



**MAGNETRON SAÇTIRMA TEKNİĞİ İLE
ALÜMİNA SERAMİK ÜZERİ
METALİZASYON AMAÇLI İNCE FİLM
ÜRETİMİ**

**Yüksek Lisans Tezi
Sercan Sadık ERDEM
Eskişehir 2024**

**MAGNETRON SAÇTIRMA TEKNİĞİ İLE ALÜMİNA SERAMİK ÜZERİ
METALİZASYON AMAÇLI İNCE FİLM ÜRETİMİ**

Sercan Sadık ERDEM

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fizik Anabilim Dalı

Yüksek Enerji ve Plazma Fiziği Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Abidin KILIÇ

Eskişehir

Eskişehir Teknik Üniversitesi

Lisansüstü Bilimleri Enstitüsü

Ağustos 2024

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Sercan Sadık ERDEM'nin "Magnetron saçtırma tekniği ile alümina seramik üzeri metalizasyon amaçlı ince film üretimi" başlıklı tezi 09/08/2024 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek "Eskişehir Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği"nin ilgili maddeleri uyarınca, Fizik Anabilim dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

<u>Jüri Üyeleri</u>	<u>Unvanı Adı Soyadı</u>	<u>İmza</u>
Üye (Tez danışmanı)	: Prof. Dr. Abidin KILIÇ	
Üye	: Prof. Dr. Arif KIVRAK	
Üye	: Dr. Öğr. Üyesi. Özge BAĞLAYAN	

Prof. Dr. Semra KURAMA
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

DANIřMAN ONAYI

Daniřmanlıđını yrttđm yksek lisans đrencisi Sercan Sadık ERDEM, MAGNETRON SAÇTIRMA TEKNIđİ İLE ALMİNA SERAMİK ZERİ METALİZASYON AMAÇLI İNCE FİLM RETİMİ bařlıklı tez alıřmasını tamamlamıřtır. Hazırlamıř olduđu tez tarafımca incelenmiř ve đrencinin tez savunma sınavına alınması bilimsel ve etik aıdan uygun grlmřtr.

Prof. Dr. Abidin KILIÇ

ÖZET

MAGNETRON SAÇTIRMA TEKNİĞİ İLE ALÜMİNA SERAMİK ÜZERİ METALİZASYON AMAÇLI İNCE FİLM ÜRETİMİ VE İNCELENMESİ

Sercan Sadık ERDEM

Fizik Anabilim Dalı / Yüksek Enerji ve Plazma Fiziği Bilim Dalı

Eskişehir Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Ağustos 2024

Danışman: Prof. Dr. Abidin KILIÇ

Metal türü elementler, tarihte her zaman ilgi çekici malzemeler arasında yer almıştır. Bu elementler, sergiledikleri üstün fiziksel, kimyasal ve elektrokimyasal özellikler nedeniyle çeşitli uygulama alanlarında kullanılmaktadır. Bu nedenle, bu tez çalışmasında titanyum (Ti), gümüş (Ag) ve bakır (Cu) gibi metal malzemeler, ince film olarak alümina (Al_2O_3) üzerine magnetron püskürtme tekniği kullanılarak üretilmiştir.

Yüzeysel ölçümler sonucunda, katmanlı yapının pürüzlülük değerlerinin yüksek olduğu belirlenmiştir. Bu durum, seramik alt tabakaların yüzeyindeki pürüzlülüğün kaynaklanmaktadır. Üretilen ince filmlerin pürüzlülük değeri (R_q) ise nanometre mertebesinde. Bu sonuç, kullanılan kaplama yöntemi ile metal filmlerde nano mertebesinde yüzeyler elde edilebildiğini ispatlamaktadır.

FESEM görüntülerinde, metal yüzeylerde herhangi bir çatlak görülmemektedir. Bu sonuç, kullanılan katman ve kaplama tekniğinin uygun ve başarılı olduğunu göstermektedir. Ancak, FESEM görüntülerinde yüzeyin gözenekli olduğu ve çok sayıda pik ve çukur bulunduğu gözlemlenmiştir.

Üretilen katmanlı ince filmlerin Raman ölçümü sonrasında elde edilen pikler, bakır malzemesine aittir. Üretilen filmlerin inceliğinden dolayı, Raman desenlerindeki bazı pikler gümüşten kaynaklanmıştır. Raman spektrumu sonucunda piklerin şiddeti azalmıştır. Bu çalışmada kaplanan yapılardan elde edilen Raman desenlerinde pik merkezlerinde kayma gözlemlenmiştir. Bu kaymanın nedeni, kaplama sırasında ve alt katmanlardan kaynaklanan stres veya kusurlardır. Literatüre göre bu kayma, üretilen filmlerin ortalama tane boyut farkından kaynaklanabilir. Bakır filmin ortalama tane boyutunun azalması, x-ekseninde dalga sayısının daha yüksek değerlere doğru kaymasına veya kırmızı kayma (red shift) olarak adlandırılan olaya yol açmıştır. Red shift olayı, yüzeyin gözenekli olması ve kaplama sırasında oluşan çeşitli kusurların yoğunluğu ile ilişkilendirilebilir. Bu olay, nano boyutta çeşitli araştırmacılar tarafından raporlanmıştır.

Anahtar Sözcükler: Magnetron saçtırma, İnce film, Alümina seramik, Fiziksel özellikler, Fiziksel buhar biriktirme.

ABSTRACT

PRODUCTION AND INVESTIGATION OF THIN FILM ON ALUMINA CERAMIC FOR METALIZATION USING MAGNETRON SPUTTERING TECHNIQUE

Sercan Sadık ERDEM

Department of Physics / Department of High Energy and Plasma Physics

Eskişehir Technical University, Institute of Graduate Programs, August 2024

Supervisor: Prof. Dr. Abidin KILIÇ

Metallic elements have always been intriguing materials throughout history. Due to their superior physical, chemical, and electrochemical properties, these elements are used in various application areas. Therefore, in this thesis, metal materials such as titanium (Ti), silver (Ag), and copper (Cu) were produced as thin films on alumina (Al_2O_3) using the magnetron sputtering technique.

Surface measurements revealed that the layered structure's roughness values were high. This situation is attributed to the roughness of the ceramic substrates. The roughness value (R_q) of the produced thin films is in the nanometer range. This result demonstrates that the coating method can achieve nanometer-scale surfaces in metal films.

No cracks were observed on the metal surfaces in FESEM images, which indicates that the layer and coating technique used is appropriate and successful. However, the images also showed that the surface is porous and contains numerous peaks and valleys.

The peaks obtained from the Raman measurements of the produced layered thin films belong to the copper material. Due to the thinness of the produced films, some peaks in the Raman patterns originated from silver. The intensity of the peaks decreased as a result of the Raman spectrum. In this study, shifts were observed in the peak centers of the Raman patterns obtained from the coated structures. This shift is due to stress or defects arising during coating and from the underlying layers. According to the literature, this shift can be attributed to differences in the average grain size of the produced films. The decrease in the average grain size of the copper film caused a shift in the wave number on the x-axis towards higher values, known as the redshift. The red shift phenomenon can be explained by the porosity of the surface and the density of various defects formed during coating. This phenomenon has been reported by multiple researchers at the nano-scale.

Keywords: Magnetron sputtering, Thin film, Alumina ceramic, Physical properties, Physical vapor deposition.

TEŞEKKÜR

Bu tezin konusu, deneysel çalışmaların yönlendirilmesi, sonuçların değerlendirilmesi ve yazım sürecinde değerli katkıları ile rehberlik eden danışmanım Sayın Prof. Dr. Abidin KILIÇ’a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Bu süreçte öneri ve eleştirileriyle beni destekleyen Sayın Mehmet Kazım KÜÇÜKTURHAN’a, laboratuvar çalışmalarım boyunca yardımlarını esirgemeyen mesai arkadaşlarım Dr. Eren ONUKLU, Emir ENÖNLÜ, Mevlüt BALABAN, İbrahim ERGÜN’e ve SAVRONİK A.Ş. yönetimine gönülden teşekkürlerimi sunarım.

Hayatım boyunca bana örnek olan, güven ve ilgilerini hiçbir zaman eksik etmeyen sevgili annem Hatice ERDEM ve sevgili babam Necip Sadık ERDEM’e, desteğini her zaman yanımda hissettiğim canım ikiz kardeşim Ercan Mehmet ERDEM’e sonsuz teşekkür ediyorum.

Bu çalışmayı, hayatımın her alanında sevgisi ve sabrıyla yanımda olan sevgili eşim Gözde ERDEM’e, en değerli hazinelerim olan ve varlıklarıyla bana daima ilham veren güzel kızlarım İklim ERDEM ve İdil ERDEM’e ithaf ediyorum.

“Sevgili kızlarım, her birinizin yüreğinde parlayan ışık, aklın ve bilimin rehberliğinde yolunuzu aydınlatsın. Yürüdüğünüz yolda kalbimin ritmi her zaman sizinle olacak ve attığınız her adımda yanınızda olacağım.”

Sercan Sadık ERDEM

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Eskişehir Teknik Üniversitesi tarafından kullanılan “bilimsel intihal tespit programı”yla tarandığını ve hiçbir şekilde “intihal içermediğini” beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Sercan Sadık ERDEM

İÇİNDEKİLER

Sayfa

BAŞLIK SAYFASI	I
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI.....	II
DANIŞMAN ONAYI	III
ÖZET.....	IV
ABSTRACT.....	V
TEŞEKKÜR	VI
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ.....	VII
İÇİNDEKİLER	VIII
TABLolar/ÇİZELGELER DİZİNİ	X
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	XI
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	XII
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	4
2.1. Seramik Mazlemeler	5
2.2. Alümina (Al_2O_3)	8
2.3. İnce Filmler.....	10
2.4. Ti/Ag/Cu İnce Filmler.....	13
2.5. Ag–Cu–Ti/Alümina Arayüzündeki Fazlar	16
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	20
3.1. Malzemeler	20
3.2. Kaplama Aşaması	21
3.3. Kaplama Yöntemi	22
3.4. Karakterizasyon Teknikleri.....	28
3.4.1. Fiziksel özellikleri	28
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	30
4.1. Yüzeysel Özellikler.....	30
4.2. Element analizi	35
4.3. Mikro-Yapısal Özellikler.....	37
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	39
5.1. Sonuç ve tartışma	39

5.2. Öneriler	40
KAYNAKÇA.....	42
ÖZGEÇMİŞ	



TABLÖLAR/ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 2.1. Çeşitli Ag–Cu–Ti/Al ₂ O ₃ arayüzlerinde gözlemlenen fazlar. ^b İzole Ti ₂ O parçacıkları γ -TiO ve Ti ₃ Cu ₃ O katmanları arasında gözlemlendi. ^c En sık gözlemlenen mikro yapı. İzole Ti ₂ O parçacıkları γ -TiO katmanında, TiO içermeyen izole Ti ₃ Cu ₃ O alanları ve ara sıra bir Cu-Al-O fazı ile birlikte gözlemlendi. ^d 800–1050 °C için 30 dk ve 850 °C için 0–60 dk kullanıldı. ^e Toplam reaksiyon katman kalınlığının Tp ve τ ile önemli ölçüde değiştiği bulunmuştur	17
Çizelge 3.1. Tez de kullanılan targetlerin detaylı parametreleri.....	20
Çizelge 3.2. Tezde kaplama sırasında uygulanan etken parametreler	22
Çizelge 4.1. Kaplama öncesi ve sonrası AFM ölçümünden elde edilen etken yüzey parametreleri	33
Çizelge 4.2. Kaplama sonrası EDS cihazı kullanarak element analizi soncunda yüzeyden alınan noktasal ölçüm.....	37

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. Polikristalin seramiklerin özel yöntem ile işlenmesi.....	6
Şekil 2.2. Oda sıcaklığında çeşitli malzemeler için iletkenlik ölçeği.....	13
Şekil 2.3. Eremenko ve diğerleri (1970) tarafından Ag–Cu–Ti sıvı arayüzeyi. Karıştırılabilirlik boşluğunun sınırı — * — ile gösterilmiştir. Ticusil ® bileşimi ile işaretlenmiştir ve bu bileşim için bir ayrılma yolu L1 67Ag– 31.3Cu–1.7Ti at.% (%81) ve L2 6.7Ag–60.5Cu–32.8Ti at.% (%19) sıvılarını gösteren oklarla gösterilmiştir	14
Şekil 3.1. Tüm kullanılan malzemeler a, d, g) sırasıyla kullanılan Ti, Ag ve Cu targetler, b, e, h) altlıklar üzerine kaplama yapıldıktan sonraki fotoğraf ve c, f, i) örnek olarak gösterilen kaplamanın son hali	21
Şekil 3.2. Bir RF magnetron püskürtme tekniğinin şeması.....	23
Şekil 3.3. Bir basit DC elektriksel deşarjın şeması	25
Şekil 3.4. Asal gazların Paşen eğrisi	26
Şekil 3.5. Bir DC deşarjın Akım-Voltaj karakteristiği	27
Şekil 4.1. Kaplanmamış Al ₂ O ₃ altlıkların iki ve üç boyutlu yüzey görüntüleri	31
Şekil 4.2. Kaplanmış katmanlı ince filmlerin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri.....	32
Şekil 4.3. Kaplanan katmanlı ince filmlerin FESEM cihazı kullanarak yüzey görüntüleri ve katman kalınlık değerleri (C serisi).....	34
Şekil 4.4. Kaplanan katmanlı ince filmlerin FESEM cihazı kullanarak yüzey görüntüleri ve katman kalınlık değerleri (L serisi)	35
Şekil 4.5. Üretilen katmanlı ince filmlerin çizgisel yüzey element analiz sonucu.....	36
Şekil 4.6. Kaplanan katmanlı ince filmlerin yüzeyden alınan noktasal EDS ölçüm sonuçları.....	36
Şekil 4.7. Üretilen katmanlı ince filmlerin Al ₂ O ₃ seramikler üzerindeki Raman spektrumu	38

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

α	: Alfa
β	: Beta
BCC	: Vücut merkezli kübik
HCP	: Altıgensel sıkı paketlenmiş
Ti	: Titanyum
Ag	: Gümüş
Cu	: Bakır
Al	: Alüminüm
O	: Oksijen
N	: Azot
C	: Karbon
Mo	: Molibden
V	: Vanadyum
Si	: Silikon
Cr	: Krom
FCC	: Yüz merkezli kübik
M. Ö	: Milattan önce
HİP	: Sıcak izostatik presleme
Al ₂ O ₃	: Alümina
CTE	: Termal Genleşme katsayısı
TLP	: Geçici sıvı faz
K _{eq}	: Reaksiyonun denge sabiti
W	: Watt
K	: Kelvin
C	: Santigrad
g	: Gram
m	: Metre
nm	: Nano-metre
DC	: Direkt akım
RF	: Radyo frekans
AC	: Alternatif akım

d : Katot-Anot mesafe
 J : Akım yoğunluğu
 e : Elektron yükü



1. GİRİŞ VE AMAÇ

Metal türü malzemeler çeşitli alanlarda geniş bir kullanım yelpazesine sahip olup, bu tür malzemeler çok sayıda element içermektedir. Günümüzde birçok metal, farklı uygulama alanları için çeşitli araştırmacılar tarafından kullanılmaktadır. Bu malzemeler arasında yer alan titanyum (Ti), gümüş (Ag) ve bakır (Cu) gibi metal grubu malzemeler diğer metallere kıyasla akademik araştırmacılar ve sanayi tarafından daha fazla ilgi görmektedir. Bunun nedeni, bu elementlerin diğerlerine göre daha üstün fiziksel, kimyasal ve elektrokimyasal özelliklere sahip olmalarıdır.

Oda sıcaklığında titanyum (Ti) kristal yapı olarak altıgensel sıkı paketlenmiş (HCP, α -fazı) bir yapıdadır. Titanyumun sıcaklığı arttıkça, 882,5°C'deki beta dönüşüm noktasında vücut merkezli kübik yapıya (BCC, β -fazı) dönüşür ve sonunda 1678°C'de erir [1]. Bu metal türü malzeme mükemmel korozyon direncine, düşük yoğunluğa ve yüksek biyouyumluluğa sahiptir. Bu özellikler titanyumu çeşitli uygulamalarda tercih edilen bir malzeme haline getirir. Ancak, titanyumun biyoyatsız doğası ve optimal olmayan mekaniksel özellikleri, bu elementin uygulamalardaki ömrünü 15-20 yıla sınırlar [2]. Bu sorunları gidermek için titanyum alaşımları alternatif malzemeler olarak ortaya çıkmıştır. Titanyum alaşımları, oda sıcaklığındaki mikro yapılarına bağlı olarak α , α -yakını, $\alpha+\beta$, meta kararlı β ve kararlı β olmak üzere çeşitli kategorilere ayrılabilir. Titanyuma eklenen alaşım elementleri üç kısımda sınıflandırılır [3]:

- i) α -faz kararlaştırıcılar (örn. Al, O, N ve C),
- ii) β -faz kararlaştırıcılar (örn. Mo, V, Nb, Ta, Fe, W, Cr, Si, Ni, Co, Mn ve H)
ve
- iii) nötr alaşım elementleri (örn. Zr). α ve α -yakını titanyum alaşımları üstün korozyon direnci gösterir.

Bununla birlikte, α faz mikro yapısını korumak için ısıtıl işlem uygulanamaması nedeniyle mekanik özelliklerini kontrol etme yeteneği sınırlıdır. Diğer taraftan, β titanyum alaşımları, BCC kristal yapısı nedeniyle daha düşük sıcaklıklarda bile şekillendirilebilir. Bu özellik onları karmaşık geometriler için ideal hale getirir. Her iki fazın avantajlarını bir araya getiren $\alpha + \beta$ titanyum alaşımları, daha yüksek çekme mukavemeti, kırılma tokluğu ve aşınma direnci sergiler. Isıl işlem uygulanabilirlikleri, karmaşık geometrilerin üretimini mümkün kılarak onları çeşitli uygulamalar için ideal hale getirir [4, 5].

Son yıllarda, gümüşün nano boyuttaki kullanımı düşük emisyonlu pencereler [6, 7], saydam iletken elektrotlar [8-10], güneş pili teknolojisi [11] ve ışığın dalga boyu altı haps edilmesi [12, 13] gibi uygulamaların geliştirilmesine kadar uzanmıştır. Gümüş filmlerinin (veya nanopartiküllerinin) optik ve elektriksel olarak aktif hale geldiği aşırı küçük ölçek, cihazların genel performansını altlık, ara katman, yüzey işlemi ve büyüme mekanizmalarına oldukça bağımlı hale getirir [14, 15]. Gümüş ve diğer geçiş metallerinin oksit yüzeylerine biriktirilmesi sırasında büyüme mekanizması, adatom yakalama yoluyla ilk nükleasyon bölgelerinin oluşup nano kümeler (veya nano adalara) genişlediği ve ardından ince bir sürekli film oluşturduğu bir yüzey difüzyonu, nükleasyon ve kaynaşma süreci olarak açıklanmıştır [16].

Gümüş ince filmlerin özelliklerinin, büyümenin farklı aşamalarında büyük farklılıklar göstermesi beklenmektedir. Bu durum, nano boyutta gümüşe dayalı çok çeşitli uygulamaların varlığı ile de desteklenmektedir. Gümüş parçacıklarının veya kümelerinin yüzeyde toplanması, gelen elektromanyetik radyasyonu absorbe eden yerelleşmiş bir serbest elektron konsantrasyonu olarak düşünülebilir. Kümeler veya adalar genişledikçe birbirine bağlanarak nihayetinde sürekli bir film oluştururlar. Bu geçişe perkolasyon eşiği denir. Bu eşik, aynı zamanda ayrı nano kümelerin ısıyı yansıtan özelliklere sahip sürekli iletken bir film haline gelmesi arasındaki evrimi de işaret eder.

Bakır ince filmler, bir altlık malzemesi üzerine biriktirilen mikroskobik bakır katmanlarıdır. Bu filmler, bakırın olağanüstü özelliklerini miras almaları ve nanometre ölçeğinde kazandıkları benzersiz özellikler nedeniyle modern teknolojinin temel taşı haline gelmiştir. Bakır hacimsel yapısında yüz merkezli kübik (FCC) kristal yapıya sahiptir. Bu, bakır atomlarının kübik bir örgü içerisinde oldukça simetrik bir şekilde düzenlenmesi anlamına gelir. İlginç bir şekilde, bakır ince filmler biriktirme yöntemine ve büyüme koşullarına bağlı olarak kristal yapılarında farklılıklar gösterebilir. Bazı filmler FCC yapıyı korurken, bazıları ise altıgensel sıkı paketlenmiş (HCP) yapı gibi farklı bir düzenleme sergileyebilir.

