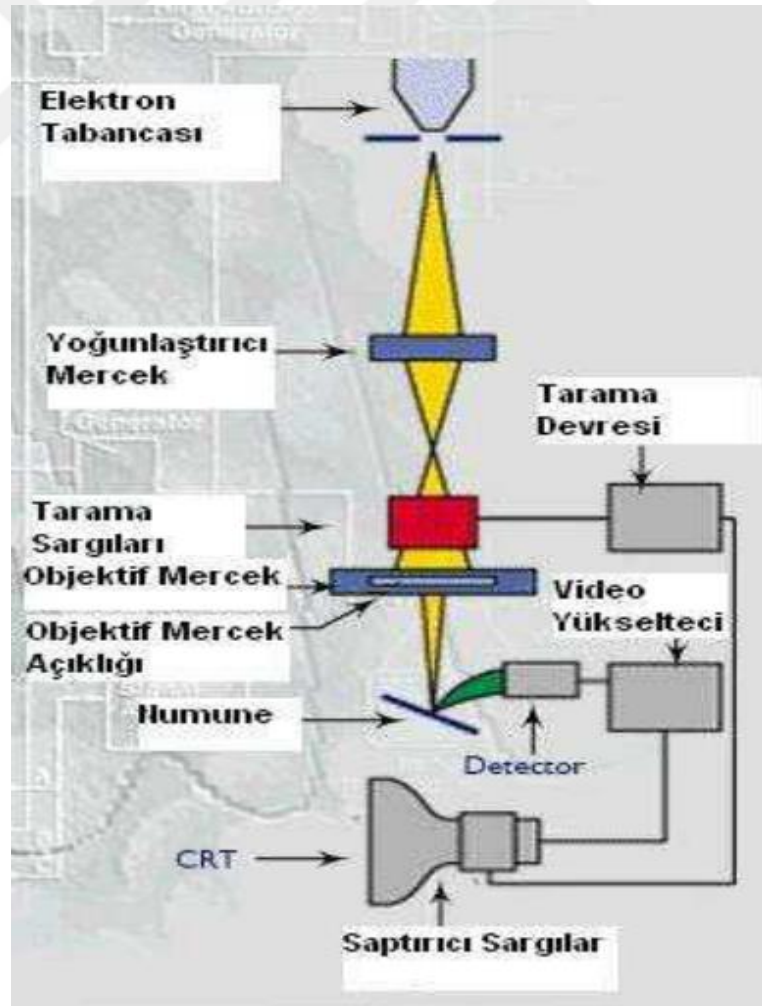
Dislokasyon yoğunluğu (δ), bir malzemenin belli bir kısmında bulunan dislokasyonların sayısının bir ölçüsüdür. Dislokasyon çizgisel bir kusur olduğu için δ , dislokasyonun birim hacimdeki toplam uzunluğu olarak da tanımlanır. Yani, birim alanı kesen dislokasyon çizgisi sayısıdır. Minimum δ değeri için $n=1$ alınır. Küçük δ değerleri malzemenin kristalleşme seviyesinin iyi olduğunu gösterir (Yıldırım, 2010).

4.2.2.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu (SEM), bir görüntü oluşturmak için elektronları kullanan

güçlü bir mikroskoptur. Modern ışık mikroskopları ~1.000X büyütme elde edebilirken, tipik SEM 30.000X'den fazla büyütme ulaşabilir.

SEM, malzemelerin morfolojilerini karakterize etmek için kullanılan ana tekniktir. Taramalı elektron mikroskobu bir elektron optik kolonu, bir vakum sistemi ve elektronikten oluşur. Kolon, elektron ışını üretmek için bir elektron kaynağından, elektronları numune odasındaki numuneler üzerinde ince bir noktaya odaklamak için bir dizi mercekten ve taranan ışını görüntü işleme için elektrik sinyaline dönüştürmek için ikincil bir elektron detektöründen oluşur. Bu cihazlar, birincil elektronların düz çizgiler halinde hareket etmesine izin veren ve düşük veya yüksek vakum modlarında çalışan bir vakum sisteminde kapsüllenmiştir. Elektronik devreler esas olarak elektron kaynağı, manyetik lensler ve dedektör için voltaj ve akımları kontrol etmek için kullanılır. SEM'de numune 3D olarak gösterilir (Aydoğan, 2015). SEM şeması Şekil 4.6'da verilmiştir.



Şekil 4.6. Taramalı elektron mikroskobunun şematik yapısı

Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDAX), herhangi bir örneğin elementel bileşimini tanımlamak için kullanılır. EDAX, SEM cihazında yaygın olarak kullanılan bir yöntem olup bir örnek üzerine bir elektron demeti gönderilerek elemental analiz yapılır.

Büyütülen Fe_2O_3 ince filmin SEM ve EDAX ölçümleri, Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi Temel Bilimler Uygulama ve Araştırma Merkezi Laboratuvarında bulunan ve Şekil 4.7’de verilen FEI Quanta FEG 450 model Environmental Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) cihazı kullanılarak gerçekleştirildi.



Şekil 4.7. EDAX dedektörüne sahip taramalı elektron mikroskobu (FESEM)

4.2.3. Elektriksel karakterizasyon yöntemleri

SILAR yöntemi ile büyüyen Fe_2O_3 ince filmin yapısal, morfolojik ve elemental ölçümleri yapıldıktan sonra $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{FTO}$ sensörünün CO gazı algılama özelliklerini karakterize etmek için sensör ölçüm laboratuvarında sıcaklığa ve gaz konsantrasyonuna bağlı statik ve dinamik gaz ölçümleri gerçekleştirildi.

4.2.3.1. Gaz ölçümü

Numune yüzeyi ile hedef gaz arasında meydana gelen etkileşim sonucunda numunenin direncinde değişiklikler meydana gelir. Numune direncindeki bu değişiklik gaz algılama ölçüm sisteminin temel amacıdır. Gaz akış kontrolörleri sayesinde gaz konsantrasyonları bilgisayar kontrollü olarak istenilen zaman ve aralıklarla gaz ölçüm

hücreesine gönderilir. Zamana bağlı tüm akım değışiklikleri anlık olarak ölçülebilir ve bir akım voltaj ölçüm sistemi kullanılarak bir bilgisayar ekranında görüntülenebilir.

Gaz algılama ölçüm sistemi akım-gerilim kaynağı, vakumlanabilir sensör hücresi, vakum pompası, LakeShore 325 sıcaklık kontrol cihazı, akış kontrolcöleri (MFC: Mass Flow Controller), numune tutucu, nem kontrolcüsü, gaz vanaları, CO gazı ve kuru hava, ölçüm sisteminin otomatik kontrolünü sağlayan yazılıma sahip bir bilgisayardan oluşmaktadır.

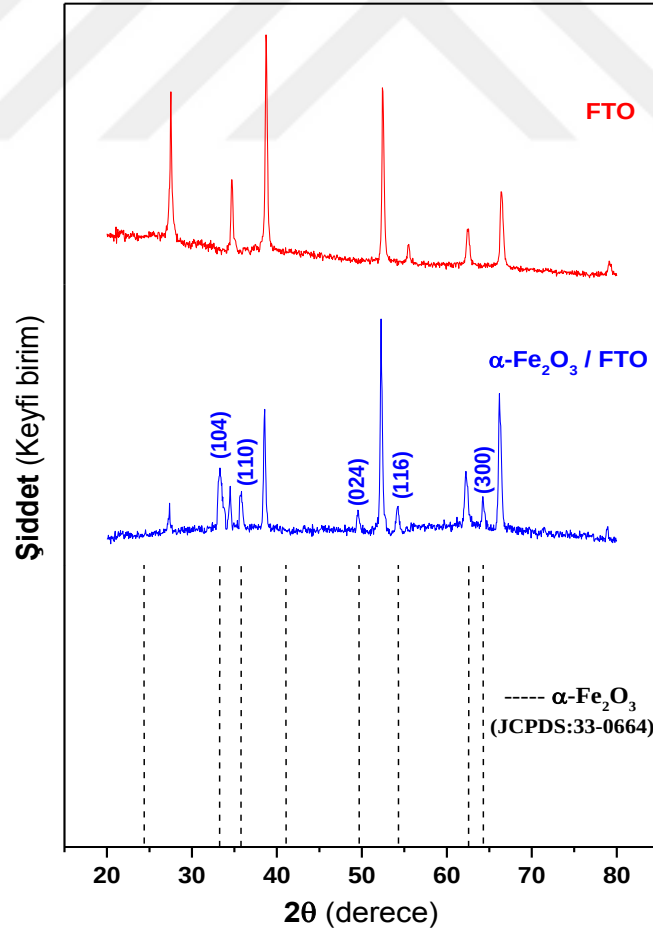
Bilgisayar yazılı ile sensör hücresi içerisindeki nem oranı kontrol edilmekte ve sabit nem değerlerinde sensörlerin gaz algılama ölçümleri yapılabilmektedir. İlk olarak $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{FTO}$ sensör hücresine yerleştirildi. Sıcaklık kontrolcüsü kullanılarak hücre içersine konulan sensör belirlenen sabit sıcaklıkta tutuldu. Sensör yüzeyine gaz akışı, gaz basınç ve akış kontrolcöleri kullanılarak sağlandı. Gaz akış kontrolcüsünün birinden CO gazı diğlerinden ise kuru hava geçmektedir. Akış kontrolcöleri ile belirlenen gaz konsantrasyonları ayarlandı. Sıcaklığın ve gaz konsantarsyonunun fonksiyonu olarak sensörün statik ve dinamik gaz ölçümleri yapıldı. Yazılım program ile yapılan ölçümlerin grafikleri bilgisayar ekranına anlık aktarılmaktadır. Fe_2O_3 ince filmin gaz algılama ölçümleri % 25 nem değerinde yapıldı.