Bir bakır ince filmin kristal yapısını anlamak çok önemlidir çünkü bu yapı, çeşitli özellikleri önemli ölçüde etkilemektedir. İyi kristalleşmiş ve düzenlenmiş bir FCC yapısı, elektronların hareketini kolaylaştırır ve yüksek iletkenliğe yol açar. Atomların düzenlenmesi, filmin mukavemetini, sünekliğini ve strese karşı direncini etkiler. Kristal yapısı ayrıca ısıнын film boyunca ne kadar etkin bir şekilde iletileceğini de belirler. Bakır ince filmler onları çeşitli uygulamalar için oldukça cazip kılan birçok özellik sunar:

Bakır, ince film ölçeğinde bile birinci sınıf bir elektrik iletkeni olarak kalır. Bu da onu elektriksel bağlantılar, elektrotlar ve diğer akım taşıyan bileşenler için ideal hale getirir. Bu tür ince filmler ısıyı etkili bir şekilde iletir ve bu da onları minyatürleştirilmiş elektronik cihazlar için ısı emicilerinde ve termal yönetim sistemlerinde kullanışlı kılar.

Bakırın bu doğal özellikleri ince filmlere de yansır ve çeşitli altlıklar üzerinde esnek tasarımlar ve daha kolay film oluşumu sağlar. Bakır ince filmler ile ışık etkileşimi özelleştirilebilir. Ultra ince filmler kısmen saydam olabilirken, daha kalın filmler yüksek yansıtıcı hale gelir ve dokunmatik ekranlar veya koruma gibi uygulamalarda faydalıdır.

Bakır genellikle çeşitli yüzeylere iyi yapışır ve güçlü film oluşumunu kolaylaştırır. Ancak, yüzey hazırlığı ve biriktirme teknikleri yapışma mukavemetini etkileyebilir. Bu özellikler, film kalınlığının ve yapısının hassas bir şekilde kontrol edilebilmesiyle birlikte, bakır ince filmleri çeşitli teknolojik uygulamalar için çok yönlü hale getirmektedir.

Bu tez araştırmasında önemli metal elementlerden titanyum (Ti), gümüş (Ag) ve bakır (Cu), ince film olarak alümina seramik alt tabakalar üzerine kaplanmıştır. Bu çalışma üç farklı amaç ve parametreyi incelemek üzere planlanmıştır. Katmanlı yapılar, farklı uygulama alanlarında kullanılmaktadır. Ancak, bu yapının en önemli kullanım alanı sert lehimleme veya brazing olarak bilinen alandır. Bu yapılar, sert lehimlemede dolgu malzemesi olarak kullanılmaktadır. Literatürde yapılan araştırmalar ve incelemelerle karşılaştırıldığında, bu çalışmada elde edilen katman kalınlıkları tamamen nanometre mertebesinde. Diğer çalışmalarda ise bu kalınlıklar mikrometre seviyesindedir. Sert lehimleme alanında çeşitli katmanlı yapılar dolgu malzemesi olarak kullanılmıştır ve bu yayınlarda en sık kullanılan yapılar Ti, Ag ve Cu gibi metal filmler olmuştur. Bu tür katmanlı dolgu yapıları genellikle yurt dışından temin edilmektedir. Bu tez çalışmasında ise, bu yapı fiziksel buhar biriktirme tekniği kullanılarak üretilmiştir. Ayrıca, fiziksel özellikleri incelemek amacıyla iki farklı yapı oluşturulmuştur. Bu nedenle, Ag ve Cu katmanlarının yer değiştirerek fiziksel ölçüm sonuçlarına olan etkileri incelenmiştir. Seramik alt tabakalar, biyomedikal alanlardan vakum odalarına kadar çeşitli uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu alandaki en büyük sorun, metal malzemelerin seramik türü malzemelere iyi ve başarılı bir şekilde yapışmasıdır. Bu nedenle, sert lehimleme burada büyük ve önemli bir rol oynamaktadır.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Geçmişte, seramikler öncelikle ev eşyaları ve sanat eserleri için kullanılıyordu. Bununla birlikte, seramikler genel olarak metallere göre daha güçlü, daha refrakter, termal olarak daha az genleşen veya iletken ve elektriksel olarak daha az iletkenidir. Mühendislik malzemeleri olarak giderek daha önemli hale gelmektedirler. Mühendislik uygulamalarında kullanılan ince seramikler (aynı zamanda yapısal seramikler olarak da bilinir), ince tane boyutları ve yüksek yoğunlukları nedeniyle "geleneksel" seramiklerden çok daha güçlüdür. Bu üstün özellikler, yapısal seramikleri otomotiv, nükleer ve havacılık endüstrilerinde kullanım için çok çekici kılmaktadır. Potansiyel bir uygulama, güç tüketen soğutma gereksinimlerine olan ihtiyacı ortadan kaldıran, yapısal seramikten yapılmış bir yanma odası ile tasarlanan otomobil ve kamyonlara yönelik yüksek verimli dizel motorlardır [17]. Sıcak gaz akış yolunda soğutulmamış seramik bileşenler kullanan gaz türbini motorları, türbin giriş sıcaklığının 1370°C'ye çıkmasına olanak tanır ve motor verimliliğinde ve özgül güçte önemli iyileştirmeler sağlar [18].

Uygulamalar ne olursa olsun, seramikler sıklıkla diğer seramiklerle veya metallerle birleştirilerek faydalı mühendislik bileşenleri oluşturulurlar. Seramikleri metallerle birleştirme teknolojisi, 1930'ların başındaki başlangıcından bu yana istikrarlı bir şekilde ilerlemiştir [19]. Diğer birleştirme işlemleri gibi, seramiğin kendi kendine ve diğer malzemelerle birleştirilmesi de uzun süre bilimden çok sanat olarak kabul edilmiştir. Bununla birlikte, güvenilir seramikten metale ve seramikten seramiğe bağlantılar üretmeye yönelik prosedürlerin geliştirilmesine yönelik kapsamlı araştırma çabaları sonucunda, sağlam temel prosedürlere ve seramikten metale bağlantıların anlaşılmasına dayanan bir birleştirme teknolojisi oluşturmak için büyük ilerlemeler kaydedilmiştir. Birleştirme sırasında meydana gelen kimyasal reaksiyonlar, bu teknolojinin temelini oluşturur.

Seramiği metale birleştirmek için en yaygın kullanılan işlemlerden biri sert lehimlemedir. Seramik yüzeyler normalde sert lehim dolgu metali ile ıslanmadığından, sert lehimleme genellikle metalize bir seramik yüzeye ihtiyaç duyar ve bu da iki ila üç işlem adımını gerektirir. Bununla birlikte, reaktif metallerin arayüzde kolaylıkla ayrıştığı ve seramik ile metal arasındaki arayüzey enerjisini azaltarak ıslanabilirliği artırdığı bilindiğinden, reaktif metal içeren dolgu metali kullanan reaktif metal sert lehimleme, geniş bir araştırma ilgisi çekmiştir [20].

2.1. Seramik Mazlemeler

Mühendislik seramikleri, fiziksel, kimyasal, elektriksel, optik ve mekanik özelliklerin eşsiz kombinasyonlarına sahiptir. Temel malzeme bilimi anlayışındaki kazanımlar ve son yarım yüzyılda elde edilen işleme teknolojisindeki gelişmeler sayesinde, artık seramiklerin kimyasal yapısını, faz içeriğini ve mikro yapısını, uygulamaya özel özellik kombinasyonlarını optimize etmek için özel olarak uyarlamak mümkündür. Bu kapsamda camlar, tek kristaller ve kaplama teknolojileri gibi farklı formların yanı sıra polikristalin yapıli malzemeler de bulunmaktadır. Bu yetenek, son birkaç on yılda bu malzemelerin birçok önemli, yeni uygulamasına yol açmıştır. Hatta bu uygulamaların çoğunda yeni seramik ve camlar, teknolojinin temelini oluşturan anahtar konumundadır.

Seramikler bilinen en yüksek erime noktalarına, en yüksek elastik modüllere, en yüksek sertliğe, en yüksek partikül erozyon direncine, en yüksek ısı iletkenliğine, en yüksek optik saydamlığa, en düşük termal genleşmeye ve en düşük kimyasal reaktiviteye sahip malzemeleri içerir. Bu faydalı özellikleri dengeleyen faktörler ise kırılğan davranış ve termal şoka ve darbeye karşı hassasiyettir. Son otuz yılda, seramik ve camların kırılğanlığını ve diğer istenmeyen davranışlarını azaltmak için tasarım yapmayı öğrenmede büyük ilerlemeler kaydedilmiştir. Sonuç olarak, bu malzemeler için son birkaç on yılda birçok heyecan verici yeni uygulama ortaya çıkmıştır.

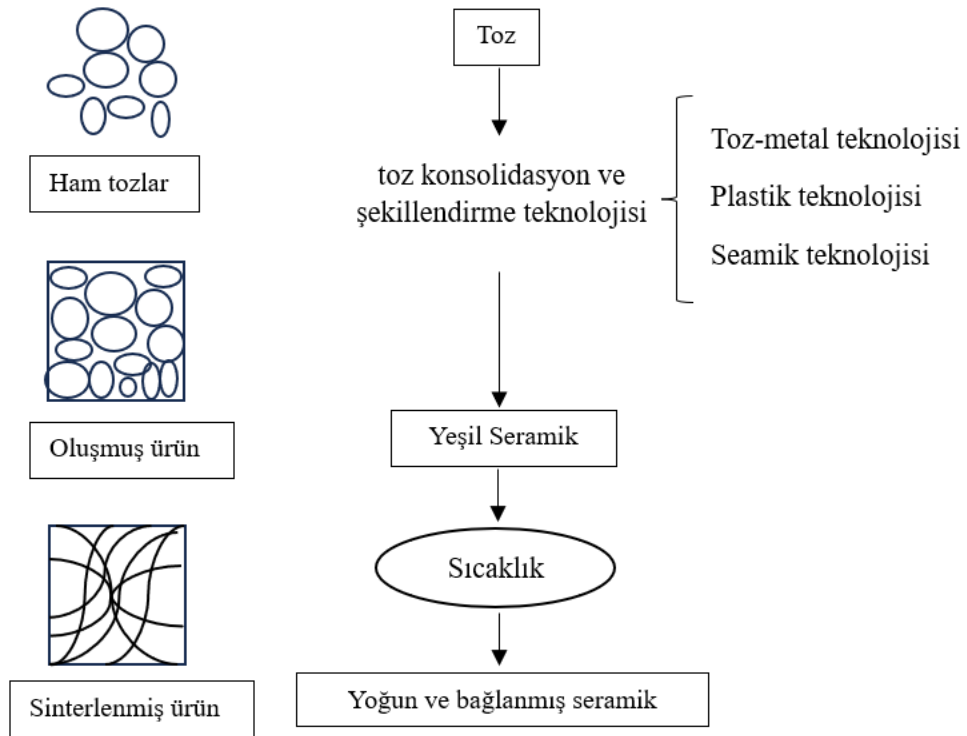
Bu malzemelerin başlıca ticari uygulamaları şunlardır:

- Pasif elektronik (kondansatörler ve substratlar)
- Optoelektronik/fotonik (optik fiberler)
- Piyezoseramikler (transdüserler)
- Mekanik (rulmanlar, kesici takımlar)
- Biyomalzemeler (sert doku replasmanı)
- Refrakterler (fırın astarları, uzay aracı termal koruması)
- Elektrokimyasal (sensörler, yakıt hücreleri)
- Şeffaflıklar (görünür ışık, radar).

Bu bölümde seramiklerin nasıl işlendiğine ve bu işlemenin malzeme özelliklerine nasıl etki ettiğine dair kısa bir genel bakış sunulacaktır. Ardından, kırılğan malzemelerle mekanik tasarımda karşılaşılan özel sorunlar hakkında kısa bir tartışma yer alacaktır. Yukarıda bahsedilen mühendislik seramikleri ve camlarının bazı uygulamaları için kısa

incelemeler takip edecektir. Bu incelemelerde, tasarım mühendislerini seçilen malzemeye yönlendiren özel özellik kombinasyonlarından bazıları ele alınacaktır. Ayrıca, malzeme kaynakları hakkında bilgi edinmenin yollarını içeren bir bölüm sunulacaktır. Uygulamaların her seti için aday malzemelerin tipik özelliklerini listeleyen tablolar bölümler boyunca yer alacaktır. Son olarak, gelecekteki potansiyel alanlardan bazıları tartışılacaktır [21].

Gelişmiş Seramiklerin İşlenmesi: Şekil 2.1’de gösterilen partikül işleme yoluyla faydalı seramik eserlerin üretimi yaklaşık 10.000 yıl önce başlamıştır. Benzer şekilde, cam ergitme teknolojisi yaklaşık 3500 yıl öncesine dayanmakta olup, 2000 yıl kadar önce optik cam üretiliyordu. Binlerce yıl boyunca cam ve seramik üretimi için kullanılan temel birim işlemler hala tanınabilir olsa da, ekipman, proses kontrolü ve hammadde kontrolündeki sofistike düzeyi "ışık yılları" ile ilerlemiştir [21].



Şekil 2.1. Polikristalin seramiklerin özel yöntem ile işlenmesi

Buna ek olarak, son 50 yıl, işleme-mikro yapı-özellik ilişkilerinin altında yatan malzeme bilimi ilkelerinin temel bir anlayışını oluşturmuştur. Ayrıca, belirli uygulamalar için olağanüstü performans seviyelerine sahip yeni malzemeler sentezlenmiştir. Bu gelişmeler, 50 veya 60 yıl önce hayal bile edilemeyecek rollerde ileri seramik ve camların

kullanılmasına yol açmıştır. Örneğin, M.Ö. 2000 civarında erken Mısır camının optik kaybı 107 dB/km iken, 1980'lerin ortalarındaki fiber optik kablolar da bu değer 0.1 dB/km'ye düşmüştür [22]. Bu performans düzeyi, telekomünikasyonda fiber optik devrimini kolaylaştırmıştır. Benzer şekilde doğal olarak bulunan malzemelerden çok daha yüksek piezoelektrik modüllerine ve kuplaj katsayılarına sahip baryum titanat ve kurşun zirkonyum titanat seramiklerinin icat edilmesi, modern sonar ve tıbbi ultrason görüntülemelerinin varlığını mümkün kılmıştır [23].

Şekil 2.1'de gösterilen partikül işleme yöntemi, modern seramiklerin üretiminde kullanılan en yaygın yöntem olup, tüm polikristalin seramiklerin %99'u bu yöntemle üretilmektedir. Kimyasal buhar biriktirme [24] veya reaksiyonla biçimlendirme [25] gibi diğer polikristalin seramik üretim teknikleri giderek önem kazanmakla birlikte, seramik endüstrisinin hala çok küçük bir bölümünü oluşturmaktadır.

Partikül işleme yönteminde üç temel birim işlem seti vardır (bu üç işlem setinin her biri düzinelerce alt işlemi içerebilir). İlk işlem seti, toz sentezi ve işlemlerini içerir. İkinci işlem seti, işlenmiş tozların "yeşil" cisim olarak bilinen şekilli bir ön forma dönüştürülmesini kapsar. Yeşil cisim tipik olarak %50 hacimsel poroziteye sahip olup, son derece zayıftır. Üçüncü ve son işlem seti ise, tek tek toz parçacıklarını birbirine bağlamak, difüzyon yoluyla kompaktan boşluk ve poroziteyi gidermek ve istenen mikro yapıya sahip tamamen yoğun, iyi bağlı bir seramik oluşturmak için ısı veya ısı ve basıncı birlikte kullanır [24]. Eğer sadece ısı kullanılıyorsa bu işlem sinterleme olarak adlandırılır. Basınç da uygulanırsa, işlem sırasıyla tek yönlü basınç uygulayan sıcak presleme veya her yönden eşit basınç uygulayan sıcak izostatik presleme (HIP) olarak adlandırılır.

Yukarıdaki adımların her biri, malzemenin içsel özelliklerini azaltabilecek işleme kusurları oluşturabilir. Örneğin, toz sentezi ve işleme adımları sırasında oluşan kimyasal kirleticiler, malzemenin optik, manyetik, dielektrik veya termal özelliklerini olumsuz yönde etkileyebilir. Alternatif olarak, kirleticiler sinterlenmiş seramiğin tane sınırlarında birikerek erime noktasını, yüksek sıcaklık dayanıklılığını, dielektrik özelliklerini veya optik özelliklerini olumsuz yönde etkileyebilir.

Yeşil gövde oluşturma sırasında, plaka benzeri veya yüksek boyut oranlı tozlar tercih edilen bir yönelimle hizalanarak anizotropik özelliklere yol açabilir. Benzer şekilde, sıcak presleme de bir malzemeye anizotropik özellikler kazandırabilir. Seramikler sünek malzemeler olmadıkları için genellikle birincil fabrikasyondan sonra

termo-mekanik olarak deęiřtirilemezler. Dolayısıyla, bir seramik bileřenin üretildięi özel yol, özelliklerini derinden etkileyebilir. Karmařık řekilli bir seramik parçasında karřılařılan özellikler genellikle basit řekilli bir malzeme külçesinde karřılařılanlardan oldukça farklıdır. Bu, seramik bileřen belirleyen bir tasarım mühendisinin sürekli olarak aklında tutması gereken önemli bir noktadır [26].

Uygulama alanları: Geliřmiř malzemelerin, herhangi bir sektörün büyümesi, refahı ve sürdürülebilir karlılıęı için kritik öneme sahip olduęu kabul edilmektedir. ABD’deki Ulusal Arařtırma Konseyi, 1987 yılında, yedi milyon kiřiyi istihdam eden ve 1,4 trilyon ABD Doları satıř yapan sekiz ana ABD endüstrisini, malzemelerin gelecekteki teknoloji stratejilerindeki rolünü incelemek için arařtırdı. Sonuçlar, yüksek sıcaklıklara dayanabilen, daha hafif, daha güçlü ve daha korozyona dayanıklı malzemelere yönelik genel bir ihtiyacı ortaya koydu. Bu gereksinimleri karřılamak için seramik malzemeler önde gelen aday konumundadır [27].

Son yıllarda bilim insanları, siyasetçiler ve řirketler, geliřmiř veya yüksek teknoloji seramik malzemelerine büyük ilgi göstermektedir. Üst düzey uygulamaların ihtiyaçlarını karřılayabilecek olaęanüstü özelliklere sahip çeřitli seramik malzemeler ortaya çıkmıřtır. Geliřmiř seramik malzemeler arasında oksitler, karbürler, nitridürler, borürler, silikatlar, cam seramikler ve kompozit malzemeler (polimer matrisli kompozitler (PMC), metal matrisli kompozitler (MMC), seramik matrisli kompozitler (CMC) ve karbon-karbon (CCC) malzemeleri) yer almaktadır. En yaygın olarak kullanılanlar alümina, zirkonya, silisyum karbür, silisyum nitrid, sialon, ferritler ve titanatlardır. Geleneksel parçaların birçok uygulamada seramik bileřenlerle deęiřtirilmesi, önemli verimlilik artışlarına ve yüksek performansa yol açar [28].

2.2. Alümina (Al_2O_3)

Alümina (Al_2O_3) seramięi, yüksek mekanik mukavemet, yüksek sertlik, aşınma direnci, korozyon direnci, yüksek sıcaklık direnci ve termal řok direnci gibi bir dizi mükemmel özellięe sahiptir [29, 30]. Bu nedenle, Al_2O_3 seramięi havacılık, savunma, makine, petrol, kimya, inřaat, elektronik ve dięer endüstrilerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu seramięin özelliklerine tam anlamıyla uyum saęlamak için sıklıkla dięer malzemelerle birleřtirilir.

řu anda, Al_2O_3 seramięinin birleřtirme yöntemleri esas olarak yapıřkan baęlama ve metalurjik baęlamayı içermektedir. Mekanik baęlama, Al_2O_3 seramiklerini metallere

birleştirme yöntemidir. Ancak, Al_2O_3 seramiği kırılğan olduğundan, delik açma işlemiyle mekanik bağlama yapmak zordur. Bu yöntemle hazırlanan bağlantının hava geçirmezliği ve gerilim konsantrasyonu zayıf olup, bu da mekanik birleştirme yönteminin uygulama kapsamını bir dereceye kadar sınırlandırır.

Yapışkan bağlama yöntemi ise basit bir işlem, yüksek verimlilik ve mükemmel şekillendirme performansı gibi avantajlara sahiptir. Ancak, yapıştırma için kullanılan kolloidin erime noktası düşüktür ve bağlantının mekanik mukavemeti zayıftır [31]. Ayrıca, yapışkanlı bağlama işlemi, Al_2O_3 seramiği ile bağlanan metaller arasındaki termal genleşme katsayısı (CTE) uyumsuzluğu sorununu çözemez. Bu nedenle, yapışkanlı bağlantının mukavemeti düşük ve ısı direnci yetersizdir.

Yanma reaksiyonu yöntemi de seramik malzemeleri birleştirmek için kullanılabilir, ancak bağlanma sürecinde arayüzey reaksiyonunun kontrol edilmesi zordur. Yanma reaksiyonu sürecinde daha fazla kusur ve gözenek oluşur ve bu da bağlantının mukavemetini azaltır.

Ergitme kaynağı [32], difüzyon kaynağı, geçici sıvı faz (TLP) bağlama ve lehimleme, seramiklerin metalurjik olarak yapıştırılmasında yaygın olarak kullanılmaktadır. Ergitme kaynağında, kaynağa enjekte edilen yüksek enerji nedeniyle büyük gerilimlerin kalması ve hatta çatlaklara yol açması kolaydır [33]. Yüksek mukavemetli Al_2O_3 seramik bağlantıları difüzyon kaynağıyla elde edilebilir, ancak bu yöntem uzun bir üretim döngüsüne ve yüksek vakum derecesine ihtiyaç duyar.

Bir tür hassas birleştirme teknolojisi olarak TLP bağlama, düşük birleştirme sıcaklığı, küçük deformasyon, küçük artık gerilim ve yüksek bağlantı mukavemeti avantajlarına sahiptir. TLP bağlama, metallerarası bileşiklerin, gelişmiş seramiklerin, ısıya ve korozyona dayanıklı süper alaşımların, tek kristalli alaşımların ve diğer gelişmiş malzemelerin yapıştırılmasında başarıyla kullanılmaktadır.

Sert lehim teknolojisi, seramik/seramik ve seramik/metallerin birleştirilmesinde en yaygın kullanılan yöntemdir. Lehimleme prosesinde genellikle ana metalden daha düşük bir erime sıcaklığına sahip aktif dolgu alaşımları kullanılır [34]. Al_2O_3 seramiği, çeşitli izolatörlerin üretimi de dahil olmak üzere birçok teknik mühendislik endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır. 1950'li yıllardan beri Al_2O_3 seramiği, sert lehimleme işlemiyle metallere bağlanmaktadır. Bu lehimleme yapısı, elektronik ve radyo mühendisliği ekipmanlarında kullanılır. Son yıllarda, elektrik mühendisliği endüstrisinde Al_2O_3 /metallerden oluşan sert lehim yapılarına olan talep, yalıtımlı anahtarlar, vakum

yalıtlı bağlantılar, ark söndürme kutuları ve diğer uygulamalar da dahil olmak üzere artmıştır [35].

Lehimleme reaksiyonu, yalnızca birkaç mikrondan onlarca mikrona kadar olan temel malzemelerin ara yüzeyinde gerçekleştirildiğinden genellikle ana metalin derin yapısını kapsamaz. Bu nedenle, sert lehimleme yöntemi özellikle Al_2O_3 seramiğın diğer materyallerle birleştirilmesine yardımcı olur. İş parçası lehimleme işlemi sırasında genellikle genel olarak ısıtılır. Bu nedenle iş parçasının göreceli distorsiyonu ve sert lehimli bağlantının artık gerilimi, ergitme kaynağından çok daha küçüktür.

Birçok çeşit dolgu metali vardır. Sert lehimleme için düşük sıvılaşıma sıcaklığına sahip dolgu metalleri seçilebilir, böylece Al_2O_3 seramiğının ve ana metallerin özellikleri korunabilir. Ayrıca, Al_2O_3 bağlantısının mukavemetini artırmak için kaynak ısı difüzyon işlemine tabi tutulabilir. Sert lehimleme, birleştirilen malzemenin yüzeyini erimiş dolgu metalleriyle ıslatarak ve bununla reaksiyona girerek bir bağlama arayüzü oluşturarak gerçekleştirilen bir birleştirme yöntemidir.

Al_2O_3 seramiği esas olarak iyonik veya kovalent bağlar içerdiğinden ve çok kararlı elektronik koordinasyon gösterdiğinden, dolgu metalleri tarafından ısıtılması zordur. Al_2O_3 seramiğın ve diğer malzemelerin sert lehimlenmesindeki diğer bir problem ise termal strestir. Al_2O_3 seramiğının termal genleşme katsayısı küçüktür ve bu değer, metallerinkinden oldukça farklıdır. Al_2O_3 seramik ve metalleri sert lehimlerken bağlantı yerinde artık gerilimler oluşur, bu da bağlantının mekanik özelliklerini zayıflatır ve hatta birleştirme sonrasında bağlantının bozulmasına ve çatlamasına yol açabilir. Ayrıca, dolgu metallerinin ergime sıcaklığı ana malzemelere göre daha düşüktür. Bu nedenle, Al_2O_3 seramik ve diğer malzemelerin çalışma sıcaklığı dolgu metalleri ile sınırlıdır [28].

2.3. İnce Filmler

Malzeme bilimi ve mühendisliği alanındaki toplulukların, olağanüstü kimyasal, fiziksel ve mekanik özelliklere sahip yepyeni malzemeler tasarlama yeteneği, modern toplumu dönüştürmüştür. Giderek artan teknolojik ilerleme söz konusudur. Modern teknoloji, farklı uygulamalar için ince filmler gerektirmektedir. İnce film teknolojisi, katı hal elektroniğindeki şaşırtıcı gelişmenin temelini oluşturur. Metal filmlerin optik özelliklerinin yararlılığı ve iki boyutlu katıların davranışına yönelik bilimsel merak, ince film bilimi ve teknolojisi çalışmalarına olan muazzam ilginin temel nedenleridir [36].

İnce film çalışmaları, doğrudan veya dolaylı olarak filmin kalınlığı, geometrisi ve yapısına özgü benzersiz olaylara dayanan katı hal fiziği ve kimyasında birçok yeni araştırma alanını ilerletmiştir. İnce film araştırmalarındaki olağanüstü yükseliş, kuşkusuz olarak elektronik, optik, uzay bilimi, havacılık, savunma ve diğer endüstriler gibi çeşitli alanlardaki kapsamlı uygulamalardan kaynaklanmaktadır. Bu araştırmalar, aktif cihazlar ve pasif bileşenler, piezoelektrik cihazlar, güç kaynağı, redresör ve amplifikatörlerin mikro-minyatürleştirilmesi, sensör elemanları, güneş enerjisinin depolanması ve başka bir forma dönüştürülmesi, manyetik bellekler, süperiletken filmler, girişim filtreleri, yansıtıcı ve yansıma önleyici kaplamalar ve daha fazlası gibi sayısız buluşa yol açmıştır [37].

İnce film malzemeler, optoelektronik, fotonik ve manyetik cihazlar alanlarındaki teknolojik ilerlemelerin temel unsurlarıdır. Malzemelerin ince filmlere işlenmesi, çeşitli cihaz tiplerine kolay entegrasyon sağlar. Malzemenin özellikleri ince film formunda analiz edildiğinde önemli ölçüde farklılık gösterebilir. Çoğu fonksiyonel malzeme, kendine özgü elektriksel, manyetik ve optik özellikleri veya aşınma direnci nedeniyle ince film formunda uygulanır. İnce film teknolojileri, özelliklerin özellikle kalınlık parametresiyle kontrol edilebildiği gerçeğinden yararlanır. Bu tür filmler, çoğunlukla fiziksel veya kimyasal yöntemlerle biriktirme yoluyla oluşturulur. Hem kristal hem de amorf ince filmler, yüksek teknoloji çağında büyük önem taşır. Bunlardan bazıları; mikroelektronik cihazlarda kullanılan manyetik ince filmler, manyetik sensörler, gaz sensörleri, yansıtıcı kaplamalar, fotoiletkenler, kızılötesi dedektörler, girişim filtreleri, güneş hücreleri, polarizatörler, uydularda sıcaklık kontrolörleri, süperiletken filmler, korozyon önleyici ve dekoratif kaplamalardır [38].

Nano-şekillendirilmiş ince filmler, kaydırma açılı biriktirme (GLAD) adı verilen bir yöntemle, kontrollü azimut dönüşü (ω) ve eğim (θ) ile substratlara biriktirilen yeni bir film sınıfıdır. Eğimli alt tabakalara biriktirilen nano-şekillendirilmiş filmlerin anlaşılması ve modellenmesi, fotonik, likit kristal ekran teknolojisi, manyetik ortam bilgi depolama, organik veya inorganik sensörler ve enerji depolama teknolojisi gibi çeşitli disiplinleri kapsayan uygulamalar nedeniyle giderek daha önemli hale gelmektedir. Bu filmler için karşılaşılan yaygın bir problem, kalınlık kalibrasyonunun, alt tabaka eğim açısına bağlı olarak ortaya çıkan porozite ve akı yakalama sonucu olmasıdır [39, 40].

İnce filmler aşırı derecede ısıya dayanıklı ve oldukça serttir, ancak kırılmandır. Öte yandan organik malzemeler makul derecede ısıya dayanıklıdır, tok ama yumuşaktır.

Mekanik cihaz kararlılığı için cihaz bileşenlerinin dört malzeme özelliği önemlidir: elastik modül, akma dayanımı, arayüzey yapışması ve film kırılma tokluğu. İnce filmlerin mekanik özellikleri genellikle dökme malzemelerin mekanik özelliklerinden farklılık gösterir. Bu durum kısmen ince filmlerin nanoyapısı ve bu filmlerin bir substrata bağlı olmasıyla açıklanabilir. Tipik olarak yüksek akma dayanımları nedeniyle ince filmler çok yüksek artık gerilmelere dayanabilir. Bu artık gerilme, işleme sırasında veya plastik deformasyon, ince film kırılması veya arayüzey delaminasyonu yoluyla gerçek cihaz çalışması sırasında daha sonra giderilebilir.

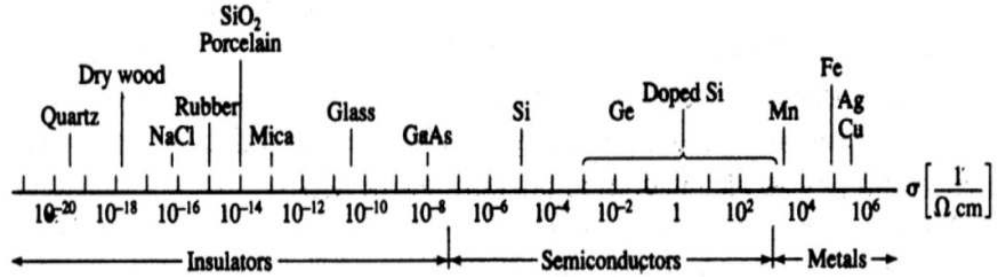
Hem elastik hem de plastik özellikler, ince film karakterizasyonu için önemlidir. İnce film mekanik özellikleri, bağımsız filmlerin çekme testleri ve mikrokiriş konsol sapma tekniği ile ölçülebilir, ancak en kolay yol nanoindentasyon yöntemidir. Çünkü özel numune hazırlama gerekmez ve testler hızlı ve ucuz bir şekilde gerçekleştirilebilir. Nanoindentasyon, film mekanik özelliklerini ölçmek için çok yönlü bir tekniktir. Ölçüm sırasında, sürekli olarak hem kuvveti hem de girinti derinliğini kaydederken, sivri bir elmas indenter test edilen malzemeye zorlanır [41].

İnce filmlerin optiksel özellikleri: optik deneyler, yarı iletkenlerin özelliklerini incelemek için iyi bir yöntem sunar. Özellikle farklı enerjiler için soğurma katsayısının ölçülmesi, malzemelerin yasak enerji veya band aralıkları hakkında bilgi verir. Bu band aralıklarının bilgisi, bir yarı iletkenin elektriksel özelliklerini anlamak için son derece önemlidir [42].

İnce filmlerin mekaniksel özellikleri: İnce filmlerin mekanik özellikleri, genellikle dökme malzemelerin mekanik özelliklerinden farklılık gösterir. Bu durum kısmen ince filmlerin nanoyapısı ve bu filmlerin bir alttaşa bağlı olmasıyla açıklanabilir. Tipik olarak yüksek akma dayanımları nedeniyle ince filmler çok yüksek gerilmelere dayanabilir [43]. Bu gerilme işleme sırasında veya plastik deformasyon, ince film kırılması veya arayüzey delaminasyonu yoluyla gerçek cihaz çalışması sırasında daha sonra giderilebilir. Hem elastik hem de plastik özellikler, ince film karakterizasyonu için önemlidir [44, 45].

İnce filmlerin elektriksel özellikleri: elektrik iletkenlik açısından üç tip malzeme vardır: metal, yarı iletken ve dielektrik. Elektriksel iletim özellikleri bu malzeme tiplerinin her birinde farklılık gösterir, bu nedenle hepsini birlikte tanımlamak mümkün değildir. Ancak, ince film formunda ölçeklenme etkileri, malzemelerin elektriksel özelliklerini etkilemeye başlar. Film kalınlığı, örgü boyutları, saflık, yüzey pürüzlülüğü

ve katmanın kusur seviyesi, elektriksel iletim türünü, mekanizmasını ve kararlılığını tanımlayan en önemli parametrelerdir [46]. Şekil 2.2, oda sıcaklığındaki çeşitli malzemeler için iletkenlik ölçeğini göstermektedir.



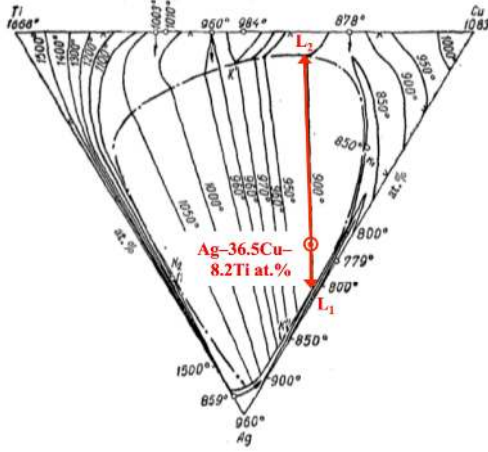
Şekil 2.2. Oda sıcaklığında çeşitli malzemeler için iletkenlik ölçeği [47]

2.4. Ti/Ag/Cu İnce Filmler

Şekil 2.3'te gösterilen Ag-Cu-Ti sisteminin sıvılaşıma yüzeyi, iki sıvıya ayrılan üçlü sıvı fazında geniş bir karışabilirlik aralığına sahiptir:

$$L = L_1 + L_2 \quad (2.1)$$

L_1 , Ag-Cu kenarına yakın, düşük miktarda titanyum içeren bir bileşime sahiptir ve L_2 , Cu-Ti kenarına yakın, nispeten düşük miktarda gümüş içeren bir bileşime sahiptir. Yaygın olarak kullanılan Ag-Cu-Ti bazlı Ticusil olarak bilinen sert lehim alaşım (SLA)'nın bileşimi, Şekil 2.3'teki karışabilirlik boşluğunun içinde işaretlenmiştir. Bu özel SLA bileşimi için sıvı ayırma yolu da L_1 ve L_2 'nin özel bileşimlerini gösteren oklarla gösterilmiştir. Şekil 2.3'ten L_1 ve L_2 'nin bileşimleri (ve hacim oranları) sırasıyla %67Ag–31,3Cu–1,7Ti (%81) ve %6,7Ag–60,5Cu–32,8Ti (%19) olarak tahmin edilmektedir.



Şekil 2. 3. Eremenko ve diğerleri (1970) tarafından Ag–Cu–Ti sıvı arayüzeyi. Karıştırılabilirlik boşluğunun sınırı — * — ile gösterilmiştir. Ticusil ® bileşimi ile işaretlenmiştir ve bu bileşim için bir ayrılma yolu L1 67Ag–31.3Cu–1.7Ti at.% (%81) ve L2 6.7Ag–60.5Cu–32.8Ti at.% (%19) sıvılarını gösteren oklarla gösterilmiştir

L₁ ve L₂'deki titanyum miktarları çok farklı olduğundan, önemli ölçüde daha yüksek atomik titanyum fraksiyonu içeren sıvı L₂'nin, Ag-Cu-Ti SLA'ların reaktif davranışından sorumlu olduğu ve Ti-fakir sıvı L₁'in sorumlu olmadığı ileri sürülmüştür. Lehimleme sürecinde aktif bir role sahiptir. İki sıvı birbiriyle dengedeysse, titanyumun kimyasal potansiyeli ve her iki sıvıdaki aktivitesi (a_{Ti}) eşit olmalıdır:

$$a_{Ti}(L_1) = a_{Ti}(L_2) \quad (2.2)$$

ve:

$$\sigma_{Ti}(L_1)X_{Ti}(L_1) = \sigma_{Ti}(L_2)X_{Ti}(L_2) \quad (2.3)$$

ve sıvılardaki titanyum (X_{Ti}) konsantrasyonundaki önemli farkın bir sonucu olarak, L₁ için titanyumun (σ_{Ti}) aktivite katsayısı L₂'ninkinden çok farklı olacaktır. Bu durumda her iki sıvının da alümina ile reaksiyona girmesi beklenir ancak farklı derecelerde reaksiyona girmeleri de mümkündür.

Pak ve arkadaşlarının (1990) [48] deneysel çalışmasına dayanan, ağırlıkça %1 Ti içeren bir dizi Ag-Cu-Ti sıvısındaki titanyumun aktivite katsayıları hakkında bir rapor bulunmaktadır. Bu çalışmanın sunduğu sonuçlardan biri, daha yüksek gümüş içeriğinin titanyumun aktivite katsayısını arttırdığı ve bu etkinin oldukça anlamlı olabileceğidir. Titanyumun aktivite katsayısı, galvanik hücre tekniği kullanılarak, sıvıdaki titanyum ile denge halindeki oksijenin kısmi basıncının (P_{O_2}) ve sıvı ile Al₂O₃ arasındaki 1000 °C'deki reaksiyonda oluşan titanyum oksidin ölçümlerinden hesaplandı. Ti₂O₃, elektron

mikroprob analizi ve X-ışını kırınımı (XRD) ile Al₂O₃ üzerindeki tek reaksiyon ürünü olarak tanımlandı; bu, lehimli bağlantılarda tipik olarak gözlemlenmeyen bir fazdır. Kimyasal reaksiyon ise:



P_{O2}'yi bu reaksiyonun denge sabiti (K_{eq}) ile ilişkilendirmek için kullanıldı.

$$K_{eq} = \frac{1}{(X_{\text{Ti}} \sigma_{\text{Ti}})^2 \sqrt{P_{\text{O}_2}}} \quad (2.5)$$

Bu denklemde K_{eq}, 1000 °C'de (~ 450 kJ/mol) Ti₂O oluşumunun Gibbs serbest enerjisinin tahmininden hesaplandı, böylece σ değeri tahmin edilebildi. Bu yaklaşım kullanılarak hesaplanan titanyumun aktivite katsayılarının değerlerinin büyük ölçüde Ag-Cu-Ti/Al₂O₃ arayüzünde oluşan oksidin doğasına ve Gibbs serbest oluşum enerjisi değerinin doğruluğuna bağlı olduğu açıktır. Titanyumun ağırlıkça %Ag-1Ti için aktivite katsayısının, ağırlıkça %Ag-10Cu-1Ti'ninkinden dört kat, Ag-28Cu-1Ti'ninkinden yirmi kat daha büyük olduğu tahmin edildi. Titanyumun aktivite katsayısındaki bu önemli azalma, sıvının gümüş içeriğindeki azalmayla ilişkilidir. Bu çalışma, titanyumun bakıra karşı afinitesinin gümüşten daha yüksek olması nedeniyle titanyum aktivite katsayısını da azaltabilecek olan bakır içeriğini arttırmanın etkisini vurgulamamıştır. Bu, Ag-Ti sistemi için yalnızca iki bileşik ve Cu-Ti sistemi için altı bileşik sergileyen ikili faz diyagramlarında yansıtılmaktadır [49]. Pak ve arkadaşları (1990) [48], a_{Ti}'nin Ticusil'de Cusil SLA'ya göre daha yüksek olduğunu ileri sürmektedir; bunun nedeni yalnızca bu alaşımdaki titanyum konsantrasyonunun daha yüksek olması değil, aynı zamanda gümüş/bakır oranının da daha büyük olmasıdır.