5. ARAŞTIRMA BULGULARI

Bu bölümde, SILAR yöntemi ile FTO taban malzemeler üzerine büyütülen Fe_2O_3 ince filminin yapısal, morfolojik, kimyasal bileşen ve CO gaz algılama analiz sonuçları verildi.

5.1. XRD Analizi Sonuçları

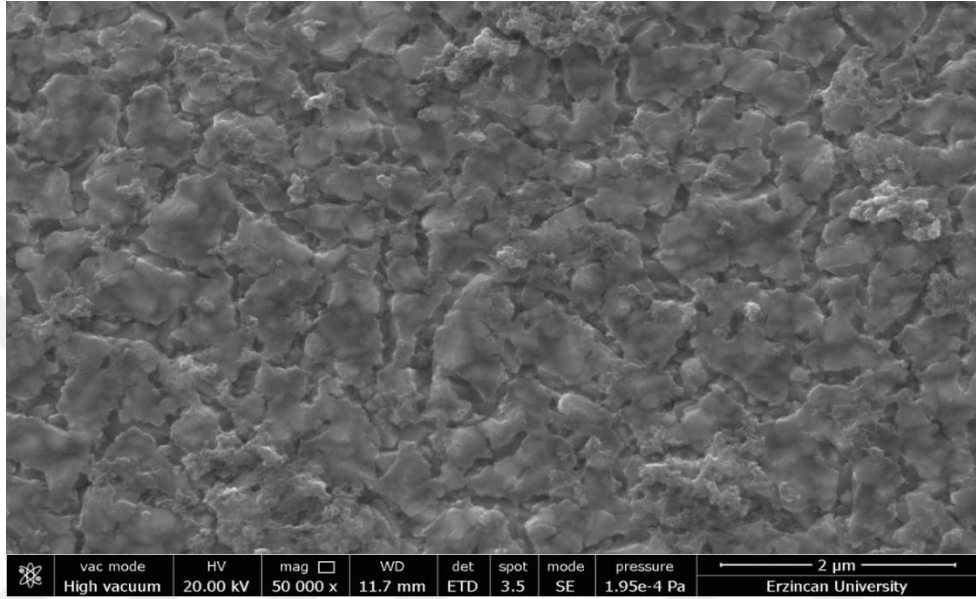
XRD analizleri için yapılan ölçümler atmosfer basıncında ve oda sıcaklığında yapıldı. SILAR yöntemi ile büyütülen Fe_2O_3 ince filminin yapısal özelliklerini incelemek için filmlerin XRD desenleri Panalytical Empyrean X-ışını difraktometresi ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ dalga boyuna sahip Cu-K α ışını) cihazı kullanılarak $0,05^\circ$ 'lik adımlarla ve $2\theta=20^\circ-80^\circ$ aralığında alındı. Bu XRD kırınım ölçümleri ile filmin yapısal özellikleri analiz edildi. FTO taban mazleme üzerine büyütülen Fe_2O_3 ince filminin XRD deseni Şekil 5.1'de verilmiştir.



Şekil 5.1. 30 SILAR turuna sahip Fe_2O_3 ince filminin X-ışını kırınım deseni

5.2. SEM Analizi Sonuçları

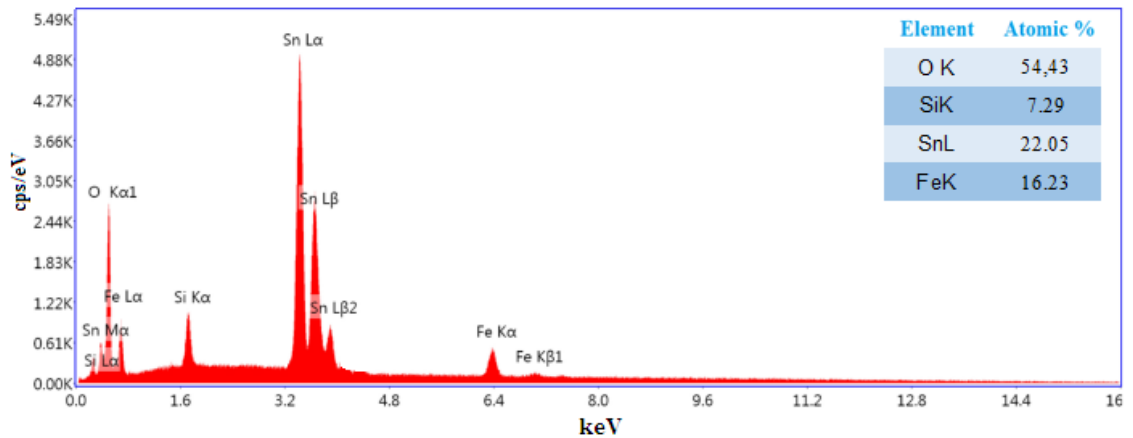
SILAR yöntemi ile büyütülen Fe_2O_3 ince filminin morfolojik özelliklerini incelemek için filmin SEM görüntüsü FEI Quanta FEG 450 model Environmental Scanning Electron Microscope (FESEM) cihazı kullanılarak alındı. FTO taban mazleme üzerine büyütülen Fe_2O_3 ince filminin SEM görüntüsü Şekil 5.2'de verilmiştir.



Şekil 5.2. 30 SILAR turuna sahip Fe_2O_3 ince filminin SEM görüntüsü

5.3. EDAX Analizi Sonuçları

SILAR yöntemi ile büyütülen Fe_2O_3 ince filminin elemental analizi için filmin Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDAX) ölçümü alındı. FTO taban mazleme üzerine büyütülen Fe_2O_3 ince filminin EDAX analizi Şekil 5.3'te verilmiştir.



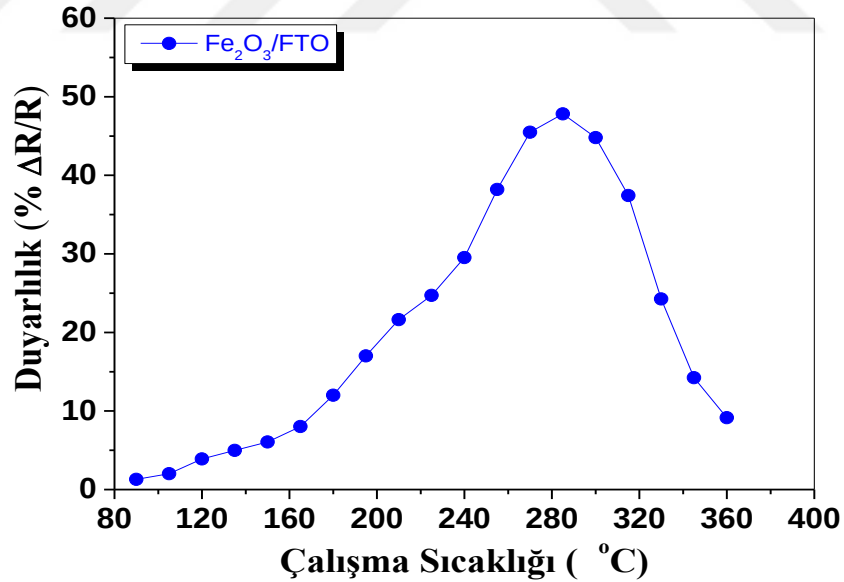
Şekil 5.3. 30 SILAR turuna sahip Fe_2O_3 ince filmin EDAX analizi

5.4. Fe₂O₃ İnce Film Gaz Sensörlerinin CO Gazı Algılama Sonuçları

5.4.1. Sıcaklığa bağlı yapılan statik gaz algılama sonuçları

Gaz sensörünün çalışma sıcaklığı, sensörünün özelliklerinin incelenmesinde ana faktörlerden birisidir. Sensör malzemesinin yüzeyinde yüzey ve hassas etkileşimler elde etmek için sıcaklığın artırılması önemlidir. Ancak önemli olmasına rağmen çok yüksek sıcaklıklar malzeme yapısını bozabilmekte ve sensörün ömrünü ve çalışmasını etkileyebilmektedir. Bu yüzden sensörün optimum çalışma sıcaklığını belirlemek önemlidir.