Q. Zhou ve arkadaşlarının [50] yaptığı araştırma'da 0 °C'den 500 °C'ye kadar termal çevrim sırasında Cu-Ti (ACT) ve Ag-Cu-Ti/Cu/Ag-Cu (ACTCA) dolgu metalleri kullanılarak tavllanmış Al₂O₃-4J42 bağlantılarının mekaniksel ve mikro yapı evrimi özellikleri incelenmiştir. Bu iki tip bağlantıda Al₂O₃ ve tavlama dolgu metali arasındaki reaksiyon ürünleri çoğunlukla Ti-O bileşikleri, Ti₄Cu₂O ve Al bazlı bileşiklerden oluşmaktadır. ACT bağlantılarında kırılğan metal ara bileşikleri (IMC'ler) gözlemlenirken, ACTCA bağlantılarında bulunmaz. ACT bağlantılarındaki reaksiyon tabakası termal çevrimlerle birlikte incelikli hale gelirken, ACTCA bağlantılarındaki ise neredeyse hiç değişmez. ACT bağlantılarında Al₂O₃/dolgu metali

arayüzüne yakın Al_2O_3 seramiğinde gerilme kaynaklı çatlaklar oluşurken, ACTCA bağlantılarında ise çatlak görülmez. Mekanik testlerde ise ACTCA bağlantılarının sırasıyla 0, 10 ve 20 termal çevrimde ACT bağlantılarından en az %217, %154 ve %144 daha yüksek kesme mukavemeti sağladığını göstermektedir. Düşük akma dayanımına sahip Cu ara tabakası, plastik deformasyon yoluyla gerilimi azaltırken, aynı zamanda element difüzyonunu ve kırılğan IMC'lerin oluşumunu önleyen bir bariyer görevi görerek, bağlantıların mekanik özelliklerini ve termal çevrim kararlılığını iyileştirdiğini rapor etmişlerdir.

L. Yuan ve arkadaşlarının [51] yaptığı çalışmada vakum eritme ve santrifüj atomisasyon toz üretim yolu kullanılarak Al_2O_3 bağlantısı için yeni bir AgCuInTi20-20-4.5 aktif dolgu macunu hazırlanmıştır. Bu çalışmanın amacı AgCuInTi dolgu macununu karakterize etmek ve Al_2O_3 seramiklerinin ve bakırın doğrudan tavlanmasını incelemektir. Bu çalışma da tavlama işlemi vakumlu tavlama fırınında 700 °C'de 10 dakika süreyle gerçekleştirilmiştir. Eklemin mikro yapıları SEM ve EDS yöntemleriyle incelenmiştir. Sonuç olarak Ti'nin seramik ve dolgu metali arasındaki arayüzde aktif element olarak Al_2O_3 ile reaksiyona girerek metalurjik bir bağlantı oluşturduğunu göstermektedir. Ag ve Cu ile reaksiyona katılımda bulunur. XRD'ye göre tavlama dikişindeki ana ürünler TiO_2 , Cu_3TiO_4 , Cu_4Ti , Ag_3In ve Cu_4In 'dir. Tavlanmış bağlantıların ortalama çekme dayanımı değeri yaklaşık olarak 89 MPa'dır. Çalışılan AgCuInTi, çeşitli metal ve seramik malzemelerle mükemmel birleştirme özelliklerine sahip olduğu rapor edilmiştir.

2.5. Ag–Cu–Ti/Alümina Arayüzündeki Fazlar

Alümina lehimleme çalışmalarının çoğunluğu, alüminayı bir metal yerine kendisine birleştirmek için ağırlıkça ~%1 ila ~5 Ti içeren Ag-Cu-Ti sistemine dayalı sert lehim alaşım (SLA)'lar kullanmıştır. Bu yaklaşım, SLA ile alümina arasındaki birincil kimyasal etkileşimin araştırılabilmesi amacıyla SLA'da metal çözünmesini ortadan kaldırmak için kullanılmıştır. Alümina/Ag-Cu-Ti/alümina konfigürasyonunda çeşitli birleştirme koşulları kullanılarak oluşturulan arayüzey fazlarına ilişkin geniş bir rapor yelpazesi çizelge 2.1'de özetlenmiştir. Çalışmalar Ag-Cu-Ti alaşımındaki Ti konsantrasyonu artacak ve aynı Ti konsantrasyonu için tepe sıcaklık (T_p)'de artacak şekilde düzenlenmiştir.

Çizelge 2.1. Çeşitli Ag–Cu–Ti/Al₂O₃ arayüzlerinde gözlemlenen fazlar. ^bİzole Ti₂O parçacıkları γ-TiO ve Ti₃Cu₃O katmanları arasında gözlemlendi. ^cEn sık gözlemlenen mikro yapı. İzole Ti₂O parçacıkları γ-TiO katmanında, TiO içermeyen izole Ti₃Cu₃O alanları ve ara sıra bir Cu–Al–O fazı ile birlikte gözlemlendi. ^d800–1050 °C için 30 dk ve 850 °C için 0–60 dk kullanıldı. ^eToplam reaksiyon katman kalınlığının Tp ve τ ile önemli ölçüde değiştiği bulunmuştur

Al ₂ O ₃ /Ag–Cu–Ti arayüzü (ağırlıkça %)	Faz (lar)	Kalınlık (µm)	Kaynaklar
>96,0% Al ₂ O ₃ /Ag-33,5Cu–1,5Ti	TiO _{1,04} Ti ₄ Cu ₂ O		[52]
99,0% Al ₂ O ₃ /Ag–28,1Cu–1,5Ti	δ-TiO (sadece 950 °C) α-TiO Ti ₃ Cu ₃ O		[53]
Al ₂ O ₃ /Ag–35,1Cu–1,6Ti	Ti _x O _y	1,5 – 2,3	[54]
(0001) Sapphire/Ag–34,1Cu–1,7Ti	γ-TiO Ti ₂ O ^b Ti ₃ Cu ₃ O	0,02 – 0,2 - ~ 2,2	[55]
99,5% Al ₂ O ₃ /Ag–36,1Cu–1,8Ti	Ti ₃ (Cu+Al) ₃ O	2 – 3	[56]
Al ₂ O ₃ /Ag–44,8Cu–1,8Ti	γ-TiO Cu ₂ O Ti ₂ O ₃	-	[57]
Sapphire/Ag–35,0Cu–2,0Ti	(Ti+Cu+Al) ₆ O	> 1	[58]
Al ₂ O ₃ /Ag–36,0Cu–6,0Sn–2,0Ti	γ-TiO Ti ₃ (Cu+Al+Sn) ₃ O	0,1 – 0,2 ~ 3,0	[59]
99,5% Al ₂ O ₃ /Ag–26,8Cu–2,9Ti	γ-TiO Ti ₃ Cu ₃ O	-	[60]
Al ₂ O ₃ /Ag–27,2Cu–3,0Ti Al ₂ O ₃ /Ag–38,8Cu–3,0Ti Al ₂ O ₃ /Ag–48,5Cu–3,0Ti Al ₂ O ₃ /Ag–67,9Cu–3,0Ti	γ-TiO Ti ₃ Cu ₃ O	1,5 – 2,4 3,2 – 5,5	[61]
99,9% Al ₂ O ₃ /Ag–48,1Cu–3,8Ti	TiO _{1±x} (x = 0,1) Ti ₄ Cu ₂ O	~ 1,2 ~ 2,4	[62]
Al ₂ O ₃ /Ag–17,9Cu–4,2Ti	Ti ₃ Cu ₃ O ve Ti ₄ Cu ₂ O	3,0 – 5,0	[63]
99,9% Al ₂ O ₃ /Ag–26,7Cu–4,5Ti	Ti ₃ O ₂ (belirlenmiş Ti ₂ O) Ti ₃ Cu ₃ O	0,6 – 1,2 5,4 – 6,3	[64]

Çizelge 2.2. (Devam) Çeşitli Ag–Cu–Ti/Al₂O₃ arayüzlerinde gözlemlenen fazlar. ^bİzole Ti₂O parçacıkları γ -TiO ve Ti₃Cu₃O katmanları arasında gözlemlendi. ^cEn sık gözlemlenen mikro yapı. İzole Ti₂O parçacıkları γ -TiO katmanında, TiO içermeyen izole Ti₃Cu₃O alanları ve ara sıra bir Cu–Al–O fazı ile birlikte gözlemlendi. ^d800–1050 °C için 30 dk ve 850 °C için 0–60 dk kullanıldı. ^eToplam reaksiyon katman kalınlığının Tp ve τ ile önemli ölçüde değiştiği bulunmuştur

99,9% Sapphire/Ag–28,4Cu–4,9Ti	γ -TiO Ti ₃ Cu ₃ O ^c	0,01 – 0,05 1,0 – 2,0	[65]
99,9% Al ₂ O ₃ /Ag–38,0Cu–5,0Ti	AlTi Ti ₄ Cu ₂ O TiO ve Ti ₂ O CuTi ₂	e	[66]
99,8% Al ₂ O ₃ /Ag–27,0Cu–5,0Ti	(Ti+Al) ₄ Cu ₂ O	-	[67]

^b γ -TiO ve Ti₃Cu₃O katmanları arasında izole edilmiş Ti₂O parçacıkları gözlemlenmiştir.

^cEn sık gözlenen mikro yapı, γ -TiO katmanında izole edilmiş Ti₂O parçacıkları, TiO içermeyen izole edilmiş Ti₃Cu₃O alanları ve bazen de bir Cu–Al–O fazı ile birlikte gözlemlendi. 800–1050°C

^d30 dakika ve 850°C için 0–60 dakika kullanılmıştır.

^eToplam reaksiyon katmanı kalınlığının Tp ve τ ile önemli ölçüde değiştiği bulunduğu rapor edilmiştir.

Bu çalışmaların çoğunda ortak bir özellik ise arayüzde mikrometre boyutunda reaksiyon iki katmanlı bir yapının oluşmasıdır. Bu yapının tipik olarak, daha kalın bir M₆O katmanı ile birlikte alümina üzerinde ince bir sürekli katman formundaki bir T_xO_y bileşiğinden oluştuğu rapor edilir. Bu katmanda M, SLA ile temas halinde olan Ti ve Cu'nun bir karışımıdır. Ancak oluşan T_xO_y ve M₆O'nun stokiyometrisi konusunda birkaç anlaşmazlık noktası var. Örneğin Hahn ve arkadaşları (1998) [52], Ag–33.5Cu–1.5Ti'nin ağırlıkça %96 Al₂O₃ üzerinde 830 °C'da 10 dakika ısıtılmasıyla TiO_{1.04} ve Ti₄Cu₂O'nun oluştuğunu öne sürerken, Stephens ve arkadaşları [55] (2003)'de benzer bir SLA (Ag–34,1Cu–1,7Ti ağırlıkça %) safir üzerinde 845 °C'de 6 dakika tutulduğunda γ -TiO ve Ti₃Cu₃O için kanıt buldular.

Diğer bir çalışmada Lin ve arkadaşları [64] (2014) 20 dakika boyunca 915 °C'de tutulan ağırlıkça %99,9 Al₂O₃/Ag–26,7Cu–4,5Ti arayüzünde Ti₃O₂ (Ti₂O olarak adlandırılır) ve Ti₃Cu₃O için kanıt buldular. Ayrıca Cu₂O [57], AlTi ve CuTi₂ [66] gibi çeşitli ikili bileşikler de rapor edilmiştir. Bu çalışmaların çoğunluğu, oksitlerin kristal yapısını tanımlamak için XRD ve ardından bileşimlerini önermek için enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDS) tekniklerini kullandı. EDS'nin oksijenin varlığını belirlemek

iin kullanılabileceęi unutulmamalıdır, ancak bunun iin yapılan lmlerde atom numarası bu kadar dřk olan elementlerin dřk X-ıřını floresan verimine sahip olacaęı dikkate alınmalıdır. Bu teknik oksijen miktarının doęru bir řekilde analiz edilmesi iin uygun deęildir. Bunun temel nedeni, uyarımdan sonra oksijenden yayılan bazı X-ıřınlarının, bu X-ıřınları Si bazlı dedektre ulařmadan nce dedektrn koruyucu cihazları tarafından emilmesidir. Ag-Cu-Ti/almina arayz hakkında kapsamlı bilimsel literatr mevcut olmasına raęmen, T_p ve τ iin ok eřitli kořullar zerinde oluřan arayzey fazlarını kesin olarak belirlemek iin daha fazla alıřmaya ihtiya vardır. Bu ařamaların evrimini anlamak iin bu gereklidir [68].



3. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu tez çalışmasında kullanılan tüm saf ve ham malzeme ve elementler, onların saflıkları, altta ve kaplama süreci bu bölümde tanımlanmıştır.

3.1. Malzemeler

Bu tez araştırmasında, alümina (Al_2O_3) seramikleri alt tabaka olarak seçilmiştir. Hazırlanan alt tabakalar üzerine RF magnetron püskürtme (Kurt J. Lesker PVD) tekniği kullanarak sırasıyla gümüş (Ag), bakır (Cu) ve titanyum (Ti) ince filmler farklı kalınlıklarda kaplanmıştır. Tüm kaplama işlemi temiz odada (100-1000'lik) gerçekleştirilmiştir.

Alt tabakaların temizlik aşamaları şu şekildedir:

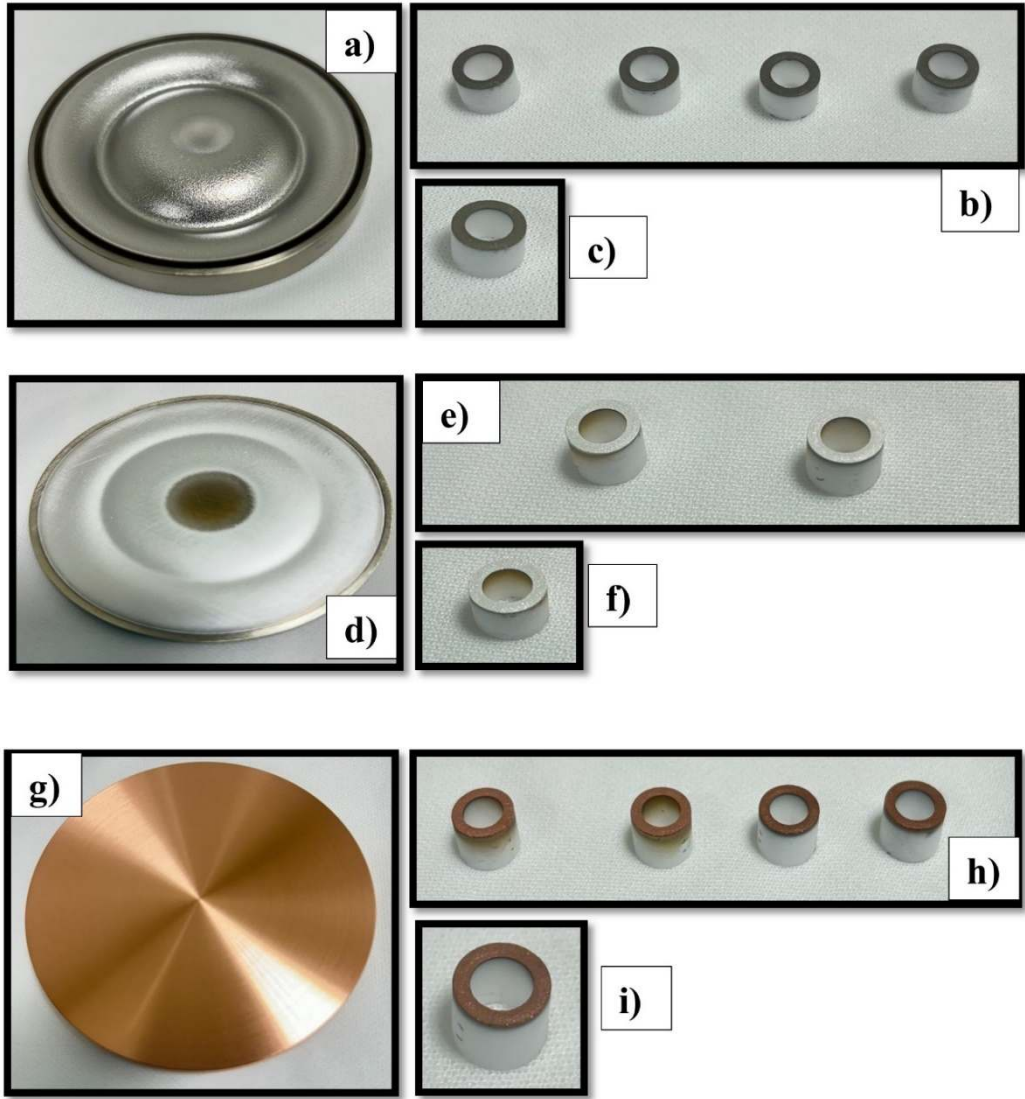
- 1) 5 dakika aseton (ultrasonik banyo içinde),
- 2) 5 dakika izopropil alkol (İPA) (ultrasonik banyo içinde),
- 3) Alt tabakaları kurutmak için temizlenen alt tabakalar azot (N_2) gazına maruz bırakılmıştır.

Bu çalışmada kullanılan tüm hedef malzemelerin özellikleri çizelge 3.1'de verilmiştir

Çizelge 3.1. Tez de kullanılan targetlerin detaylı parametreleri

Target	Atomik ağırlığı	Termal iletkenliği	Ergitme sıcaklığı	Termal genleşme katsayısı	Teorik yoğunluk	Saflık
		W/m.K	C	1/K	g/cc	%
Bakır (Cu)	63,55	400	1083	$16,5 \times 10^{-6}$	8,92	99,99
Gümüş (Ag)	107,87	430	962	$18,9 \times 10^{-6}$	10,5	99,99
Titanyum (Ti)	47,87	21,9	1660	$8,6 \times 10^{-6}$	4,5	99,95

Tüm kullanılan hedef malzemeler, alt tabakalar ve alt tabakalar üzerinde kaplanan ince filmlerin fotoğrafları Şekil 3.1'de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Tüm kullanılan malzemeler a, d, g) sırasıyla kullanılan Ti, Ag ve Cu targetler, b, e, h) altlıklar üzerine kaplama yapıldıktan sonraki fotoğraf ve c, f, i) örnek olarak gösterilen kaplamanın son hali

3.2. Kaplama Aşaması

Yukarıda belirtilen temizlik aşamalarını başarılı şekilde tamamlayan Al_2O_3 alt tabakalar, kaplama aşamasında kullanılmıştır. Kaplamaya başlamadan önce, kaplama yapılması gereken hedef malzeme (target) vakum odası içine yerleştirilmiştir. Temizlik aşamalarını başarılı bir şekilde tamamlayan alt tabakalar, kurutulduktan sonra vakum odası içinde altlık tutucuya yerleştirilir. Tüm kaplama işlemleri, doğru akım (DC) magnetron püskürtme tekniği kullanılarak yapılmıştır.

Vakumlama aşamasına başlamadan önce alt tabakaya $200\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklık uygulanır, alt tabaka dönme hızı 10 rpm olarak ayarlanır ve alt tabaka ile hedef arasındaki mesafe

sabitlenmiştir. Kaplamaya başlamadan önce vakum odası sırasıyla mekanik pompa ve turbo pompalar yardımı ile taban basınca kadar vakumlanır. Kaplamaya başlamadan önce, hedef malzemeye göre belirli bir süre ön-püskürtme yapılır. Kaplama aşamasında uygulanan tüm parametreler çizelge 3.2’de verilmiştir. Kaplama işlemi bittikten sonra, önce turbo pompa kapatılır ve kaba vakum seviyesine kadar basınç düşürülür, ardından mekanik pompa kapatılır ve vakum odası yavaşça oda basıncına getirilir. DC magnetron püskürtme ve tüm temizlik aşamaları temiz odada gerçekleştirilmiştir. Farklı malzemeleri kaplamak ve kontaminasyon seviyesini minimize etmek amacıyla vakum odası içinde bulunan alüminyum folyo değiştirilmiştir.

Çizelge 3.2. Tezde kaplama sırasında uygulanan etken parametreler

Parametre	Target	Taban basınç	Plazma oluşturma basıncı	Çalışma basıncı	DC güç	Ön alttaş sıcaklığı	Alttaş sıcaklığı	Alttaş dönme hızı	Ön püskürtme süresi	Kaplama hızı	Kaplama süresi	Kaplama kalınlığı
		Torr	mTorr	mTorr	Watt	°C	°C	rpm	dakika	nm/ saniye	dakika	nm
Ti		6×10^{-4}	20	3	200	250	-	10	10	0.4	30	85
Ag		6×10^{-6}	20	3	100	200	200	10	5	0.4	22	500
Cu		6×10^{-4}	20	3	100	200	-	10	5	0.2	21	250

3.3. Kaplama Yöntemi

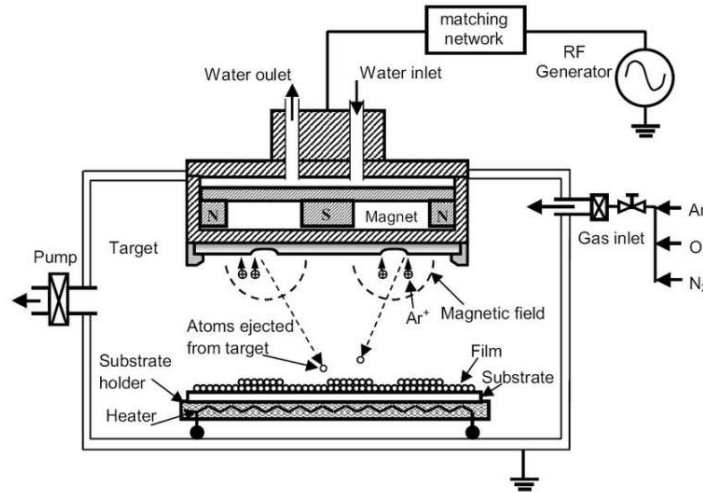
Magnetron püskürtme metalleri, alaşımları ve bileşikleri milimetre kalınlığa kadar geniş bir malzeme yelpazesine yüksek hızda kaplayabilen bir vakum kaplama tekniğidir. Diğer vakum kaplama tekniklerine göre birçok önemli avantaja sahiptir, bu sayede mikroelektronik üretiminden basit dekoratif kaplamalara kadar birçok ticari uygulamanın geliştirilmesine yol açmıştır. Magnetron püskürtme, ince film biriktirme için yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Bu tekniğin şeması Şekil 3.2’de gösterilmiştir.

Magnetron püskürtme, çapraz elektrik ve manyetik alanlarda gerçekleşen sıra dışı bir plazma deşarj olayıdır. Argon bombardımanı nedeniyle hedeften yayılan elektronlar, hedef yakınında bulunan manyetik "tuzak" içinde tutulur ve çarpışmalar nedeniyle nötr argon atomlarını iyonlaştırır [69]. Çalışma gazının yüklü iyonları hedef üzerinde hızlanır ve momentum transferi ile püskürtülen malzemenin (örneğin metal) atomlarını dışarı atar.

Metal atomlar, manyetik alan içinden akarak hedefin önünde bulunan alt tabaka üzerine yerleşir. Hedefin yakınında yüksek elektron konsantrasyonu, genellikle Ar olmak üzere, çalışma gazının iyonlaşma olasılığının yüksek olmasına neden olur [70]. Plazmada yüksek iyonlaşma sayesinde, magnetron püskürtme düşük basınçlarda ve yüksek deşarj akımlarında çalışabilir, bu da filmin önemli ölçüde birikim oranı ile sonuçlanır [71, 72].

Ayrıca, magnetron püskürtmenin avantajları arasında yüksek kaliteli kusursuz filmler üretilmesi [73], yüksek birikim hızı [71, 72], büyüyen filmin element bileşimi ve yapısının kolay kontrolü [74] yer alır. Bu avantajlar nedeniyle, magnetron püskürtme çeşitli endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu uygulamalar arasında optik kaplamalar [75], kesici takım takımları için sert kaplamalar [76], dekoratif kaplamalar [77], mikroelektronik, güneş hücreleri [78] vb. yer alır. Ayrıca, bu tekniğin aşağıdaki yöntemlerle kolayca modifiye edilebildiğini belirtmek önemlidir [79]:

- 1) İyonlaşma derecesinin artırılması (içi boş katot, ek RF kaynağı)
- 2) Voltaj sinyalinin değiştirilmesi (DC, AC, RF, DC darbeleri, HiPIMS)
- 3) Deşarja reaktif gazın eklenmesi
- 4) Manyetik alanın değiştirilmesi (geleneksel veya dengesiz magnetron, çiftli magnetronun ayna veya kapalı manyetik alan konfigürasyonu)
- 5) ECR veya CV gibi diğer biriktirme teknikleriyle eş zamanlı püskürtme



Şekil 3.2. Bir RF magnetron püskürtme tekniğinin şeması [80]

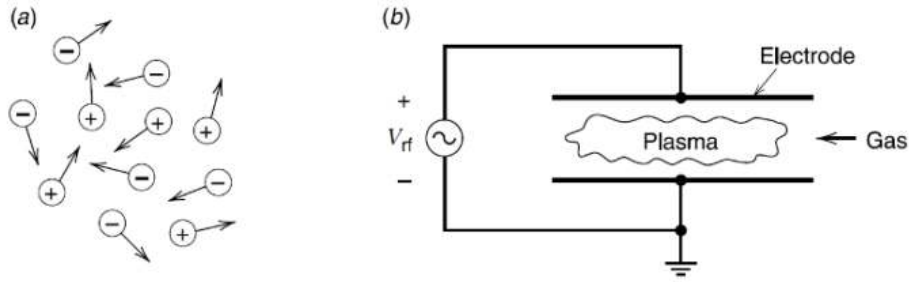
Reaktif Püskürtme: Magnetron püskürtme, tepkimeli olmayan ve reaktif püskürtme olmak üzere ikiye ayrılabilir. İlk yöntemde filmler, asal gaz ortamında elementer bir hedefin (target) püskürtülmesiyle üretilir. İkinci yöntemde ise çalışma gazına ek olarak belirli bir miktarda reaktif gaz (oksijen veya azot gibi) eklenir. Reaktif

püskürtme, oksitler, nitridürler, karbürler, oksinitridürler ve diğer malzemelerin üretimini sağlayan hassas ayarlanmış ve esnek bir yöntemdir. Örneğin, yalıtkan malzemeler için AlN, karmaşık bir RF püskürtme kullanılmadan saf metal Al hedefinden üretmek mümkündür. Ancak, ne yazık ki reaktif püskürtmede birikim hızı, birkaç nedenden dolayı saf metal biriktirmeye göre daha düşüktür [79, 81]:

- 1) Bir bileşiğin püskürtme verimi metale karşılık gelen verimden daha düşüktür. $\gamma(\text{Metal}) > \gamma(\text{bileşik})$, örneğin $\gamma(\text{Ti}) > \gamma(\text{TiN})$
- 2) Reaktif gazlar genellikle düşük atom kütesine sahiptir; bu nedenle püskürtmede oldukça etkisizdirler.
- 3) Saf metalin bileşiği ile değiştirilmesi nedeniyle magnetron deşarj voltajının düşmesi. Örneğin, Ti yerine TiN kullanılması. Bu azalma, hedef zehirlenmesi adı verilen olgudan kaynaklanır. Altlık ve hedef yüzeylerinde kimyasal reaksiyonlar ve bileşik oluşumu meydana gelir [81].

Plazma deşarjlarının prensibi: Plazma, bir gazın atomları iyonlaştığında (Şekil 3.3a) rastgele yönlerde hareket eden serbest yüklü parçacıkların (iyonize olmuş atomlar/moleküller ve elektronlar) bir araya gelmesidir. Elektriksel olarak iletken bir ortam olan plazma, pozitif ve negatif yüklü parçacıkların kabaca eşit sayıda bulunduğu bir haldir. Bazen katı, sıvı ve gaz hallerinden farklı olarak dördüncü hal olarak adlandırılır. İyonlar ve elektronlar, yüksek enerjili elektronlar veya fotonlar nötr atomlar ve moleküllerle çarpıştığında (elektron çarpışması iyonlaşması veya fotoiyonlaşması) gaz fazında üretilir.

Nötr bir gazı plazma oluşturmak için gerekli enerjiyi sağlamanın çeşitli yolları vardır. Bu ısıtılmış elektronlar, çarpışmalar sırasında atomları iyonlaştırmak için yeterli kinetik enerjiye ve yüksek bir olasılığa sahiptir. Plazma deşarjındaki yüklü ve nötr parçacıklar arasındaki oran, iyonlaşma derecesi olarak adlandırılır ve plazma kaplama işleminde çok önemlidir [70].



Şekil 3.3. Bir basit DC elektriksel deşarjin şeması [80]

Şekil 3.3, basit bir elektriksel deşarjı göstermektedir. Bu sistem, iki elektrot ve bir güç kaynağından oluşur. Elektrotlar arasına DC voltaj uygulandığında, çalışma gazı bozulduktan sonra bir deşarj oluşur. Katottan yayılan elektronlar anoda doğru hızlandırılır ve ağır parçacıklarla çarpışarak pozitif yüklü iyonlar oluşturur. Bu ağır iyonlar katoda doğru akar ve püskürtme (sputtering) olayı ile katot malzemesinin yüzeyine çarparak onu aşındırır. Aynı zamanda bu çarpışmalar, ikincil elektronların kaynağıdır. Bu ikincil elektronlar, John Townsend tarafından tanımlanan gaz iyonlaşma mekanizmasında önemli bir rol oynar. Townsend denklemi, kararlı olmayan bir deşarjdan kendi kendini idame ettiren bir deşarja geçiş kriterlerini gösterir [80]:

$$\gamma e^{ad} = 1 \quad (3.1)$$

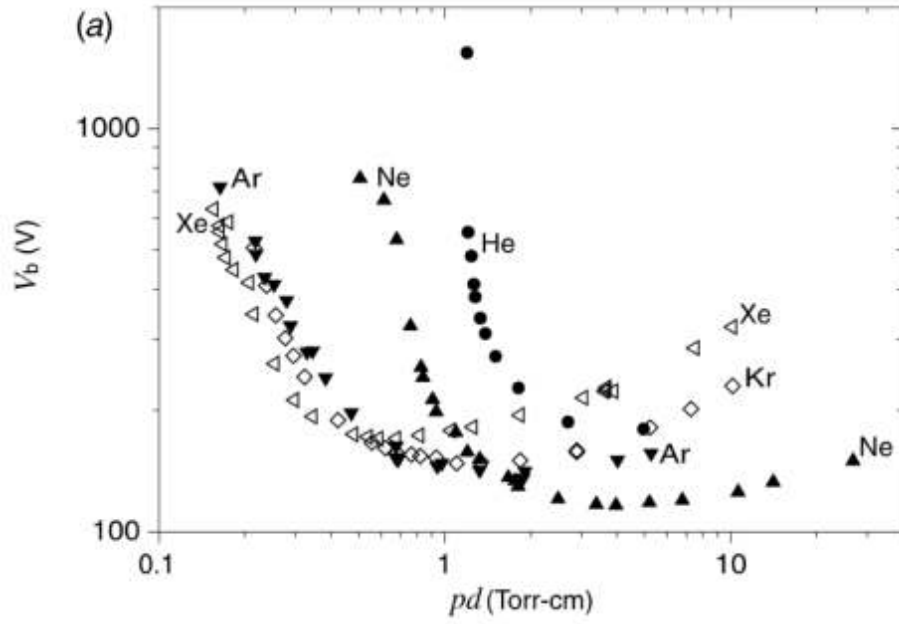
bu denklemde:

γ = Townsend ikincil emisyon katsayısı

α = Townsend iyonlaşma katsayısı

d = Katot ile anot arasındaki mesafe

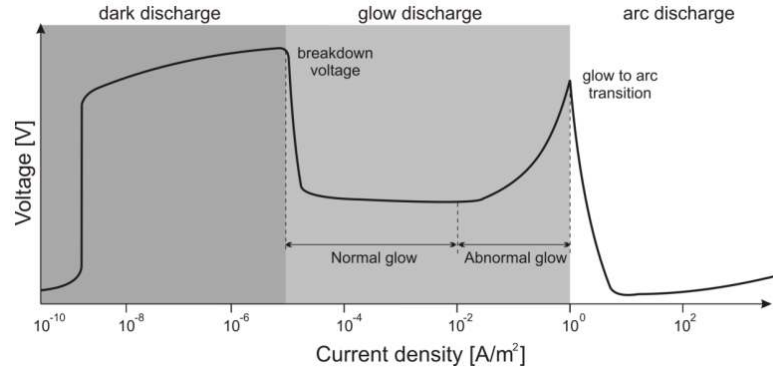
Bu formüle göre, yayılan her bir elektron 1 adet ikincil elektron oluşturarak onun işlevini devraldığında kendi kendini idame ettiren bir deşarj ortaya çıkar. Hem γ hem de α katsayıları, çalışma basıncına ve elektrotlar arasındaki mesafeye güçlü bir şekilde bağlıdır. Bu bağımlılık, Friedrich Paschen tarafından deneysel olarak belirlenmiştir. Paschen, gaz basıncı, iki elektrot arasındaki mesafe ve gaz türü gibi faktörlere bağlı olarak kırılma voltajını elde etmiştir. Şekil 3.4, asal gazlar için tipik Paschen eğrilerini göstermektedir.



Şekil 3.4. Asal gazların Paşen eğrisi [80]

Bir DC deşarjının akım-voltaj karakteristiği, tamamen farklı iyonizasyon derecesi ve elektron ile iyon enerjileri ile karakterize edilen birkaç rejime ayrılabilir. Tipik I-V karakteristiği Şekil 3.5'te gösterilmektedir. Üç karakteristik rejim belirlenebilir:

- 1) **Townsend deşarjı veya karanlık deşarj:** Gerilimde çok az bir artışla akımın arttığı ve serbest elektronların daha fazla iyonizasyon için yeterli enerjiyi taşıdığı rejimdir.
- 2) **Kızdırma deşarjı (Glow discharge):** Bu rejimde voltaj düşer ve akım miliamper aralığına çıkar. Düşük akımda voltaj, akımdan bağımsızdır. Daha yüksek akımlarda normal ışıma, anormal bir ışıma dönüşür ve voltaj giderek artar.
- 3) **Ark deşarjı:** Bu rejimde akım amper aralığına ulaşır ve akım arttıkça voltaj önemli ölçüde düşer.



Şekil 3.5. Bir DC deşarjın Akım-Voltaj karakteristiği [80]

Yüzeyin iyon bombardımanı: Fiziksel püskürtme, enerjik parçacıkların hedef bombardımanı sonucu katı bir hedef malzemesinden parçacıkların atılması işlemidir [70]. Bu enerjik parçacıklar genellikle asal gaz iyonları olup, elektrik alanı tarafından hızlandırılır ve çarpışmalarla momentumu hedef malzemenin atomlarına aktarır [69, 70]. İnce filmlerin püskürtme biriktirilmesi, püskürtülen bir yüzeyin biriktirilen malzemenin kaynağı olarak hizmet ettiği işlemi karakterize eder. Püskürtülen parçacıklar tipik olarak plazma deşarjında çarpışma olmadan hedeften alt tabakaya taşınır.

Hedefin yüzeyinden bir atomu püskürtme olasılığı, gelen parçacığın enerjisine ve kütlesine bağlıdır. Diğer önemli bir parametre ise püskürtme verimidir. Bu, püskürtülen parçacıkların bombardımana uğrayan parçacıklara oranıdır ve püskürtme verimliliğini karakterize eder. Püskürtme verimi, hedef malzemesindeki bağların yapısı ve gücü, hedef element bileşimi ve bombardımana uğrayan parçacıkların akı açısı gibi çeşitli parametrelere bağlıdır. Hedef sıcaklığına göre nispeten duyarsızdır [71]. Elementlerin veya bileşiklerin püskürtme verimleri deneysel olarak belirlenir ve aşınma hızı ile karakterize edilir. Bu, şu şekilde belirlenir [80]:

$$R = \frac{\gamma J}{ne} \text{ (cm/min)} \quad (3.2)$$

Bu förmülde:

J = mA/cm² cinsinden iyon akım yoğunluğu,

γ = atom/iyon cinsinden püskürtme verimi,

e = element yükü,

n = hedef malzemenin g/cm³ cinsinden yoğunluğudur.

İyon bombardımanının yüzey üzerindeki etkileri: Bir iyon, katı bir yüzeye çarptığında aşağıdaki reaksiyonlar gerçekleşir. İyon bombardımanı sırasında katı yüzeye hedef denir:

- İyon hemen sonrasında yansıtılıp nötralize edilebilir.
- İyon bombardımanı hedeften bir elektron çıkarabilir ve ikincil bir elektron yaratabilir.
- İyon hedefe nüfuz edebilir; bu işlem iyon implantasyonu olarak bilinir. Bu işlem, IC teknolojisinde silikon plakalarda (wafer) seçici olarak katkılanması için yaygın olarak kullanılmaktadır.
- İyon, hedef malzemede yapısal değişikliklere neden olabilir; bu da hedef bileşimde değişikliklere yol açabilecek ara kusurlara ve büyük örgü kusurlarına neden olabilir.
- Son olarak, iyon etkisi, hedef atomlar arasında bir dizi çarpışmaya neden olabilir ve bu atomlardan birinin fırlatılmasına yol açabilir. Bu sürece püskürtme denir.

3.4. Karakterizasyon Teknikleri

Bu bölümde tez çalışmasında gerçekleşen tüm ölçümler verilmiştir. Bu ölçümler sırasında uygulanan ek bilgi veya parametreler paylaşılmıştır.

3.4.1. Fiziksel özellikleri

3.4.1.1. Yapısal özellikler (Raman)

Üretilen katmanlı ince filmlerin yapısal özelliklerini incelemek için Raman spektroskopisi kullanılmıştır. Bakır, gümüş ve titanyum ince filmler kaplandıktan sonra örnekler ölçüm için gönderilmiştir. Ölçümler, 400–4000 cm^{-1} aralığında gerçekleştirilmiştir. Analiz yapılmadan önce ince filmler ve seramik alt tabakalar üzerinde herhangi bir ekstra işlem yapılmamıştır.

3.4.1.2. Yüzeysel özellikler (AFM)

Tüm kaplanmış ve kaplanmamış katmanlı ince filmler ile sadece alt tabakanın yüzeysel özellikleri AFM (Atomik Kuvvet Mikroskobu) cihazı ile incelenmiştir. Tüm kaplanmış ve kaplanmamış malzemelerin görüntüleri 50 μm $\times$ 50 μm boyutunda alınmıştır. Bu ölçümler temasız modda gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümlerden elde edilen

önemli parametreler ise Rq, Ra ve Rz'dir. Bu parametreler sırasıyla ortalama karekök (root-mean-square) pürüzlülük, ortalama pürüzlülük ve on nokta ortalama pürüzlülük değerini ifade eder.

Rz matematiksel olarak aşağıdaki denkleme göre hesaplanır [82]:

$$R_z = \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n P_i - \sum_{i=1}^n V_i \right) \quad (3.3)$$

n, değerlendirme uzunluğu boyunca numune noktalarının sayısıdır, P_i , i. sıra numaralı tepenin yüksekliği, V_i ise i. sıra numaralı vadinin profil çizgisine göre derinliğini ifade eder.

Tüm örneklerde, Rq değerleri Ra değerlerinden daha yüksektir. Bu durum karekök ortalama kare (RMS) yüksekliğinin ortalama yükseklikten daha fazla büyük sapmaları hesaba kattığı gerçeğiyle matematiksel olarak açıklanabilir:

$$R_z = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| \cdot dx \quad (3.4)$$

ve;

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L |y(x)^2| \cdot dx} \quad (3.5)$$

Burada L, ölçüm için kullanılan x eksenindeki profilin uzunluğu ve $y(x)$, her veri noktası için profil çizgisinden yüksekliğin değişimidir.