Fe₂O₃/FTO gaz sensörünün CO gaz algılama özelliklerinin belirlenmesi için önce optimum çalışma sıcaklığı belirlenmelidir. Optimum çalışma sıcaklığını bulmak için sensörün statik gaz ölçümleri, oda sıcaklığı ile 360 °C sıcaklık arasında sabit 100 ppm CO gaz konsantrasyonunda gerçekleştirildi. Fe₂O₃/FTO sensörünün statik gaz ölçümü Şekil 5.4'te verilmiştir. Şekil 5.4'te görüldüğü gibi sensörün 90 °C'den itibaren 100 ppm CO gazına karşı duyarlı olduğu tespit edildi. Fe₂O₃/FTO sensörü için optimum çalışma sıcaklığı 285 °C olarak belirlendi.

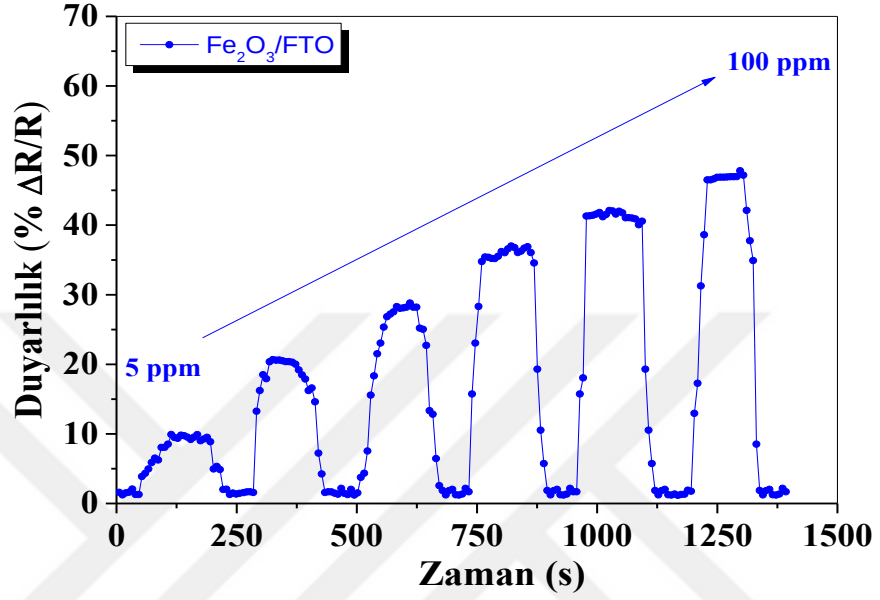


Şekil 5.4. Fe₂O₃/FTO sensörün 100 ppm CO gazı konsantrasyonundan elde edilen duyarlılık-çalışma sıcaklığı grafiği

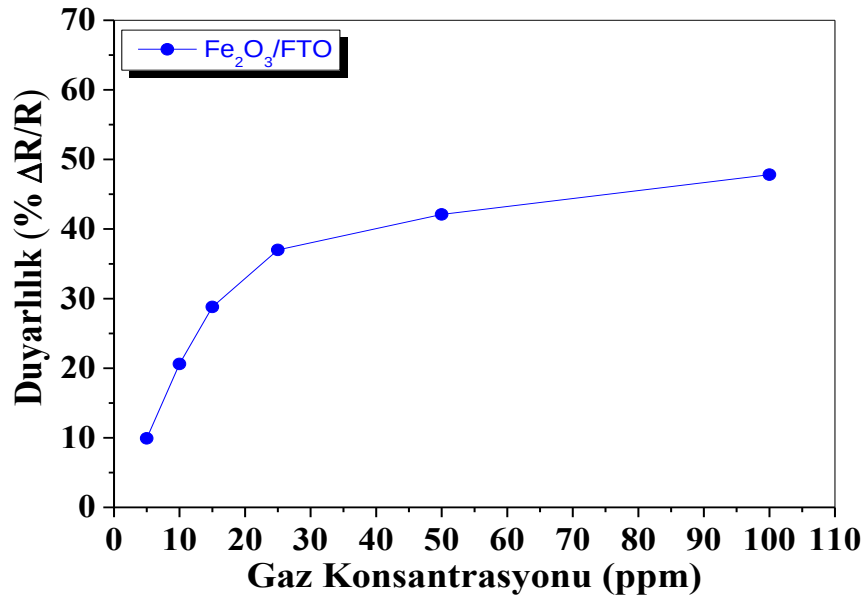
5.4.2. Konsantrasyona bağlı yapılan dinamik gaz algılama sonuçları

Fe₂O₃/FTO sensörünün statik gaz algılama ölçümü yapılarak optimum çalışma sıcaklığının 285 °C olduğu belirlendi. Bu ölçümden sonra, Fe₂O₃/FTO sensörünün

dinamik gaz ölçümleri 285 °C çalışma sıcaklığında ve 5 ppm ile 100 ppm arasında değişen CO gaz konsantrasyonunda gerçekleştirildi. Fe₂O₃/FTO sensörünün dinamik gaz ölçümü Şekil 5.5'de verilmiştir. Şekil 5.6'da ise Fe₂O₃/FTO sensörünün duyarlılık-gaz konsantrasyonu grafiği verilmiştir.



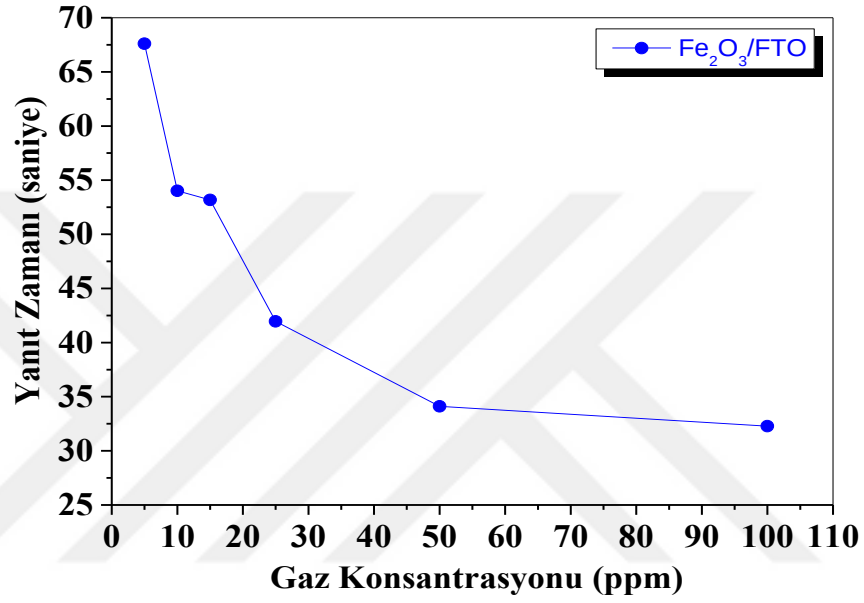
Şekil 5.5. Fe₂O₃/FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığında dinamik gaz ölçümü