3.4.1.3. Yüzeysel özellikler (FESEM)

Alümina altlıklar üzerinde üretilen katmanlı ince filmlerin yüzeysel analizleri, alan emisyonlu tarama elektron mikroskopu (FESEM) cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Analiz yapılmadan önce tüm örneklerin yüzeyleri Au/Pd ile kaplanmıştır. Bu araştırmada kullanılan cihaz, Hitachi Regulus 8230 markalı olup, ultra vakum şartlar altında analizleri gerçekleştirmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

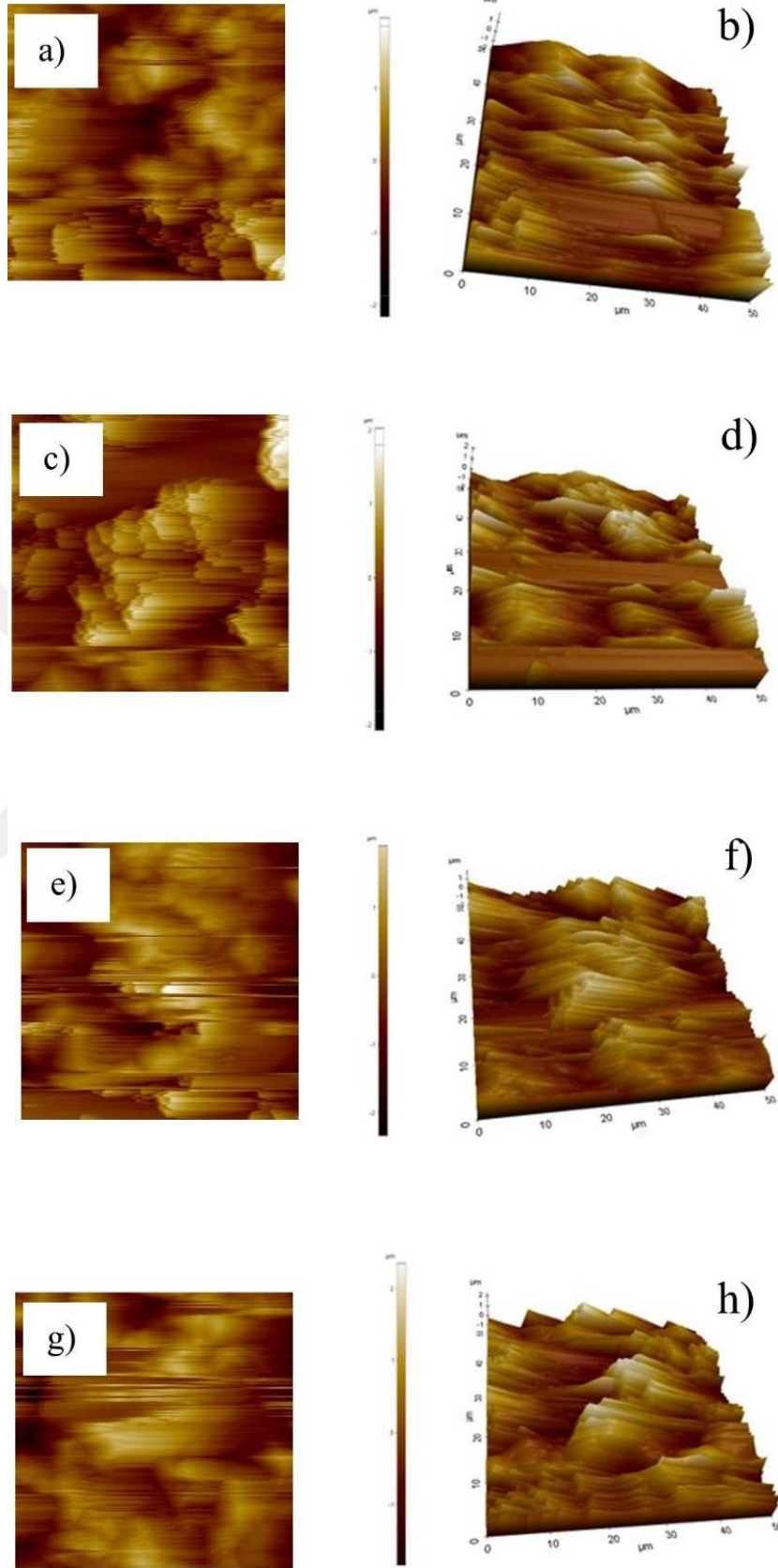
Bu tez çalışmasında gerçekleşen fiziksel ölçümlerin sonuçları bu bölümde irdelenmiştir.

4.1. Yüzeysel Özellikler

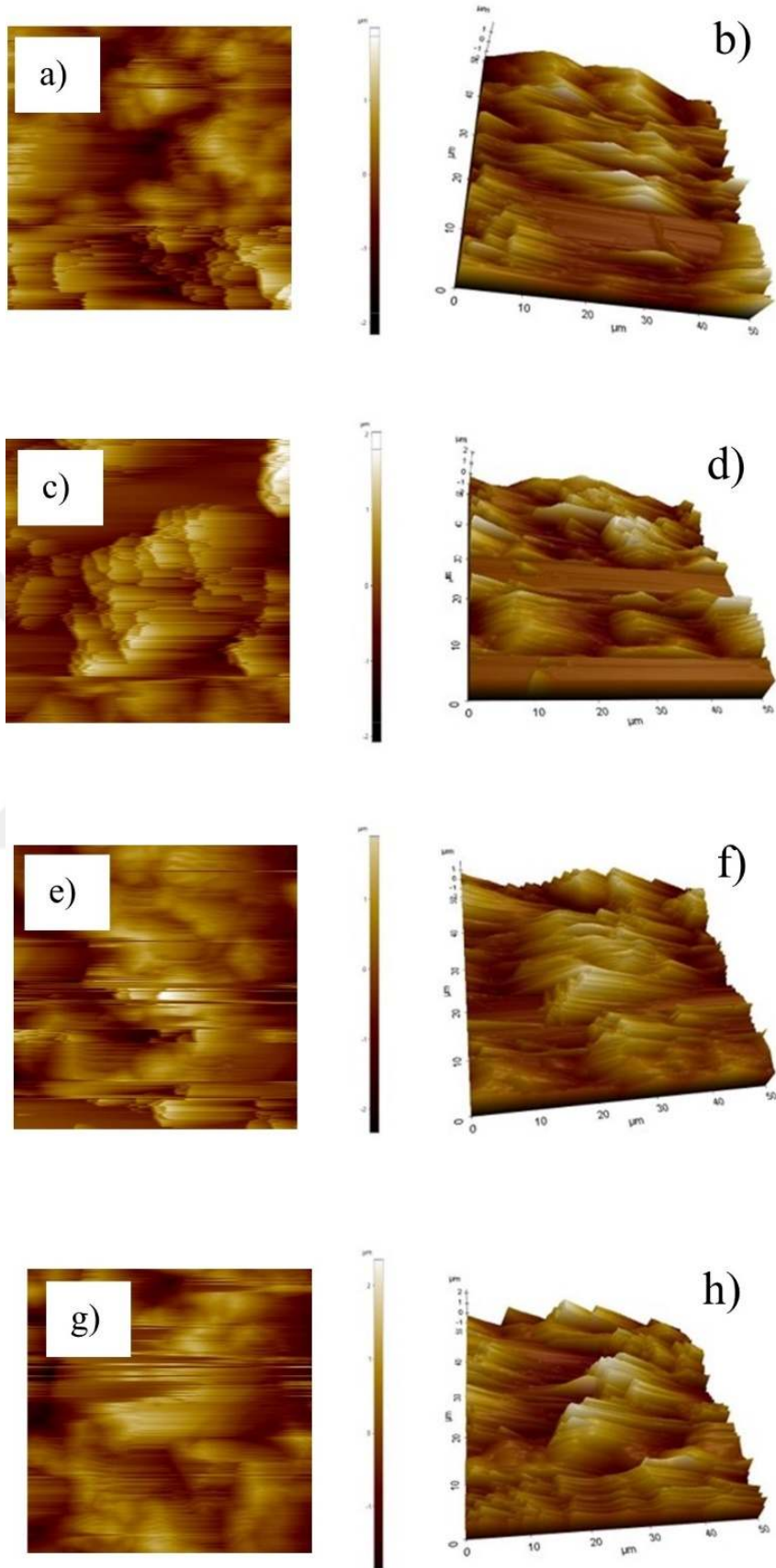
Üretilen katmanlı ince filmlerin tüm yüzeysel özellikleri, Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılarak analiz edilmiştir. Tüm kaplanmamış ve kaplanmış alt tabakaların yüzey görüntüleri AFM cihazı ile elde edilmiştir. Kaplanmamış alt tabakaların yüzey görüntüleri Şekil 3.3'te ve Cu/Ag/Ti kaplanmış son katmanlı ince filmlerin yüzey görüntüleri Şekil 3.4'te verilmiştir.

AFM cihazı ile elde edilen üç önemli parametre vardır:

- 1) Ortalama Pürüzlülük (Ra): Tüm ölçülen uzunluk/alan üzerinde hesaplanan ortalama yüksekliktir. Ra, tipik olarak işlenmiş yüzeylerin pürüzlülüğünü tanımlamak için kullanılır ve genel profil yüksekliği karakteristiklerindeki varyasyonları tespit etmek ve yerleşik bir üretim sürecini izlemek için faydalıdır.
- 2) Karekök Ortalama Kare (RMS) Pürüzlülüğü (Rq): Yüzey yüksekliğinin dağılımının kareköküdür ve ortalama çizgi/düzlemden büyük sapmalar için ortalama pürüzlülüğe göre daha hassas olduğu kabul edilir. Ayrıca eğrilik ve basıklık parametrelerini hesaplamakta kullanılır. Rq, optik yüzeylerin finisajını açıklar ve profil yüksekliklerinin standart sapmasını temsil eder.
- 3) On Noktalı Ortalama Yükseklik Pürüzlülüğü (Rz): Değerlendirme profili/yüzeyindeki en yüksek beş tepe ile en düşük beş vadinin ortalama yüksekliği arasındaki farktır ve Rq'den daha sık karşılaşılan yüksek tepelere veya derin vadilere karşı daha hassastır.



Şekil 4.1. Kaplanmamış Al_2O_3 altlıkların iki ve üç boyutlu yüzey görüntüleri



Şekil 4.2. Kaplanmış katmanlı ince filmlerin iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri

Kaplama yapıldıktan sonra elde edilen parametreler, kaplama öncesi ve sonrası çok değişmemektedir. Karşılaştırma amacıyla dört farklı bölgeden ölçüm gerçekleştirilmiştir. Karekök pürüzlülük (Rq) değerinin kaplama öncesi ve sonrası dört ölçümden elde edilen ortalama değeri sırasıyla 526 nm ve 552 nm olarak hesaplanmıştır. Fiziksel buhar biriktirme yöntemi kullanarak elde edilen yüzey pürüzlülük değeri nanometre seviyesindedir. Ayrıca, kaplama sonrası yüzey pürüzlülük değeri çok az artmıştır.

Bu tez çalışmasında elde edilen yüzey pürüzlülük (Rq) değeri, M. Ali [68] ($\sim \mu\text{m}$) ve A. A. Ogwu et al. [83] ($\sim 500\text{-}800\text{ nm}$) çalışmalarına göre daha düşük iken, F. Fuadi et al. ($\sim 4\text{ nm}$), K. Y. Chan [84] ($\sim 8\text{ nm}$) ve D. Krause et al. [85] ($\sim 3\text{ nm}$) çalışmalarına göre daha yüksektir.

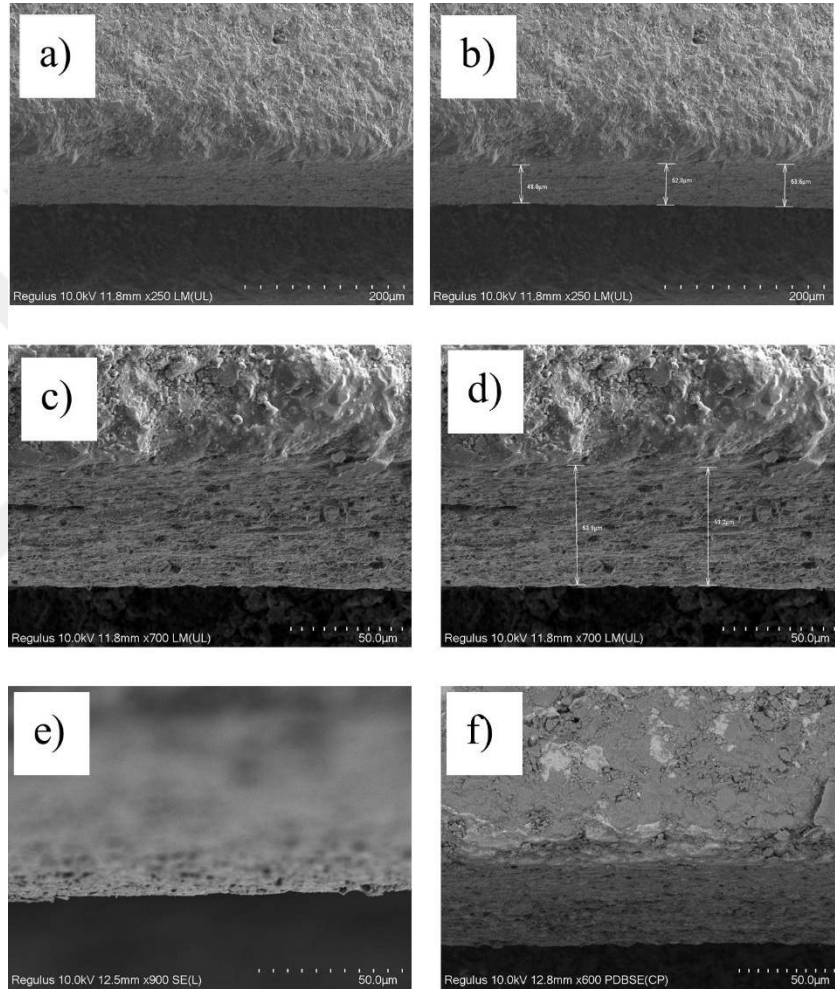
Yüzey pürüzlülük değeri, en son kaplanan bakır katmanın yüzeyinin dalgalı olduğunu gösterir. Bu durum yüzeyin temas alanını artırmaktadır. İki yüzeyin, yani katı-katı veya katı-sıvı temas alanının artması, iki katman arasında daha fazla bağ kurulmasını ve yapışmanın artmasını sağlar. Rq değerinin yüksek olması, katmanın brazing gibi uygulama alanları için uygun olduğunu ifade eder. Ayrıca, yüzey pürüzlülük değerinin yüksek olması, yüzeydeki film malzemenin (bu çalışmada bakır) daha hidrofilik özelliğe sahip olduğunu gösterir [86].

Ra değerinin kaplama öncesi ve sonrası dört ölçümden elde edilen ortalama değeri sırasıyla 414 nm ve 439 nm olarak hesaplanmıştır. Son olarak, Rz değerinin kaplama öncesi ve sonrası dört ölçümden elde edilen ortalama değeri sırasıyla 3,63 ve 3,85 olarak hesaplanmıştır. Tüm parametreler kaplama sonrasında artış göstermiştir. Tüm AFM cihazından elde edilen önemli ve etkili parametreler Çizelge 4.1’de listelenmiştir.

Çizelge 4.1. *Kaplama öncesi ve sonrası AFM ölçümünden elde edilen etken yüzey parametreleri*

	Rq	Ra	Rz	Şekildeki konumları
	nm	nm	μm	
Kaplanmamış Al_2O_3	548	444	3,22	Şekil 4.1 a, b)
	429	308	3,84	c, d)
	477	378	3,65	e, f)
	651	526	3,82	g, h)
Kaplanmış	469	374	3,54	Şekil 4.2 a, b)
	608	484	4,08	c, d)
Cu/Ag/Ti/ Al_2O_3 altlık	507	404	3,80	e, f)
	626	494	3,96	g, h)

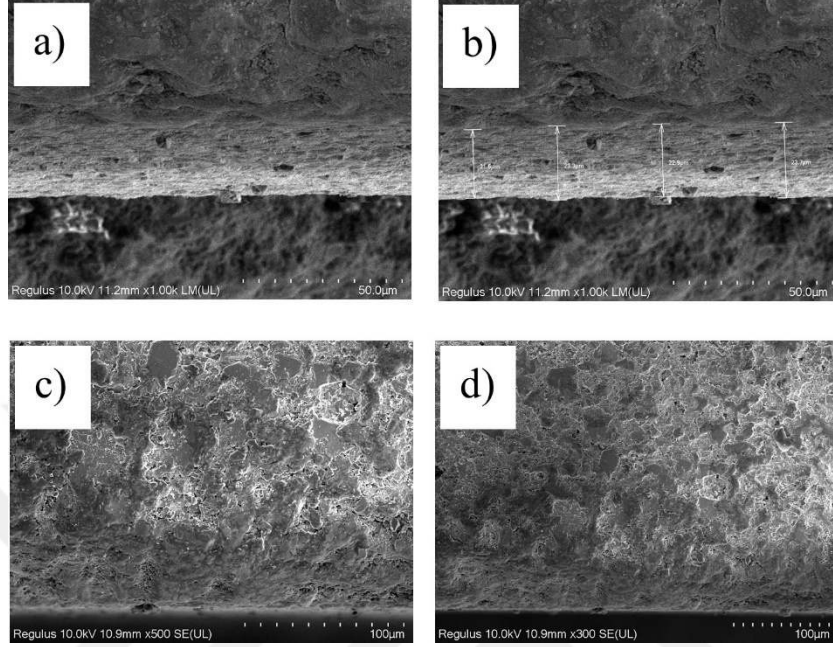
Üretilen katmanlı ince filmlerin yüzey görüntüleri ve katman kalınlıkları Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'te verilmiştir. Bu görüntüler, farklı odaklama boyutlarında yapılmıştır. Şekil 4.3 b ve d'de katman kalınlığı 53 μm olarak ölçülmüştür. Kaplanan tüm örneklerde yüzeyler gözenekli bir yapı oluşumunu göstermiştir. Şekillere göre katmanlar arasında iyi ve homojen bir yapışma gözlenmiştir. Katmanlar arasında soyulma ve boşluk bulunmamaktadır.



Şekil 4.3. Kaplanan katmanlı ince filmlerin FESEM cihazı kullanarak yüzey görüntüleri ve katman kalınlık değerleri (C serisi)

Tüm ölçümlerden elde edilen görüntülerde ise çatlak mevcut değildir. FESEM cihazı ile elde edilen ölçümlerde, tüm tarama alanında yüzeyde çok sayıda pik ve vadi belirli bir şekilde mevcuttur. Bu ölçümler, AFM ölçümünden elde edilen yüzey pürüzlülük değerlerini teyit etmektedir. Tüm yüzeylerde kaplama sonrası boşluklar ve gözenekler bulunmaktadır. Şekil 4.4'te gösterilen tüm ölçümlerde ve örneklerde katman

kalınlıkları 21-24 μm arasında deęiřmektedir. Yan kesit grntlerinde katmanlar arasında soyulma veya ayrılma gzkmemektedir.



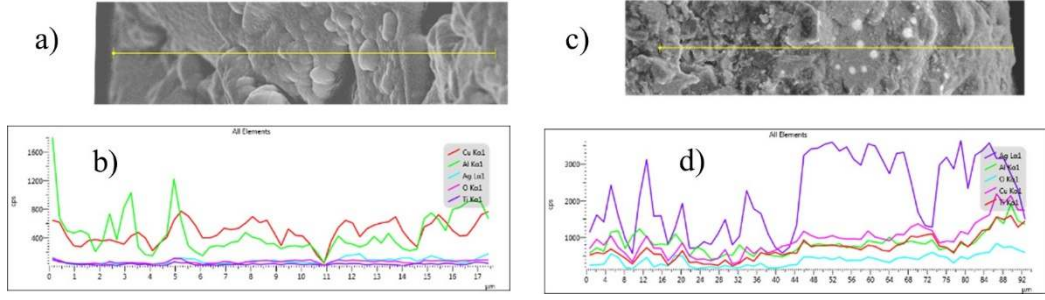
řekil 4.4. *Kaplanan katmanlı ince filmlerin FESEM cihazı kullanarak yzey grntleri ve katman kalınlık deęerleri (L serisi)*

Bu arařtırmada kullanılan kaplama teknięi ile elde edilen katmanlı yapıda soyulma veya ayrılma ortaya ıkmamıřtır. Yzeysel olarak tm rneklerde ok sayıda pikler ve vadiler aıka gzkmektedir. Kaplama sonrası yzeyde atlakların oluřmaması, kullanılan kaplama teknięinin uygun ve bařarılı olduęunu gstermektedir.