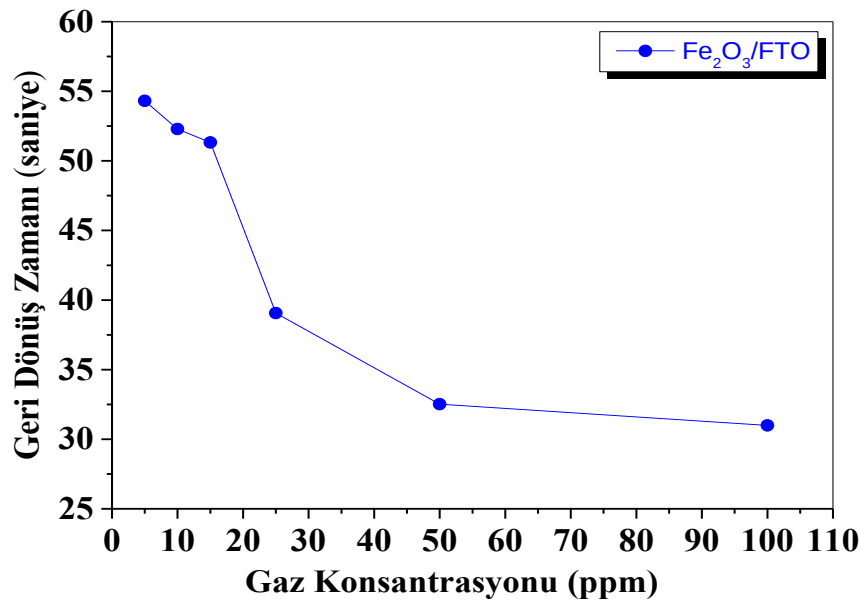
Şekil 5.6. Fe₂O₃/FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığında duyarlılık-gaz konsantrasyonu grafiği

5.4.3. Fe₂O₃/FTO sensörünün yanıt ve geri dönüş zamanları

Bir gaz sensörünün yanıt ve geri dönüş zamanları gaz algılama uygulamaları için temel parametrelerindendir. Sensör, hedef gazı hızlı bir şekilde algılamalı ve hedef gazı algılayıcı yüzeyden aynı oranda uzaklaştırmalıdır. Fe₂O₃/FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığında 5 ppm-100 ppm CO gaz konsantrasyonlarına karşı sahip olduğu yanıt zamanları Şekil 5.7'de, geri dönüş zamanları Şekil 5.8'de gösterilmiştir.



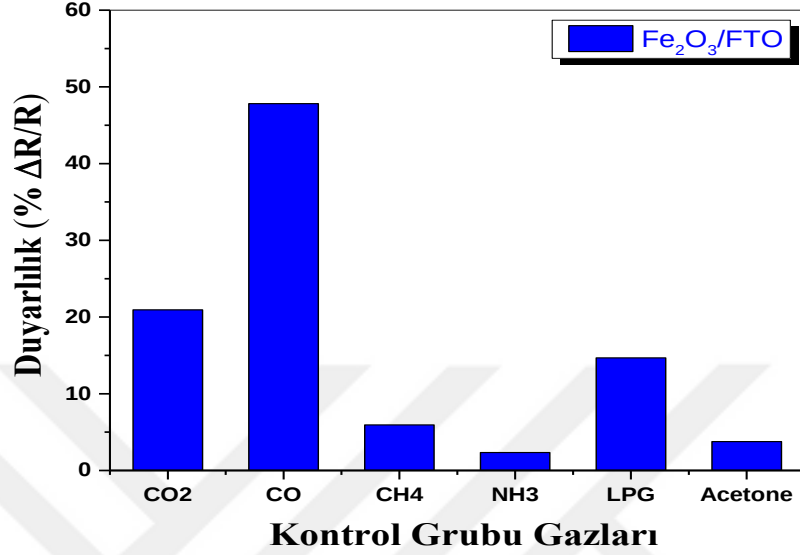
Şekil 5.7. Fe₂O₃/FTO sensörünün yanıt zamanı - gaz konsantrasyonu grafiği



Şekil 5.8. Fe₂O₃/FTO sensörünün geri dönüş zamanı - gaz konsantrasyonu grafiği

5.4.4. Fe₂O₃/FTO sensörünün seçicilik gaz algılama sonuçları

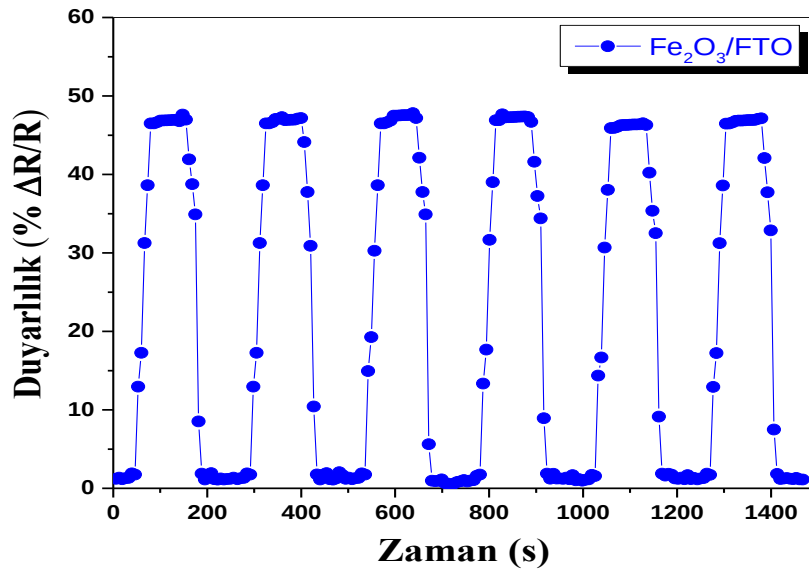
Fe₂O₃/FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığında ve 100 ppm kontrol grubu gaz konsantrasyonlarına karşı gösterdiği seçicilik ölçüm sonuçları Şekil 5.9’da verilmiştir.



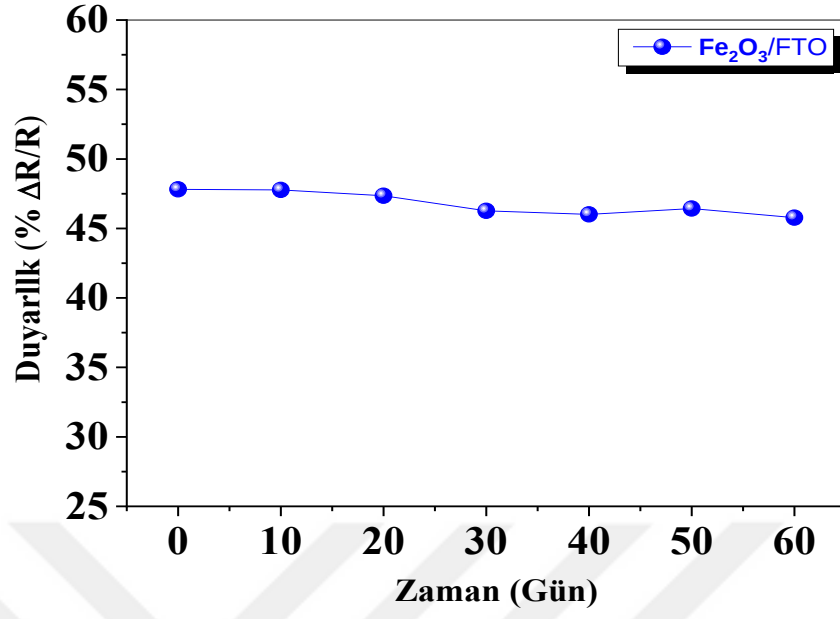
Şekil 5.9. Fe₂O₃/FTO sensörünün seçicilik grafiği

5.4.5. Fe₂O₃/FTO sensörünün tekrarlanabilirlik ve kararlılık gaz algılama sonuçları

Fe₂O₃/FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığında ve 100 ppm CO gaz konsantrasyonunda gösterdiği tekrarlanabilirlik ve kararlılık gaz algılama ölçüm sonuçları sırasıyla Şekil 5.10’da ve Şekil 5.11’de verilmiştir.