4.2. Element Analizi

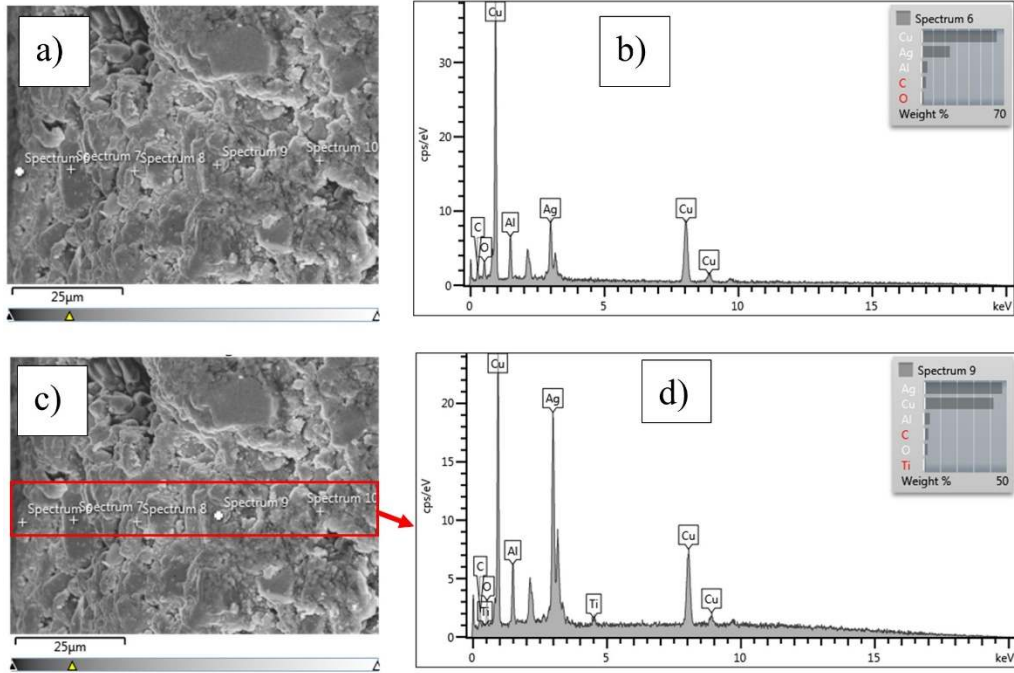
Kaplama sonrası hazırlanan  katlı ince filmlerin element analizi ve haritalaması, FESEM cihazına monte olan Enerji Daęıtıcı X-Iřını Analizi (EDS) cihazı ile yapılmıřtır. Bu analiz yksek vakum altında gerekleřtirilmiřtir.

Bu arařtırmada, rneklerin EDS analizleri řekil 4.5'te verilmiřtir. Bu řekilde, rneklerin yzeyinde izgisel olarak element analizi gerekleřtirilmiřtir. izgisel element analizi sonucunda, bakır ve dięer rnekte ise gmř en fazla yzeyde bulunmaktadır. Kaplanan her iki rnekte de kaplanan katmanlardan baęımsız olarak Al element seviyesi mevcuttur. Bu arařtırmada Al elementinin EDS lmnde bulunması, alt tabakalardan kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.5. Üretilen katmanlı ince filmlerin çizgisel yüzey element analiz sonucu

Çizgisel ölçüme ek olarak, kaplanan filmlerin yüzeyinden noktasal element analizi gerçekleştirilmiştir. Bu ölçüm sonuçları Şekil 4.6’da verilmiş olup, element dağılımı yüzdesel ve ağırlık bazında Çizelge 4.2’de listelenmiştir.



Şekil 4.6. Kaplanan katmanlı ince filmlerin yüzeyden alınan noktasal EDS ölçüm sonuçları

Analiz sonuçlarına göre, örneklerin birinde Cu, diğerinde ise Ag elementinin daha fazla olduğu ölçülmüştür. Tüm örneklerde alt katmanların elementleri mevcuttur. Ayrıca, ağırlık bazında elde edilen sonuçlarda, altlıklardan kaynaklanan Al ve O elementleri bulunmaktadır. Alüminyum ve oksijen elementlerinin ağırlık seviyesi çok azdır. Bu elementlere ek olarak karbon elementi de tespit edilmiştir.

Çizelge 4.2. *Kaplama sonrası EDS cihazı kullanarak element analizi sonucunda yüzeyden alınan noktasal ölçüm*

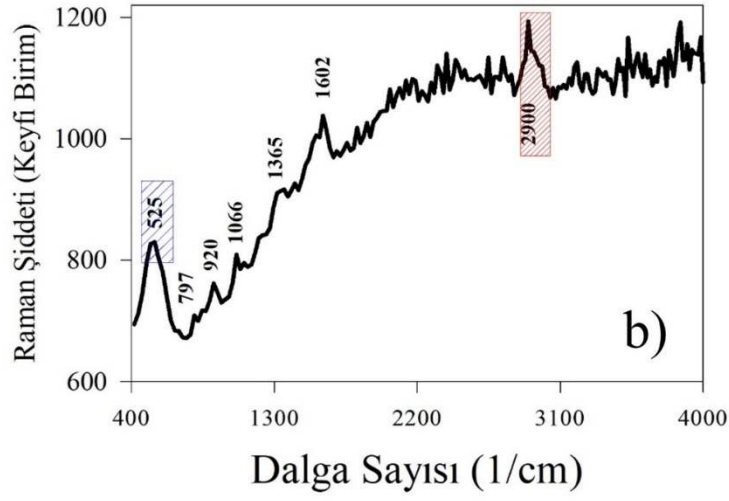
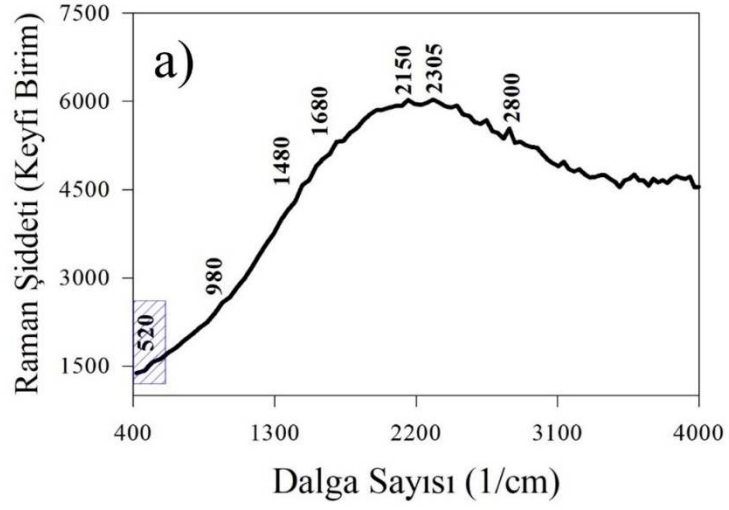
Element	Ağırlık %	Ağırlık %
Karbon (C)	4,24	2,96
Oksijen (O)	2,30	2,50
Aluminyum (Al)	5,40	3,85
Titanyum (Ti)	-	1,30
Bakır (Cu)	63,79	42,10
Gümüş (Ag)	24,27	47,28
Toplam	100	100
Şekil Numarası	1-eds 1 (a,b)	1-eds 4 (c,d)

4.3. Mikro-Yapısal Özellikler

Üretilen katmanlı ince filmlerin Raman spektrumları Şekil 4.7’de verilmiştir. Bu spektrum, tüm örnekler için 400-4000 cm^{-1} aralığında yapılmıştır.

Şekil 4.7’de farklı pikler belirlenmiştir. Bu şekilde, 520 cm^{-1} , 525 cm^{-1} , 797 cm^{-1} , 920 cm^{-1} , 980 cm^{-1} ve 1066 cm^{-1} bakır ince filmin pikleridir. Ayrıca, 3000 cm^{-1} ile 3500 cm^{-1} dalga sayısı arasında görülen pikler de bakır ince filmde kaynaklanmaktadır. Bakır pikleri, R. L. Frost [87], J. Koo ve arkadaşları [88], W. Martens ve arkadaşları [89], A. V. Markin ve arkadaşları [90] tarafından rapor edilen değerlerle eşleşmektedir. Tüm bakır piklerin merkezlerinde rapor edilen araştırmalara kıyasla 1-4 cm^{-1} kadar bir kayma vardır.

Ölçülen spektrumda, 1365 cm^{-1} merkezli pik gümüş ince filmde kaynaklanmıştır [91-93]. Ayrıca, 1400 cm^{-1} ile 1430 cm^{-1} dalga sayısı arasında ortaya çıkan pikler de Ag ince filme aittir [92]. Bu araştırmada elde edilen Raman spektrumlarında alüminyum ve alümina ile ilgili pikler bulunmamıştır.



Şekil 4.7. Üretilen katmanlı ince filmlerin Al_2O_3 seramikler üzerindeki Raman spektrumu

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu bölümde tez aşamasında gerçekleşen tüm sonuçlar üzerinde tartışma yapılmıştır. Ayrıca daha sonraki araştırmalar için farklı ve çeşitli öneriler de bulunulmuştur.

5.1. Sonuç ve tartışma

Bu araştırmada, alümina (Al_2O_3) alt tabakalar üzerine bakır, gümüş ve titanyum gibi üç farklı metal ince film kaplanmıştır. Kaplama sonrası örneklerin ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Yüzeysel ölçümler sonucunda, seramik alt tabakaların yüzeyinden kaynaklı katmanlı yapının pürüzlülük değerleri yüksek elde edilmiştir. Bu araştırmada tasarlanan ve üretilen ince filmlerin pürüzlülük değeri (R_q) ise nanometre mertebesinde. Bu sonuç, kullanılan kaplama yönteminin nano-mertebesinde yüzeyler elde edilmesini ispatlamaktadır. Kaplama sonrası yüzey parametrelerinin yüksek olması, seçilen seramik alt tabakaların yüzey pürüzlülüğünden kaynaklanmaktadır. FESEM ile ölçülen ve görüntü olarak elde edilen sonuçlarda ise yüzeylerde herhangi bir çatlak gözükmemektedir. Bu sonuç, kullanılan katman ve kaplama tekniğinin uygun ve başarılı olduğunu ifade etmektedir. FESEM görüntülerinde yüzey gözeneklidir ve çok sayıda pik ve çukur bulunmaktadır. FESEM'den elde edilen görüntüler, AFM'den elde edilen değerleri teyit etmektedir.

Yüzey pürüzlülüğünün yüksek olması, temas alanını artırmaktadır. Yüzey alanının artışı ise bu katmanlı yapının bazı uygulama alanlarında daha yararlı olmasını sağlamaktadır. Örneğin, bu yapının başka bir malzeme veya yapı ile lehimlenmesi söz konusu ise pürüzlülük değeri ve yüzey alanının yüksek olması, temas yüzeyini artırarak iki parçanın arayüzünde daha fazla temas, yani yüzeyde bulunan atomlar arasında daha fazla bağ kurmak anlamına gelmektedir. Arayüzdeki atomlar arasında daha fazla bağ kurmak ise iki parça veya malzeme arasında yapışmanın daha iyi ve güçlü olmasına neden olacaktır. Bu işlem, soyulma problemini minimize edecektir.

Üretilen katmanlı ince filmlerin yapısal ölçümü sonrası elde edilen pikler bakır malzemesine aittir. Ancak bu piklerin bazıları gümüşten kaynaklanmıştır. Bunun nedeni, bakır katmanının daha ince olması olabilir. Raman spektrum sonucunda piklerin şiddeti azalmıştır. Literatürde yayınlanan diğer araştırmalar ile karşılaştırdığımızda, bu araştırmada elde edilen pik merkezlerinde çok az bir miktarda kayma mevcuttur. Bunun nedeni, kaplama sırasında ve alt katmanlardan kaynaklanan stres veya kusurlardır. Bu kayma, yayınlanan raporlara göre kaplanan ince filmlerin ortalama tane boyut

değişikliğinden kaynaklanabilir. Bu araştırmada kaplanan ince filmlerin bakır malzemesinin, ortalama tane boyut azalması (veya başka bir deyişle tane boyutların küçülmesi), x-ekseninde dalga sayısının daha yüksek değerlere doğru kaymasına neden olabilir; bu olay kırmızı kayma (red shift) olarak bilinir. Raman spektrumundaki pik merkezlerinin kaymasında, yüzeyin gözenekli olması ve kaplama sırasında oluşan kusurların yoğunluğu rol oynamaktadır. Nano-boyut malzemelerde (nanoparçacıklar, ince filmler gibi) bu tür kaymalar çeşitli araştırmacılar tarafından raporlanmıştır.

Bu yöntem, kaplanan ince filmlerin mikro-yapısal özelliklerini incelemek için en önemli, güçlü ve etkili bir analiz türüdür.

Kaplama sonrası üretilen Cu-Ag-Ti ince filmlerin element analizi sonucunda, her üç element de EDS ölçümünde bulunmaktadır. Bu sonuç, katmanların oluşumunu göstermektedir. Bu araştırmada alttaş olarak seçilen alümina seramiklerden kaynaklı tüm örneklerde Al ve O elementleri mevcuttur. Bu sonuçlar, kaplanan Cu, Ag ve Ti filmlerin ince veya nano-mertebesinde olmasından kaynaklı olabilir. Yüzeyden elde edilen çizgisel ve noktasal sonuçlar, yapılan filmlerin sırası ile kaplanmasını ifade etmektedir. Çizgisel ölçümler sonucu, yüzeyde yapılan 17 mikrometre uzunlukta elementlerin homojen bir şekilde dağılımını göstermektedir. Bu ölçümde dağılım, kaplanan ince filmin sırasına göre bir şiddet göstermektedir. Başka bir deyişle, yüzeyde olan katmanın şiddeti daha yüksek iken alttaki katmanların şiddeti bu aralıkta daha azdır. Alttaştan kaynaklanan elementler ise her iki örnekte minimum seviyededir.

5.2. Öneriler

Bu araştırma sonucunda metal ve çok katmanlı yapı üretilmiştir. Belirlenen ölçümlere rağmen farklı incelemeler yapılabilir. Üretilen katmanlı yapının uygulama alanını geliştirmek ve öğrenmek için bu yapının termal işlem yaptıktan sonra fiziksel özellikleri incelenebilir ve termal işlemin bu metal katmanlı yapıda gerçekleştirdiği değişiklikler ortaya çıkarılabilir. Bu ölçüm sonucunda ve termal işlem öncesi ve sonrası elde edilen veya hesaplanan fiziksel parametreler arasındaki değişiklik, sert lehim, iyon tabanlı piller, enerji depolama gibi uygulama alanları için önem arz etmektedir.

Bu yapıyı ürettikten sonra yüzeyin pürüzlülük değeri daha sonraki uygulama alanları için önemlidir. Ancak kaplama sonrası yüzeyin pürüzlülük değeri, alttaş ve metal katmanı arasındaki yapışkanlığı belirtir. Bu parametre, yüzey ile dışarı arasındaki temas yüzeyini belirtir.

Tüm uygulama alanları için önem arz eden diğer ölçümlerden biri ise yapışkanlık ölçümüdür. Özellikle sert lehimleme uygulama alanı için alttaş ve metal katmanı arasındaki yapışkanlık vazgeçilmez bir durumdur. Bu test, ayrıca katmanlar arası yapışkanlıklar için de geçerlidir. Elektrokimyasal amaçlı kullanım için üretilen bu yapı, sıvı tabanlı elektrolit içine girdiği için katmanlar arası ve katmanlar ile alttaş arasındaki yapışkanlık performansını etkilemektedir. Sert lehimleme alanında ise katmanlı metal yapısı bir dolgu malzemesi için kullanılabilir ve bu nedenle bu yapı farklı bir seramiğe iyi bir biçimde bağlanması gerekmektedir. Burada ise katmanlar arasındaki ve katmanlar ile altlık arasındaki gerçekleşen bağ sayısı veya başka bir deyişle yapışkanlık kesinlikle etkilidir.

Üretilen katmanlı yapının yüzey gerilimi, temas açısı ölçümü ile yapılabilir. Bu sayede en üstte bulunan metal filmin yüzey gerilimi belirlenebilir. Bu ölçüm kullanılarak en üst katmanın hidrofobik veya hidrofilik özellikleri belirlenir. Bu ölçüm, yüzeyde bulunan bantlar ve dışarı ile bağ kurmak isteyen gruplar hakkında bilgi verir.

Üretilen katmanlı yapının gözenek seviyesi veya oranı, farklı ve uygun ölçümler yapılarak belirlenebilir. Yüzeyde oluşan gözenek oranı, elektrokimyasal tabanlı uygulama alanları için çok önemlidir. Gözenek oranı, yüzeyin pürüzlülüğü hakkında da bilgi verir. Metal türü katmanlı ve ince filmler, tane boyutuna bağlı olarak çeşitli elektrokimyasal tabanlı enerji depolama veya sensör gibi alanlarda kullanılabilir. Yüzeyde bulunan gözenek sayısının fazla olması, elektrokimyasal ölçümler sırasında çeşitli (Li, Na, K, H vb.) iyonik elektrolitlerin sadece malzeme yüzeyi değil metal katmanının iç tabakalarına kadar diffüze edilerek kristal yapı içerisinde tuzaklanması ve geri dönüşmemesini sağlamaktadır. Bu özellik, gözenekli yapılarda gerçekleşebilmektedir ve bu sayede bu tür yapıların performansı diğerlerine kıyasla daha üstündür.

KAYNAKÇA

- Long, M. ve Rack, H. (1998). Titanium alloys in total joint replacement—a materials science perspective. *Biomaterials*, 19(18), 1621-1639.
- Sansone, V. Pagani, D. ve Melato, M. (2013). The effects on bone cells of metal ions released from orthopaedic implants. A review. *Clinical Cases in Mineral and Bone Metabolism*, 10(1), 34-36.
- İzmir, M. Ve Ercan, B. (2019). Anodization of titanium alloys for orthopedic applications. *Frontiers of Chemical Science and Engineering*, 13 (39), 28-45.
- Bütev, E. Ziya, E. ve Şakir, B. (2016). Characterization of Ti6Al7Nb alloy foams surface treated in aqueous NaOH and CaCl₂ solutions. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 60 (15), 127-138.
- Prasad, K. Bazaka, O. Chua, M. Rochford, M. Fedrick, L. Spoor, J. Symes, R. Tieppo, M. Collins, C. Cao, A. ve Markwell, D. (2017). Metallic biomaterials: current challenges and opportunities. *Materials*, 10(8), 884-890.
- Martín-Palma, R. Vazquez, L. ve Martínez-Duart, J. (1998). Silver-based low-emissivity coatings for architectural windows: Optical and structural properties. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 53(1-2), 55-66.
- Granqvist, C.G. (2003). Solar energy materials. *Advanced Materials*, 15(21), 1789-1803.
- Ellmer, K. (2012), Past achievements and future challenges in the development of optically transparent electrodes. *Nature Photonics*, 6(12), 809-817.
- Crupi, I. Boscarino, S. Strano, V. Mirabella, S. Simone, F. ve Terrasi, A. (2012). Optimization of ZnO: Al/Ag/ZnO: Al structures for ultra-thin high-performance transparent conductive electrodes. *Thin Solid Films*, 520(13), 4432-4435.
- Kim, K. Hong, K. Koo, B. Lee, I. ve Lee, J. L. (2013). Transparency controllable silver-based electrode for flexible optoelectronics. *Applied Physics Letters*, 102(8), 45-90.
- Morawiec, S. Mendes, M.J. Mirabella, S. Simone, F. Priolo, F. ve Crupi, I. (2013). Self-assembled silver nanoparticles for plasmon-enhanced solar cell back reflectors: correlation between structural and optical properties. *Nanotechnology*, 24(26), 265601-265611.