Şekil 5.10. Fe₂O₃/FTO sensörünün tekrarlanabilirlik grafiği



Şekil 5.11. $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{FTO}$ sensörünün kararlılık grafiği

6. SONUÇLAR

Fabrikalar, arabalar, küresel ısınma ve diğer kirlilik kaynaklarından kaynaklanan emisyonların neden olduğu atmosferdeki kirliliğin yüksek düzeyde olması nedeniyle, uzun süredir bu gazları algılayacak sensörler geliştirmek için ciddi çalışmalar yapılmıştır. Metal oksit yarıiletken (MOS) tabanlı gaz sensörleri, yüksek hassasiyet ve hızlı yanıt ve düşük maliyet gibi birçok avantaja sahiplerdir. Metal oksit malzemelerin yüzeyinde gaz moleküllerinin adsorpsiyonunun veya desorpsiyonunun, malzemenin elektrik iletkenliğini değiştirdiği bilinmektedir. Bu fenomen, Seiyama ve arkadaşları tarafından 1962 yılında gösterildi (Seiyama vd., 1962). Çalışma, havadaki reaktif gazlara karşı Fe_2O_3 numnesinin duyarlı olduğunu göstermiştir. SnO_2 numnesi ile de benzer çalışmalar yapılmış ve paralel sonuçlar bulunmuştur. (Wang, 1997). Bu sonuçlar, metal oksit yarı iletkenleri kullanan ticari sensörlerin geliştirilmesinin önünü açmaktadır. Metal oksit gaz sensörleri proses izleme, evsel ve savunma amaçlı kullanımı, iş güvenliği, gibi yüksek üretim maliyetli gaz sensörlerine alternatif olarak düşük üretim maliyetine sahip ümit vaat eden sensörlerdir.

Gaz sensörlerine sağlık sektöründen sanayiye, çevre kirliliği izlenmesinden madenciliğe, gıdadan kozmetik ve otomotiv sektörüne, askeri alandan uzay çalışmalarına kadar birçok alanda ihtiyaç duyulmakta, buna paralel olarakta birçok araştırmanın yapıldığı en büyük alanlardan biri olmaya devam etmektedir.

Toksik ve patlayıcı gazların tespitine büyük ihtiyaç olduğu günümüzde gaz sensörleri önem arz etmektedir. Bu nedenle, uygun maliyetli, hassas, geniş bir sıcaklık aralığında çalışan, güvenilir, seçici ve tekrarlanabilir gaz sensörlerine büyük ihtiyaç vardır. Bu sebeple, gaz sensörleri ile ilgili birçok çalışma yapılmış ve gaz algılama için farklı yöntemler kullanılması için çalışmalara başlanmıştır. Metal oksit yarıiletkenlerin direnç ve kapasitans gibi elektriksel ölçümlerinin yanında optik absorpsiyon, yansıma, geçirgenlik, gibi birçok optik ölçüm de araştırma konusu olmuştur.

Bu tez çalışmasında, Fe_2O_3 ince filmi SILAR yöntemi kullanılarak oda sıcaklığında flor katkılı kalay oksit (FTO) taban malzeme üzerine 30 SILAR turunda başarıyla büyütüldü. Fe_2O_3 ince filmlerin SILAR yöntemi ile büyütme mekanizması Şekil 4.1’de şematik olarak verilmiştir ve büyütme için deneysel parametreler belirlenmiştir. Belirtilen değerler birçok deneysel çalışma yapılarak belirlenmiştir (Yıldırım, 2010).

SILAR yöntemiyle 30 SILAR turunda büyütülen Fe_2O_3 ince filminin yapısal, morfolojik, kimyasal bileşen ve gaz algılama özelliklerinin analizleri için sırasıyla X-ışını kırınımı (XRD), Taramalı elektron mikroskobu (SEM), Enerji dağılımlı X-ışını analizörü (EDAX) ve gaz ölçüm sistemleri kullanıldı.

6.1. X-ışını Kırınımı (XRD) Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Şekil 5.1’de verilen ve SILAR yöntemi ile 30 SILAR turunda FTO taban malzeme üzerine büyütülen Fe_2O_3 ince filminin X-ışını kırınım deseninden hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) fazına (JCPDS Kart No: 33-0664) ait (104), (110), (024), (116), (300) ve FTO’ya ait kırınım piklerinin varlığı gözlenmiştir. Bu da büyütülen ince filmin yapısının polikristal rombohedral yapıda ve hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) fazda kristalleştiğini göstermiştir (Sheik Fareed vd., 2018; Khakpour vd., 2018; Rahman vd., 2020; Ma vd., 2021; Machreki vd., 2021). Tane büyüklükleri doğrudan kristalin kalitesi hakkında bilgi verir ve XRD ile elde edilen kırınım pikinin yarı pik genişliği (FWHM) ile ters orantılıdır. Kırınım pikinin oldukça dar olması tane büyüklüğünün büyük olmasına neden olacaktır ve bu durumda numunenin yüksek kristal özelliğe sahip olduğunu gösterecektir. Şekil 5.1’de verilen XRD kırınım ölçümleri, (4.2) ve (4.3) eşitlikleri kullanılarak $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filminin ortalama kristal boyutu ve ortalama dislokasyon yoğunluğu değerleri Tablo 6.1’de verilmiştir.

Tablo 6.1. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filmine ait ortalama kristal boyutu (D_{ort}) ve ortalama dislokasyon yoğunluğu (δ_{ort}) değerleri

$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	D_{ort} (nm)	$\delta_{\text{ort}} \times 10^{-3}$ (nm ⁻²)
30 SILAR Turu	22,4698	1,98

6.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçlarının Değerlendirilmesi

SILAR yöntemi ile 30 SILAR turunda FTO taban malzemesi üzerine büyütülmüş $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ince filminin 50.000 büyütmedeki SEM görüntüsü Şekil 5.2’de verilmiştir. SEM görüntüsünden, FTO taban malzeme yüzeyinde yoğun bir tabakalaşmanın ve farklı boyutta bölgesel yığılımların olduğu, yığılımlar arasında kısmi boşlukların bulunduğu ve bu yığılımların taban malzeme yüzeyine yaklaşık homojen olarak dağıldığı görülmüştür (Choi vd., 2020).

6.3. Enerji Dağılımlı X-ışını Analiz (EDAX) Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Fe₂O₃ filminin kimyasal bileşeni hakkında bilgi elde edebilmek amacıyla, FTO taban üzerinde SILAR yöntemiyle büyütülen Fe₂O₃ ince filminin elemental analizleri için alınan EDAX ölçümü Şekil 5.3'te verilmiştir. EDAX analizi, filmin yzeyinde Fe ve O elementlerinin varlığını göstermiştir ve demir oksit oluşumunu doğrulamıştır. Ayrıca, Si ve Sn piklerinin kullanılan FTO taban malzemesinden kaynaklandığı düşünülmektedir (Junior vd., 2021; Machreki vd., 2021).

6.4. Fe₂O₃/FTO Sensörünün Gaz Algılama Sonuçlarının Değerlendirilmesi

SILAR yöntemi ile 30 SILAR turunda büyütülen α -Fe₂O₃ ince filmin yapısal, morfolojik ve elemental analizleri yapıldıktan sonra CO gazını algılama yapabilecek sensör ölçümleri için α -Fe₂O₃ üzerine gümüş Inter Dijital Transduser (IDT) elektrotlar kaplanmıştır. Gümüş IDT elektrotlar için uygun maskeler kullanılarak Şekil 4.2'de gösterilen Fe₂O₃/FTO sensörü elde edildi. Fe₂O₃/FTO sensörünün statik ve dinamik gaz algılama ölçümleri gaz ölçüm sistemi kullanılarak yapıldı ve sonuçlar analiz edildi. Fe₂O₃/FTO sensörünün tüm gaz algılama ölçümleri %25 nem ortamında yapıldı.

6.4.1. Sıcaklığa bağlı yapılan statik gaz algılama sonuçlarının değerlendirilmesi

Yüzeye gönderilen oksijen atomlarının enerjisi, sıcaklığın artmasıyla artar ve bu da kararsızlığa neden olur ve hedef gazla istenilen reaksiyonu engeller. Bu nedenle sensör malzemelerinin her birinin belirli bir çalışma sıcaklığı vardır.

Çalışma sıcaklığı, gaz sensörleri için en önemli parametrelerden biridir. SILAR yöntemi ile elde edilen Fe₂O₃/FTO sensörünün optimum çalışma sıcaklığını belirleyebilmek için sabit 100 ppm CO gaz konsantrasyonunda oda sıcaklığı ile 360 °C sıcaklık aralığında 15 °C adımlarla sıcaklığın fonksiyonu olarak statik gaz ölçümleri yapıldı.

Şekil 5.4'te Fe₂O₃/FTO sensörün sıcaklığın fonksiyonu olarak statik gaz ölçümleri verilmiştir. Şekil 5.4'ten görüldüğü gibi sensörün 90 °C'den itibaren 100 ppm CO gazına karşı duyarlılık gösterdiği belirlendi. Statik gaz ölçümleri yardımıyla sensörün optimum çalışma sıcaklığı 285 °C olduğu tespit edildi. 285 °C çalışma sıcaklığında sensörün sabit 100 ppm CO gazına karşı duyarlılığı %47,8 olarak elde edildi. 285 °C'den sonra sensörün duyarlılığı azaldığı görüldü. 285 °C çalışma sıcaklığından sonra

sıcaklık arttıkça duyarlılıkta azalma gözlenmiştir. Bu azalma metal oksit yarıiletken sensörler için gözlenen bir durumdur. Belirli bir sıcaklıktan sonra duyarlılıktaki azalmanın sebebi ortamdaki karışık oksit fazlarıdır ve buna bağlı olarak sıcaklığın etkisi ile algılayıcı yüzey tarafından kimyasal olarak adsorblanan atomik ve moleküler oksijen tipi O^{-2} , O^{-} veya O_2^{-2} şeklinde olup, bu adsorblanan atomik ve moleküler oksijen tipleri yüzeydeki taşıyıcı elektron sayısını değiştirmeleridir (Yang vd., 2015; Mirzaei vd., 2016; Wang vd., 2016; Liu vd., 2020). Böylece Fe_2O_3/FTO sensörün dinamik gaz ölçümleri 285 °C çalışma sıcaklığında yapıldı.

6.4.2. Gaz konsantrasyona bağlı dinamik gaz algılama sonuçlarının değerlendirilmesi

Fe_2O_3/FTO sensörünün optimum çalışma sıcaklığı 285 °C olarak belirdikten sonra sensörün 285 °C'de 5 ppm ile 100 ppm aralığında CO gaz konsantrasyonlarında dinamik gaz algılama ölçümleri yapıldı. Fe_2O_3/FTO sensörünün dinamik gaz ölçümleri Şekil 5.5 ve Şekil 5.6'da ise duyarlılık-gaz konsantrasyonu grafiği verilmiştir. Şekil 5.5 ve Şekil 5.6'da görüldüğü üzere CO gaz konsantrasyonu arttıkça sensörün duyarlılığın arttığı gözlemlendi. Bunun nedeni algılayıcı yüzeyin daha fazla hedef gazla etkileşime girmesidir. CO gaz konsantrasyonunun artması ile algılayıcı yüzeyde gaz kimyasal olarak daha fazla oksijen iyon türleri ile reaksiyona girmekte ve reaksiyon sonucunda daha fazla elektron $\alpha-Fe_2O_3$ 'e geri transfer olmaktadır. Bu değişim sensörün duyarlılığını artırmaktadır (Mirzaei vd., 2016; Çorlu, 2017; Karaduman, 2017).

Fe_2O_3/FTO sensörün CO gazına maruz kalıldığında sensör duyarlılığının giderek arttığı, sensör yüzeyinin kuru havaya maruz bırakıldığında ise sensörün duyarlılığın başlangıç değerlerine geri döndüğü tespit edildi. Sensörün duyarlılık değeri 5 ppm CO gazı için %10 ve 100 ppm CO gazı için %47,8 olarak belirlendi. Tablo 6.2'de Fe_2O_3/FTO sensörünün 5 ppm ile 100 ppm aralığında CO gazı konsantrasyonu altında elde edilen duyarlılık değerleri verilmiştir. Fe_2O_3/FTO sensörünün 5 ppm ile 100 ppm aralığında CO gazı konsantrasyonlarına karşı gösterdiği yanıt zamanı grafiği Şekil 5.7'de verilmiştir. Sensörün 5 ppm ve 100 ppm CO gaz konsantrasyonları için yanıt zamanları sırasıyla 68 ve 32 s olarak bulundu.

Fe_2O_3/FTO sensörünün 5 ppm ile 100 ppm aralığında CO gazı konsantrasyonlarına karşı gösterdiği geri dönüş zamanı grafiği Şekil 5.8'de verilmiştir. Sensörün 5 ppm ve

100 ppm CO gaz konsantrasyonları için geri dönüş zamanları sırasıyla 54 ve 31 s olarak bulundu.

Tablo 6.2. Fe₂O₃/FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığındaki dinamik gaz algılama ölçüm sonuçları

Fe ₂ O ₃ /FTO Sensörü	SENSÖR DUYARLILIĞI					
	CO Gaz Konsantrasyonu					
	5 ppm	10 ppm	15 ppm	25 ppm	50 ppm	100 ppm
30 SILAR Turu	%10	%20,6	%28,8	%36,9	%42,1	%47,8

Fe₂O₃/FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığında ve 100 ppm kontrol grubu gaz konsantrasyonlarına karşı gösterdiği seçicilik ölçüm sonuçları Şekil 5.9’da verilmiştir. Sensörün CO gazı için diğer kontrol grubu gazlarına kıyasla çok daha yüksek duyarlılık gösterdiği görülmüştür.

Fe₂O₃/FTO sensörünün 285 °C çalışma sıcaklığında ve 100 ppm CO gaz konsantrasyonunda gösterdiği tekrarlanabilirlik ve kararlılık (stabilite) gaz algılama ölçüm sonuçları sırasıyla Şekil 5.10’da ve Şekil 5.11’de verilmiştir. Tekrarlanabilirlik ve kararlılık ticari bir gaz sensörü için önemli bir parametrelerdir. Tekrarlanabilirlik ve kararlılık aynı sensör tepkisini ifade eder ve geri dönüş karakterleri aynı test koşullarıyla her döngüde hemen hemen karşılaştırılmaktadır. Şekil 5.10’da sensörün yanıt ve geri dönüş karakterlerinin her döngüde birbirine çok yakın olduğu ve yanıtın belirgin bir düşüş göstermediği, sadece çok küçük dalgalanmaların olduğu görülmüştür. Şekil 11’den 60 gün boyunca tekrarlanan gaz ölçümlerinden sonra sensörün duyarlılığındaki değişim %4 olarak bulunmuştur. Bu değer, CO gazının tespiti için sensörün uzun süreli kararlılığa sahip olduğunu göstermektedir.

Bu sonuçlar ışığında, Fe₂O₃ ince filmlerin geniş yüzeylere film büyütme imkanı sunan, vakum gerektirmeyen, uygulanabilirliği ve kontrol edilebilen parametreleri açısından basit ve ucuz olması nedeniyle SILAR yöntemi ile büyütülebileceği ve bu ince filmlerin gaz sensörlerinde algılayıcı yüzey olarak kullanılabileceğini ve CO gazı algılayabilen gaz sensör sistemleri için umut verici bir malzeme olduğu görülmüştür. Sonraki çalışmalarda ise, SILAR yöntemi ile metal oksit yarıiletken ince film sensörlerin elde edilmesine ve kullanım amacına göre farklı çalışma sıcaklıklarında düşük güç tüketimine sahip sensörlerin üretilmesine devam edilecektir.