- Bian, J. C. Yang, F. Li, Z. Zeng, J. L. Zhang, X. W. Chen, Z. D. Tan, J. Z. Y. Peng, R. Q. He, H.Y. ve Wang, J. (2012). Mechanisms in photoluminescence enhancement of ZnO nanorod arrays by the localized surface plasmons of Ag nanoparticles. *Applied surface science*, 258(22), 8548-8551.
- Zolanvari, A. Sadeghi, H. Norouzi, R. ve Ranjgar, A. (2013). Surface plasmons and optical properties of TiO₂/X (X= Au and Ag) nanostructure thin films. *Chinese Physics Letters*, 30(9), p.096201.
- Schubert, S. Meiss, J. Müller-Meskamp, L. ve Leo, K. (2013). Improvement of transparent metal top electrodes for organic solar cells by introducing a high surface energy seed layer. *Advanced Energy Materials*, 3(4), 438-443.
- Venugopal, N. ve Mitra, A. (2013). Influence of temperature dependent morphology on localized surface plasmon resonance in ultra-thin silver island films. *Applied surface science*, 285 (12), 357-372.
- Chen, A. ve Deutsch, M. (2011). Tunable asymmetric reflectance in silver films near the percolation threshold. *Journal of Applied Physics*, 109(9), 23-30.
- Moorehead, A. ve Keating, H. (1986). Direct brazing of ceramics for advanced heavy-duty diesels. *Weld. J.(Miami);(United States)*, 65(10), 45-55.
- Fernie, J.A. Drew, R. ve Knowles, K. (2009). Joining of engineering ceramics. *International Materials Reviews*, 54(5), 283-331.
- Schwartz, M. M. (1990). *Ceramic Joining*, ASM International. Metals Park, Ohio, USA.
- Bang, K.-S. (1991). *Kinetics of interfacial reactions in reactive metal brazing*. Mines Theses & Dissertations.
- Vandiver, P. B. (1988). Reconstructing and Interpreting the Technologies of Ancient Ceramics. *MRS Online Proceedings Library*, 123(1), 89-102.
- Duran, P. ve Moure, C. (1986). Piezoelectric ceramics. *Materials chemistry and physics*, 15(3-4), 193-211.
- National Research Council, Division on Engineering, Physical Sciences, National Materials Advisory Board, Board on Physics, Commission on Engineering, Technical Systems, Commission on Physical Sciences, Mathematics, Solid State Sciences Committee and Committee on Materials Science, (1989). *Materials Science and Engineering for the 1990s: Maintaining Competitiveness in the Age of Materials*. National Academies Press.
- Richerson, D. W. ve Lee, W. E. (2018). Modern ceramic engineering: properties, processing, and use in design. *CRC press*, 10 (34), 23-56.

- Haggerty, J. ve Chiang, Y. M. (1990). Reaction-Based Processing Methods for Ceramics and Composites. in *A Collection of Papers Presented at the 14th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials: Ceramic Engineering and Science Proceedings*. Wiley Online Library.
- Katz, R.N. (2006). Overview of ceramic materials, design, and application. *Materials and Mechanical Design*, 23 (13), 433-444.
- Liang, Y. ve Dutta, S. P. (2001). Application trend in advanced ceramic technologies. *Technovation*, 21(1), 61-65.
- Li, Y. Chen, C. Yi, R. ve He, L. (2022). The brazing of Al₂O₃ ceramic and other materials. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 120(1), 59-84.
- Asthana, R. ve Singh, M. (2008). Joining of partially sintered alümina to alümina, titanium, Hastelloy and C–SiC composite using Ag–Cu brazes. *Journal of the European Ceramic Society*, 28(3), 617-631.
- Meir, S. Kalabukhov, S. Frage, N. ve Hayun, S. (2015). Mechanical properties of Al₂O₃/Ti composites fabricated by spark plasma sintering. *Ceramics International*, 41(3), 4637-4643.
- Luan, X. Wang, J. Zou, Y. ve Cheng, L. (2016). A novel high temperature adhesive for bonding Al₂O₃ ceramic. *Materials Science and Engineering: A*, 651 (13), 517-523.
- Jarman, J. D. Fahrenholtz, W. G. Hilmas, G. E. Watts, J. L. ve King, D. S. (2021). Characterization of fusion welded ceramics in the SiC-ZrB₂-ZrC system. *Journal of the European Ceramic Society*, 41(4), 2255-2262.
- DebRoy, T. ve David, S. (1995). Physical processes in fusion welding. *Reviews of modern physics*, 67(1), 85-90.
- Chen, H. Li, L. Kemps, R. Michielsen, B. Jacobs, M. Snijkers, F. ve Middelkoop, V. (2015). Reactive air brazing for sealing mixed ionic electronic conducting hollow fibre membranes. *Acta Materialia*, 88, 74-82.
- Raju, K. Kim, S. Song, K. S. Yu, J. H. ve Yoon, D. H. (2016). Joining of metal-ceramic using reactive air brazing for oxygen transport membrane applications. *Materials & Design*, 109, 233-241.
- West, A. (2003). *Solid State Chemistry*. John Wiley & Sons. Singapore.

- Kuanr, B.K. Maat, S. Chandrashekariaih, S. Veerakumar, V. Camley, R. E. ve Celinski, Z. (2008). Determination of exchange and rotational anisotropies in IrMn/Fe (t)/IrMn exchange coupled structures using dynamic and static techniques: Application to microwave devices. *Journal of Applied Physics*, 103(7), 120-130.
- Gao, Y. Niu, H. Zeng, C. ve Chen, Q. (2003). Preparation and characterization of single-crystalline bismuth nanowires by a low-temperature solvothermal process. *Chemical physics letters*, 367(1-2), 141-144.
- Robbie, K. Beydaghyan, G. Brown, T. Dean, C. Adams, J. ve Buzea, C. (2004). Ultrahigh vacuum glancing angle deposition system for thin films with controlled three-dimensional nanoscale structure. *Review of Scientific Instruments*, 75(4), 1089-1097.
- Robbie, K. Brett, M.J. ve Lakhtakia, A. (1995). First thin film realization of a helicoidal bianisotropic medium. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 13(6), 2991-2993.
- Fischer-Cripps, A.C. ve Fischer-Cripps, A.C. (2002). Examples of nanoindentation testing. *Nanoindentation*, 159-173.
- Fraxedas, J. (2002). Perspectives on thin molecular organic films. *Advanced Materials*, 14(22), 1603-1614.
- Read, D.T. ve Dally, J.W. (1993). A new method for measuring the strength and ductility of thin films. *Journal of materials research*, 8(7), 1542-1549.
- Weihs, T.P. Hong, S. Bravman, J. C. ve Nix, W.D. (1988). Mechanical deflection of cantilever microbeams: A new technique for testing the mechanical properties of thin films. *Journal of Materials Research*, 3(5), 931-942.
- Baker, S.P. ve Nix, W.D. (1994). Mechanical properties of compositionally modulated Au-Ni thin films: Nanoindentation and microcantilever deflection experiments. *Journal of Materials Research*, 9(12), 3131-3144.
- Baker, S.P. ve Nix, W.D. (2000). Intrinsic stresses in compositionally modulated Au-Ni thin films and the supermodulus effect. *Journal of materials research*, 9(11), 3145-3152.
- Rao, M. ve Shekhawat, M. (2013). A brief survey on basic properties of thin films for device application. *International Journal of Modern Physics: Conference Series*. World Scientific.
- Pak, J. Santella, M. ve Fruehan, R. (1990). Thermodynamics of Ti in Ag-Cu Alloys. *Metallurgical Transactions B*, 21 (2), 349-355.

- Hirnyj, S. ve Indacochea, J.E. (2008). Phase transformations in Ag₇₀. 5Cu₂₆. 5Ti₃ filler alloy during brazing processes. *Chemistry of metals and alloys*, 1(3-4), 323-332.
- Zhu, Q. Li, S. Hu, K. Liang, X. Cai, Y. Liu, Z. ve Zhang, Y. (2021). Enhanced mechanical properties and thermal cycling stability of Al₂O₃-4J42 joints brazed using Ag–Cu–Ti/Cu/Ag–Cu composite filler. *Ceramics International*, 47(21), 30247-30255.
- Yuan, L. Huang, X. Qi, Y. ve Liu, X. (2024). *Study on properties of AgCuInTi filler metal for active bonding of alumina ceramic*.
- Hahn, S. Kim, M. ve Kang, S. (1998). A study of the reliability of brazed Al/sub O₃/joint systems. *IEEE Transactions on Components, Packaging, and Manufacturing Technology: Part C*, 21(3), 211-216.
- Byun, W. Kim, H. ve Yun, M. (1994). Variations of phases and microstructure of reaction products in the interface of Al [sub 2] O [sub 3]/Ag-Cu-Ti joint system with heat-treatment. *Scripta Metallurgica et Materialia (United States)*, 31(11), 90-110.
- Vianco, P. T. Stephens, J. J. Hlava, P. F. ve Walker, C. A. (2003). A barrier layer approach to limit Ti scavenging in FeNiCo/Ag-Cu-Ti/Al₂O₃ active braze joints. *Welding journal*, 82(9), 252-262.
- Stephens, J. J., Hosking, F. M. Headley, T. J. Hlava, P.F. ve Yost, F.G. (2003). Reaction layers and mechanisms for a Ti-activated braze on sapphire. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34 (12), 2963-2972.
- Valette, C. Devismes, M. F. Voytovych, R. ve Eustathopoulos, N. (2005). Interfacial reactions in alumina/CuAgTi braze/CuNi system. *Scripta materialia*, 52(1), 1-6.
- Janičkovič, D. Šebo, P. Duhaj, P. ve Švec, P. (2001). The rapidly quenched Ag-Cu-Ti ribbons for active joining of ceramics. *Materials Science and Engineering: A*, 304, 569-573.
- Carim, A. (1991). Convergent-beam electron diffraction “fingerprinting” of M6X phases at brazed ceramic joints. *Scripta metallurgica et materialia*, 25(1), 51-54.
- Santella, M. L. Horton, J. A. ve Pak, J.J. (1990). Microstructure of Al₂umina Brazed with a Silver-Copper-Titanium Alloy. *Journal of the American Ceramic Society*, 73(6), 1785-1787.
- Kar, A. Mandal, S. Ghosh, R. N. Ghosh, T. K. ve Ray, A.K. (2007). Role of Ti diffusion on the formation of phases in the Al₂O₃–Al₂O₃ brazed interface. *Journal of materials science*, 42(8), 5556-5561.

- Mandal, S. Ray, A.K. ve Ray, A.K. (2004). Correlation between the mechanical properties and the microstructural behavior of Al_2O_3 –(Ag–Cu–Ti) brazed joints. *Materials Science and Engineering: A*, 383(2), 235-244.
- Lee, W. Kwon, O. ve Kang, C. (1995). Microstructural characterization of interfacial reaction products between alumina and braze alloy. *Journal of materials science*, 30 (3), 1679-1688.
- Voytovych, R. Robaut, F. ve Eustathopoulos, N. (2006). The relation between wetting and interfacial chemistry in the CuAgTi/alumina system. *Acta materialia*, 54(8), 2205-2214.
- Lin, K.-L. Singh, M. ve Asthana, R. (2014). Interfacial characterization of alumina-to-alumina joints fabricated using silver–copper–titanium interlayers. *Materials characterization*, 90 (7), 40-51.
- Ichimori, T. Iwamoto, C. ve Tanaka, S. (1998). Nanoscopic analysis of a Ag-Cu-Ti/sapphire brazed interface. *Materials science forum*. Trans Tech Publucation.
- Hongqi, H. Yonglan, W. Zhihao, J. ve Xiaotian, W. (1995). Interfacial reaction of alumina with Ag-Cu-Ti alloy. *Journal of materials science*, 30 (12), 1233-1239.
- Jasim, K. M. Hashim, F. A. Yousif, R. H. Rawlings, R. D. ve Boccaccini, A.R. (2010). Actively brazed alumina to alumina joints using CuTi, CuZr, and eutectic AgCuTi filler alloys. *Ceramics International*, 36(8), 2287-2295.
- Ali, M. (2019). *Active metal brazing of alumina to Kovar® using Ag–Cu–Ti-based alloys*.
- Musil, J. Vlcek, J. ve Baroch, P. (2006). Magnetron discharges for thin films plasma processing. *Materials Surface Processing by Directed Energy Techniques*, 1(15), 67-110.
- Lieberman, M.A. ve Lichtenberg, A.J. (1994). Principles of plasma discharges and materials processing. *MRS Bulletin*, 30(12), 899-901.
- Musil, J. Daniel, R. Zeman, P. ve Takai, O. (2005). Structure and properties of magnetron sputtered Zr–Si–N films with a high (≥ 25 at.%) Si content. *Thin Solid Films*, 478(1-2), 238-247.
- Vlček, J. Rezek, J. Houška, J. Kozák, T. ve Kohout, J. (2015). Benefits of the controlled reactive high-power impulse magnetron sputtering of stoichiometric ZrO_2 films. *Vacuum*, 114 (2), 31-141.
- Weeks, K.D. Thomas, S.G. Dholabhai, P. ve Adams, J. (2012). Characterization and analysis of epitaxial silicon phosphorus alloys for use in n-channel transistors. *Thin Solid Films*, 520(8), 3158-3162.

- Zou, Y. Ma, H. ve Spolenak, R. Ultrastrong ductile and stable high-entropy alloys at small scales. *Nature communications*, 6(1), 7748-7790.
- Pearce, S. J. Charlton, M. D. B. Hiltunen, J. Puustinen, J. Lappalainen, J. ve Wilkinson, J. S. (2012). Structural characteristics and optical properties of plasma assisted reactive magnetron sputtered dielectric thin films for planar waveguiding applications. *Surface and Coatings Technology*, 206(23), pp.4930-4939.
- Mayrhofer, P. Mitterer, C. ve J. Musil. (2003). Structure–property relationships in single- and dual-phase nanocrystalline hard coatings. *Surface and Coatings Technology*, 174(24), 725-731.
- Furrer, A. ve Spolenak, R. (2014). Colors of thin films of binary and ternary gold-and platinum-based alloys. *Acta materialia*, 66(12), 241-250.
- Compaan, A.D. Gupta, A. Lee, S. Wang, S. ve Drayton, J. (2004). High efficiency, magnetron sputtered CdS/CdTe solar cells. *Solar Energy*, 77(6), 815-822.
- Mayrhofer, P. H. Mitterer, C. Hultman, L. ve Clemens, H. (2006). Microstructural design of hard coatings. *Progress in materials science*, 51(8), 1032-1114.
- Biswas, P. (2021). *Characterization of the RF Magnetron Sputtered p-Si & n-Si on Si Substrate and Effect of Process Parameters on their Structural & Electrical Properties*. The University of Texas Rio Grande Valley.
- Musil, J. Baroch, P. Vlček, J. Nam, K. H. ve Han, J. G. (2005). Reactive magnetron sputtering of thin films: present status and trends. *Thin solid films*, 475(1-2), 208-218.
- Guo, F. Zhang, S. Hu, W. Zhou, Y. Du, C. Wang, F. ve Yang, B. (2022). A numerical study of the droplet impact dynamics on a two-dimensional random rough surface. *Physics of Fluids*, 34(12), 1020-1032.
- Ogwu, A.A. Bouquerel, E. Ademosu, O. Moh, S. Crossan, E. ve Placido, F. (2005). An investigation of the surface energy and optical transmittance of copper oxide thin films prepared by reactive magnetron sputtering. *Acta Materialia*, 53(19), 5151-5159.
- Chan, K.-Y. ve Teo, B.-S. (2006). Atomic force microscopy (AFM) and X-ray diffraction (XRD) investigations of copper thin films prepared by dc magnetron sputtering technique. *Microelectronics Journal*, 37(10), 1064-1071.
- Krause, D. Teplin, C.W. ve Rogers, C.T. (2004). Optical surface second harmonic measurements of isotropic thin-film metals: Gold, silver, copper, aluminum, and tantalum. *Journal of applied physics*, 96(7), 3626-3634.

- Foadi, F. Vaez Allaei, S. M. Palasantzas, G. ve Mohammadizadeh, M. R. (2019). Roughness-dependent wetting behavior of vapor-deposited metallic thin films. *Physical Review E*, 100(2), 1022804-1022834.
- Frost, R.L. (2003). Raman spectroscopy of selected copper minerals of significance in corrosion. *Spectrochimica acta Part A: molecular and biomolecular spectroscopy*, 59(6), 1195-1204.
- Koo, J., Bae, B.-S. ve Na, H.-K. (1997). Raman spectroscopy of copper phosphate glasses. *Journal of non-crystalline solids*, 1997. 212(2-3): p. 173-179.
- Martens, W. Frost, R. L. Klopogge, J.T. ve Williams, P.A. (2003). Raman spectroscopic study of the basic copper sulphates-implications for copper corrosion and 'bronze disease'. *Journal of Raman Spectroscopy*, 34(2), 145-151.
- Markin, A.V. Markina, N.E. Popp, J. ve Cialla-May, D. (2018). Copper nanostructures for chemical analysis using surface-enhanced Raman spectroscopy. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 108(4), 247-259.
- Kneipp, K., Kneipp, H. ve Kneipp, J. (2006). Surface-enhanced Raman scattering in local optical fields of silver and gold nanoaggregates from single-molecule Raman spectroscopy to ultrasensitive probing in live cells. *Accounts of chemical research*, 39(7), 443-450.
- Stamplecoskie, K. G. Scaiano, J. C. Tiwari, V. S. ve Anis, H. (2011). Optimal size of silver nanoparticles for surface-enhanced Raman spectroscopy. *The Journal of Physical Chemistry C*, 115(5), 1403-1409.
- Watanabe, H. Hayazawa, N. Inouye, Y. ve Kawata, S. (2005). DFT vibrational calculations of rhodamine 6G adsorbed on silver: analysis of tip-enhanced Raman spectroscopy. *The Journal of Physical Chemistry B*, 109(11), 5012-5020.
- Xu, C. Zhang, P. ve Yan, L. (2001). Blue shift of Raman peak from coated TiO₂ nanoparticles. *Journal of Raman spectroscopy*, 32(10), 862-865.
- Yang, M. Huang, D. Hao, P. Zhang, F. Hou, X. ve Wang, X. (1994). Study of the Raman peak shift and the linewidth of light-emitting porous silicon. *Journal of applied physics*, 75(1), 651-653.
- Wermelinger, T. ve Spolenak, R. (2009). Correlating Raman peak shifts with phase transformation and defect densities: a comprehensive TEM and Raman study on silicon. *Journal of Raman Spectroscopy: An International Journal for Original Work in all Aspects of Raman Spectroscopy, Including Higher Order Processes, and also Brillouin and Rayleigh Scattering*, 40(6), 679-686.

Meilakhs, A. ve Koniakhin, S. (2017). New explanation of Raman peak redshift in nanoparticles. *Superlattices and Microstructures*, 110 (34), 319-323.

Parkin, W. M. Balan, A. Liang, L. Das, P. M. Lamparski, M. Naylor, C. H. Rodríguez-Manzo, J. A. Johnson, A. C. Meunier, V. ve Drndic, M. (2016). Raman shifts in electron-irradiated monolayer MoS₂. *ACS nano*, 10(4), 4134-4142.



ÖZGEÇMİŞ

ORCID NO: 0000-0001-9121-3367

Ad Soyad : Sercan Sadık ERDEM

Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim ve Mesleki Geçmişi:

- 2000-2005, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü
- 2017-2020, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı
- 2008-..., Genel Müdür Yardımcısı, Savronik Elektronik Sanayi ve Ticaret A.Ş., Sanayi Grubu

Yayınları ve/veya Bilimsel/Sanatsal Faaliyetleri:

Özkan, M. Erdem, S. S. Mohammadigharehbagh, R. PAT, S. (2022). The effect of Cu doping on optical and surface properties of ZnO thin films fabricated by thermionic vacuum arc (TVA) deposition, Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 33, 1030 – 1038.

Özkan, M. Erdem, S. S. Mohammadigharehbagh, R. Kurtaran, S. Pat, S. (2022). Investigation of substrate effect on Co-doped ZnO thin films prepared by thermionic vacuum arc technique, Inorganic Chemistry Communications, 146. 110095.