KAYNAKLAR

- Awang, Z. (2014) “Gas sensors: A review”, *Sens. Transducers*, 168(4), 61-75.
- Aydoğan, Ş., (2015) “Katihal Elektronik”, *Ankara Nobel Yayın Dağıtım*, 45-48 s.,
- Beyhan, M. (2003) “Atık çamurlar ve doğal malzemeler ile sulardan florür iyonu gideriminin araştırılması”, Doktora Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
- Bouhjar, F., Derbali, L., Marí, B. and Bessais, B. (2020) “Electrodeposited Cr-Doped α -Fe₂O₃ thin films active for photoelectrochemical water splitting”, *international journal of hydrogen energy*, 45(20), 11492-11501.
- Chaudhari, N. K. and Yu, J. S. (2008) “Size control synthesis of uniform β -FeOOH to high coercive field porous magnetic α -Fe₂O₃ nanorods”, *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(50), 19957-19962.
- Choi, Y., Lee, H., Kumbhar, V. S., Choi, Y. W., Kim, J. and Lee, K. (2020) “Enhancement of photoelectrochemical properties with α -Fe₂O₃ on surface modified FTO substrates”, *Ceramics International*, 46(12), 20012-20019.
- Cuong, N. D., Khieu, D. Q., Hoa, T. T., Quang, D. T., Viet, P. H., Dai Lam, T. ... and Van Hieu, N. (2015) “Facile synthesis of α -Fe₂O₃ nanoparticles for high-performance CO gas sensor”, *Materials Research Bulletin*, 68, 302-307.
- ÇAKIR, M. (2014) “Metal Oksit İnce Filmlerin Gaz Sensörü Uygulamalarının Araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, *Hacettepe Üniversitesi*, Ankara, 39.
- Çorlu, T., Karaduman, I., Yıldırım, M. A., Ateş, A. and Acar, S. (2016) “NH₃ sensing properties of nanostructure ZnO thin film prepared by SILAR method”, *High Temperatures-High Pressures*, 46, 155-165.
- Çorlu, T., Karaduman, I., Yildirim, M. A., Ateş, A. and Acar, S. (2017) “Effect of doping materials on the low-level NO gas sensing properties of ZnO thin films”, *Journal of Electronic Materials*, 46 (7), 3995-4002.
- Demircioğlu, A. and Demir, K. Ç. (2021) “Effects of Annealing on Structural, Morphological, and Corrosion Properties of α -Fe₂O₃ Thin Films”, *Journal of Electronic Materials*, 50(5), 2750-2760.
- Devkota, J., Ohodnicki, P. R. and Greve, D. W. (2017) “SAW sensors for chemical vapors and gases”, *Sensors*, 17(4), 801.
- Elbeyli, S., Erol, M., Birlik, I., Ebeoğlu, M. F., Mermer, Ö., Yiğit, R. ... and Çelik, E. (2014) “Gaz Sensörleri İçin Sol-jel Yöntemiyle Cam Altlıklar Üzerine Cu: SnO₂ Filmlerin Üretilmesi ve Karakterizasyonu”, *Afyon Kocatepe University Journal of Science & Engineering*, 14.

- Epp, J. (2016) “X-ray diffraction (XRD) techniques for materials characterization: In Materials characterization using nondestructive evaluation (NDE) methods”, **Woodhead Publishing**, pp. 81-124.
- Er, K. I. (2021) “Düşük Hidrojen Gaz Konsantrasyonunda Tungsten katkılı ZnO İnce filmlerin Gaz Sensörü Uygulamaları”, **Politeknik Dergisi**, 24(3), 1055-1062.
- Er, K. I., Çağırtekin, A. O., Ajjaq, A., Yıldırım, M. A., Ateş, A. and Acar, S. (2021) “Complex electrical impedance and modulus characterizations of ZnO: Sn thin films in a wide temperature range”, **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, 32(10), 13594-13609.
- Fareed, S. S., Mythili, N., Vijayaprasath, G., Chandramohan, R. and Ravi, G. (2018) “ α -Fe₂O₃ nanoparticles as a byproduct from the thin film (SILAR) deposition process: a study on the product”, **Materials Today: Proceedings**, 5(10), 20955-20965.
- Gang, Jian-Wei and Quar-fang Chen, (2005) “Developing Miniatur Nano structured Semi Conductor Metal Oxide Gas sensors”, **Sensors and Materials**, 18(4).
gideriminin araştırılması”, Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Hjiri, M., Aida, M. S. and Neri, G. (2019) “NO₂ selective sensor based on α -Fe₂O₃ nanoparticles synthesized via hydrothermal technique”, **Sensors**, 19(1), 167.
- Hong, S., Hong, Y., Jeong, Y., Jung, G., Shin, W., Park, J. ... and Lee, J. H. (2019) “Improved CO gas detection of Si MOSFET gas sensor with catalytic Pt decoration and pre-bias effect”, **Sensors and Actuators B: Chemical**, 300, 127040.
- Hosseinnejad, M. T., Shirazi, M., Ghoranneviss, M., Hantehzadeh, M. R. and Darabi, E. (2016) “Preparation of nanostructured ZnO thin films using magnetron sputtering for the gas sensors applications”, **Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials**, 26(2), 405-412.
- Hung, C. M., Hoa, N. D., Van Duy, N., Van Toan, N., Le, D. T. T. and Van Hieu, N. (2016) “Synthesis and gas-sensing characteristics of α -Fe₂O₃ hollow balls”, **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**, 1(1), 45-50.
- İskenderoglu, D. and Güney, H. (2017) “CdO: Ag İnce Filmlerinin SILAR Tekniği İle Büyütülmesi ve Karakterizasyonu”, **Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi**, 9(1), 128-135.
- İskenderoglu, D. and Güney, H. (2018) “CdO: Ag İnce Filmlerinin SILAR Tekniği İle Büyütülmesi ve Karakterizasyonu”, **Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi**, 9(1), 128-135.
- Jin, W., Chen, W., Li, Y., Zhao, C. and Dai, Y. (2011) “The effect of surface morphology on the response of Fe₂O₃-loaded vanadium oxide nanotubes gas sensor”, **Applied surface science**, 257(16), 7071-7075.

- Júnior, J. W. N., Monção, R. M., Bandeira, R. M., dos Santos Júnior, J. R., Araujo, J. F. D. F., Moura, J. V. B. ... and de Sousa, R. R. M. (2021) "Growth of α -Fe₂O₃ thin films by plasma deposition: Studies of structural, morphological, electrochemical, and thermal-optical properties", *Thin Solid Films*, 736, 138919.
- Kabure, A. A., Shirke, B. S., Mane, S. R., Garadkar, K. M., Sargar, B. M. and Pakhare, K. S. (2021) "LPG gas sensor activities of CeO₂-Fe₂O₃ nanocomposite thin film at optimum temperature", *Applied Physics A*, 127(9), 1-12.
- Karaduman, I. (2013) "Grafen yapıların karbon oksit ortamında elektriksel karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü*, Ankara, 28-30.
- Karaduman, I., Çorlu, T., Yıldırım, M.A., Ateş, A. and Acar, S. (2017) "Hydrogen gas sensing characteristics of nanostructured NiO thin films synthesized by SILAR Method", *Journal of Electronic Materials*, 46 (7), 4017-4023.
- Karaduman, I., Güngör, A. A., Nadaroğlu, H., Altundaş, A. and Acar, S. (2017) "Green synthesis of γ -Fe₂O₃ nanoparticles for methane gas sensing", *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28(21), 16094-16105.
- Karaduman, I., Yıldırım, M. A., Yıldırım, S. T., Ateş, A., Özdemir, Y. A. and Acar, S. (2017) "The effect of different doping elements on the CO gas sensing properties of ZnO nanostructures", *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28 (23), 18154-18163.
- Karthikeyan, S., Pandya, H. M., Sharma, M. U. and Gopal, K. (2015) "Gas sensors-a review", *J. Environ. Nanotechnol*, 4(4), 1-14.
- Khakpour, Z., Pourfarahani, H., Maghsoudipour, A., and Ebadzadeh, T. (2018) "Synthesis and deposition of hematite nanoparticles on Fluorine-doped Tin Oxide (FTO) glass substrates", *Materials Today: Proceedings*, 5(7), 15828-15835.
- Kretschmar, M., Welsby, S. and Precision, L. (2005) "Capacitive and inductive displacement sensors", *In Sensor Technology Handbook* (pp. 193-222). Newnes.
- Lee, J. and Lim, S. H. (2015) "Review on Sensor Technology to Detect Toxic Gases", *Journal of Sensor Science and Technology*, 24(5), 311-318.
- Li, Z., Huang, Y., Zhang, S., Chen, W., Kuang, Z., Ao, D. ... and Fu, Y. (2015) "A fast response and recovery H₂S gas sensor based on α -Fe₂O₃ nanoparticles with ppb level detection limit", *Journal of hazardous materials*, 300, 167-174.
- Liang, S., Li, J., Wang, F., Qin, J., Lai, X. and Jiang, X. (2017) "Highly sensitive acetone gas sensor based on ultrafine α -Fe₂O₃ nanoparticles", *Sensors and Actuators B: Chemical*, 238, 923-927.

- Liang, Y. C. and Hsu, Y. W. (2021) “Enhanced Sensing Ability of Brush-Like Fe₂O₃-ZnO Nanostructures towards NO₂ Gas via Manipulating Material Synergistic Effect”, *International Journal of Molecular Sciences*, 22(13), 6884.
- Lin, J. Y., Zhang, A. J. and Huang, S. H. (2018) “Fe₂O₃ nanowires for thermoelectric nitrogen dioxide gas sensor”, *AIP Advances*, 8(12), 125111.
- Liu, L., Fu, S., Lv, X., Yue, L., Fan, L., Yu, H. ... and Zhu, W. (2020) “A gas sensor with Fe₂O₃ nanospheres based on trimethylamine detection for the rapid assessment of spoilage degree in fish”, *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, 1120.
- Liu, Q., Chen, C., Yuan, G., Huang, X., Lü, X., Cao, Y. ... and Zhu, P. (2017) “Morphology-controlled α -Fe₂O₃ nanostructures on FTO substrates for photoelectrochemical water oxidation”, *Journal of Alloys and Compounds*, 715, 230-236.
- Lu, J. G., Chang, P. and Fan, Z. (2006) “Quasi-one-dimensional metal oxide materials—Synthesis, properties and applications”, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 52(1-3), 49-91.
- Ma, Y., Xie, X. Y., Chen, H. Y., Zhang, T. H. and Debela, T. T. (2021) “The growth mode of α -Fe₂O₃ thin films by DC magnetron sputtering”, *Vacuum*, 194, 110625.
- Machreki, M., Chouki, T., Martelanc, M., Butinar, L., Vodopivec, B. M. and Emin, S. (2021) “Preparation of porous α -Fe₂O₃ thin films for efficient photoelectrocatalytic degradation of basic blue 41 dye”, *Journal of environmental chemical engineering*, 9(4), 105495.
- Mazet, V. (2005) “Développement de méthodes de traitement de signaux spectroscopiques: estimation de la ligne de base et du spectre de raies”, Doctoral dissertation, *Université Henri Poincaré-Nancy 1*.
- Mirzaei, A., Hashemi, B. and Janghorban, K. (2016) “ α -Fe₂O₃ based nanomaterials as gas sensors”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 27(4), 3109-3144.
- Mishra, M. and Chun, D. M. (2015) “ α -Fe₂O₃ as a photocatalytic material: A review”, *Applied Catalysis A: General*, 498, 126-141.
- Mulmudi, H. K., Mathews, N., Dou, X. C., Xi, L. F., Pramana, S. S., Lam, Y. M. and Mhaisalkar, S. G. (2011) “Controlled growth of hematite (α -Fe₂O₃) nanorod array on fluorine doped tin oxide: synthesis and photoelectrochemical properties”, *Electrochemistry Communications*, 13(9), 951-954.
- Pathan, H. M. and Lokhande, C. D. (2004) “Deposition of metal chalcogenide thin films by successive ionic layer adsorption and reaction (SILAR) method”, *Bulletin of Materials Science*, 27(2), 85-111.
- Patil, U. V., Rout, C. S. and Late, D. J. (2015) “Impedimetric humidity sensor based on α -Fe₂O₃ nanoparticles”, *Advanced Device Materials*, 1(3), 88-92.

- Pearnton, S. J., Ren, F., Wang, Y. L., Chu, B. H., Chen, K. H., Chang, C. Y. ... and Norton, D. P. (2010) "Recent advances in wide bandgap semiconductor biological and gas sensors", **Progress in Materials Science**, 55(1), 1-59.
- Rahman, G., Najaf, Z., and Mian, S. A. (2020) "Investigation of the structural, optical, and photoelectrochemical properties of α -Fe₂O₃ nanorods synthesized via a facile chemical bath deposition", **Optik**, 200, 163454.
- Saritas, S., Kundakci, M., Coban, O., Tuzemen, S. and Yildirim, M. (2018) "Ni: Fe₂O₃, Mg: Fe₂O₃ and Fe₂O₃ thin films gas sensor application", **Physica B: Condensed Matter**, 541, 14-18.
- Satyanarayana, L., Reddy, K. M. and Manorama, S. V. (2003) "Synthesis of nanocrystalline Ni_{1-x}CoxMnxFe_{2-x}O₄: a material for liquefied petroleum gas sensing", **Sensors and Actuators B: Chemical**, 89(1-2), 62-67.
- Seiyama, T., Kato, A., Fujiishi, K. and Nagatani, M. (1962) "A new detector for gaseous components using semiconductive thin films", **Analytical Chemistry**, 34(11), 1502-1503.
- Si, S., Li, C., Wang, X., Peng, Q. and Li, Y. (2006) "Fe₂O₃/ZnO core-shell nanorods for gas sensors", **Sensors and Actuators B: Chemical**, 119(1), 52-56.
- Song, H., Xia, L., Jia, X. and Yang, W. (2018) "Polyhedral α -Fe₂O₃ crystals@ RGO nanocomposites: synthesis, characterization, and application in gas sensing", **Journal of Alloys and Compounds**, 732, 191-200.
- Sönmezoğlu, S., Mehmed, K. O. Ç. and Seçkin, A. K. I. N. (2012) "İnce film üretim teknikleri", **Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Bilimleri Dergisi**, 28(5), 389-404.
- Su, D., Kim, H. S., Kim, W. S. and Wang, G. (2012) "Synthesis of tuneable porous hematites (α -Fe₂O₃) for gas sensing and lithium storage in lithium ion batteries", **Microporous and Mesoporous Materials**, 149(1), 36-45.
- Tang, H., Yan, M., Zhang, H., Li, S., Ma, X., Wang, M. and Yang, D. (2006) "A selective NH₃ gas sensor based on Fe₂O₃-ZnO nanocomposites at room temperature", **Sensors and Actuators B: Chemical**, 114(2), 910-915.
- Tarik, A. S. A. R., Korkmaz, B., Efkere, H. İ., Nihan, A. K. I. N. and Özçelik, S. (2018) "In₂O₃ ince filmlerin yapısal, morfolojik, optik ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi: gaz sensörü uygulamaları", **Politeknik Dergisi**, 21(2), 265-271.
- Tong, X. D., Dong, X. Y. and Sun, Y. (2002) "Lysozyme adsorption and purification by expanded bed chromatography with a small-sized dense adsorbent", **Biochemical Engineering Journal**, 12(2), 117-124.
- Wang, C., Zeng, W., Luo, L., Zhang, P. and Wang, Z. (2016) "Gas-sensing properties and mechanisms of Cu-doped SnO₂ spheres towards H₂S", **Ceramics International**, 42, 10006-10013.

- Wang, X., Sakai, G., Shimanoe, K., Miura, N. and Yamazoe, N. (1997) “Spin-coated thin films of SiO₂–WO₃ composites for detection of sub-ppm NO₂”, ***Sensors and Actuators B: Chemical***, 45(2), 141-146.
- Wang, X., Wang, T., Si, G., Li, Y., Zhang, S., Deng, X. and Xu, X. (2020) “Oxygen vacancy defects engineering on Ce-doped α -Fe₂O₃ gas sensor for reducing gases”, ***Sensors and Actuators B: Chemical***, 302, 127165.
- Wu, Z., Li, Z., Li, H., Sun, M., Han, S., Cai, C. ... and Fu, Y. (2019) “Ultrafast response/recovery and high selectivity of the H₂S gas sensor based on α -Fe₂O₃ nano-ellipsoids from one-step hydrothermal synthesis”, ***ACS applied materials and interfaces***, 11(13), 12761-12769.
- Yang, F. and Guo, Z. (2015). “Comparison of the enhanced gas sensing properties of tin dioxide samples doped with different catalytic transition elements”, ***Journal of Colloid and Interface Science***, 448, 265-274.
- Yıldırım, M. A. (2010) “SILAR tekniği ile büyütülen ZnO ve CdO ince filmlerinin karakterizasyonu ve sandviç yapılarda kullanılması”, Doktora Tezi, ***Atatürk Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü***, Erzurum, 16-18, 67-69, 76-77.
- Yıldırım, M. A., Yıldırım, S. T., Cavanmirza, İ. and Ateş, A. (2016) “Chemically synthesis and characterization of MnS thin films by SILAR method”, ***Chemical Physics Letters***, 647, 73-78.
- Zhang, S., Yang, M., Liang, K., Turak, A., Zhang, B., Meng, D. ... and Yang, M. (2019) “An acetone gas sensor based on nanosized Pt-loaded Fe₂O₃ nanocubes”, ***Sensors and Actuators B: Chemical***, 290, 59-67.

EKLER

Ek-1. Tez Çalışması Süresince Yapılan Akademik Çalışmalar

JANABI, H. ve Yıldırım, M. (2022) “Fe₂O₃ / FTO GAZ SENSÖRÜNÜN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU”, *3.Uluslararası Mühendislik Bilimleri ve Multidisipliner Yaklaşımlar Kongresi*, 790.

