



**Si3N4/TiAlV İNCE FİLM
MALZEMELERİNİN YAPISAL-
ELEKTRİKSEL ÖZELLİK İLİŞKİSİNİN
İNCELENMESİ**

Yüksek Lisans Tezi

Yasin BAYRAM

Eskişehir 2023

**Si3N4/TiAlV İNCE FİLM MALZEMELERİNİN YAPISAL-ELEKTRİKSEL
ÖZELLİK İLİŞKİSİNİN İNCELENMESİ**

Yasin BAYRAM

Yüksek Lisans Tezi

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ramis Mustafa ÖKSÜZOĞLU

Eskişehir

Eskişehir Teknik Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Mayıs 2023

Bu tez çalışması BAP Komisyonu tarafından kabul edilen 22LÖT198 no.lu proje kapsamında desteklenmiştir.

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Yasin BAYRAM'ın Sİ3N4/TİALV İNCE FİLM MALZEMELERİNİN YAPISAL-ELEKTRİKSEL ÖZELLİK İLİŞKİSİNİN İNCELENMESİ başlıklı çalışması 23/05/2023 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek “Eskişehir Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim dalında Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Unvan Adı Soyadı

İmza

Üye

: Prof. Dr. Ramis Mustafa
ÖKSÜZOĞLU

Üye

: Prof. Dr. Hakan ALTAN

Üye

: Dr. Öğr. Üyesi Yasemin ÇELİK

Prof. Dr. Semra KURAMA

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

23/05/2023

DANIřMAN ONAYI

Daniřmanlıđını yrttđm Yksek Lisans đrencisi Yasin BAYRAM, Sİ3N4/TİALV İNCE FİLM MALZEMELERİNİN YAPISAL-ELEKTRİKSEL ZELLİK İLİřKİSİNİN İNCELENMESİ 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.

Tez Daniřmanı

Prof. Dr. Ramis Mustafa KSZOđLU

ÖZET

Sİ3N4/TİALV İNCE FİLM MALZEMELERİNİN YAPISAL-ELEKTRİKSEL ÖZELLİK İLİŞKİSİNİN İNCELENMESİ

Yasin BAYRAM

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bilim Dalı

Eskişehir Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Mayıs 2023

Danışman: Prof. Dr. Ramis Mustafa ÖKSÜZOĞLU

Son zamanlarda Terahertz bandında görüntülemenin farklı avantajları olduğu görülmüştür ve güvenlik uygulamalarında kullanılmaya başlanmıştır. Ancak bu sistemler sınırlı hassasiyetleri ve maliyetlerinin yüksek olması nedeniyle halen çok yaygın bir kullanıma sahip değildirler. Kızılötesi bölgesinde yüksek soğurma kapasitesine sahip metal ince bir film Terahertz bölgesindeki yüksek yansıma katsayısı nedeniyle verimli kullanılamamaktadır. Metal/dielektrik ara yüzeydeki, özellikle ince metalik filmlerde oluşan plazmonik etkilerin potansiyelini tam olarak kullanabilmek için özgün malzeme sistemlerinin geliştirilmesi gerekmektedir. Bu tezde Terahertz bölgesinde çalışabilecek özgün olarak geliştirilecek metal/dielektrik etkin ortam ince film sistemleri ile soğurmaya karşı duyarlılığın artırılması amaçlanmaktadır. Bu tezin amacı, TiAlV metal alaşım ince filmlerin kalınlığa bağlı yapısal, elektriksel ve terahertz optik özelliklerinin incelenmesidir. Bu kapsamda metal/dielektrik ara yüzeyindeki alaşım TiAlV ince filmlerin terahertz soğurma performansları tespit edilmiştir. Buna ek olarak, terahertz uygulamaları açısından kritik öneme sahip olacağı düşünülen ince film üretim parametrelerinin yapısal ve terahertz optik karakteristiklerine etkileri incelenmiştir.

TiAlV ince film alaşım sistemi farklı üretim parametreleri ile farklı kalınlıklarda DC magnetron sıçratma tekniği kullanılarak büyütülmüştür. Ortaya çıkan sonuçlar metalik TiAlV ince filmlerin THz uygulamalarında kullanımları hakkında önemli sonuçlar vermiştir.

Anahtar Sözcükler: Metal Alaşımlı İnce Filmler; Yapısal ve Elektriksel Özellikler, Terahertz Soğurucu Aktif Medya; DC Magnetron Sıçratma

ABSTRACT

INVESTIGATION OF STRUCTURAL-ELECTRICAL PROPERTY RELATIONSHIP OF Si₃N₄/TiAlV THIN FILM MATERIALS

Yasin BAYRAM

Department of Materials Science and Engineering

Programme in Materials Science and Engineering

Eskişehir Technical University, Institute of Graduate Programs, May 2023

Supervisor: Prof. Dr. Ramis Mustafa ÖKSÜZOĞLU

Recently, it has been seen that imaging in the Terahertz band has different advantages and has started to be used in security applications. However, these systems are still not widely used due to their limited sensitivity and high cost. A metal thin film with a high absorption capacity in the infrared region cannot be used efficiently due to its high reflection coefficient in the Terahertz region. In order to fully exploit the potential of plasmonic effects occurring at the metal/dielectric interface, especially in thin metallic films, novel material systems need to be developed. In this project, it is aimed to increase the sensitivity to absorption with metal/dielectric active medium thin film systems that will be developed specifically to operate in the Terahertz region. The aim of this thesis is to investigate the thickness-dependent structural, electrical and terahertz optical properties of TiAlV metal alloy thin films. In this context, the terahertz absorption performances of alloy TiAlV thin films at the metal/dielectric interface were determined. In addition, the effects of thin film production parameters, which are thought to be critical for terahertz applications, on the structural and terahertz optical characteristics were investigated.

TiAlV thin film alloy system was grown using DC magnetron sputtering technique with different production parameters and different thicknesses. The resulting results gave important results about the use of metallic TiAlV thin films in THz applications.

Keywords: Metal Alloy Thin Films; Structural and Electrical Properties; Terahertz Absorber Active Media; DC Magnetron Sputtering.

TEŞEKKÜR

Lisans ve yüksek lisans öğrenimim sırasında bilgisi ve deneyimleri ile her zaman yanımda olan, yol gösteren ve tez çalışmam boyunca gösterdiği her türlü destek, ilgi ve yardımdan dolayı değerli tez danışman hocam Prof. Dr. Ramis Mustafa Öksüzoğlu'na en içten dileklerimle sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Deneysel çalışmalarımız sırasında sunduğu imkanlardan dolayı Orta Doğu Teknik Üniversitesi Fizik Bölümü hocası Sayın Prof. Dr. Hakan Altan'a çok teşekkür ederim.

Çalışma arkadaşlarım Erkan Syuleyman Chakar, Mehmet Sait Abdüsselamoğlu, Özlem Başak Özkan, Burak Turnaoğlu ve Zeki Baran Çelik'e destekleri ve dostlukları için teşekkür ederim. Şişecam Bilim Teknoloji ve Tasarım Merkezi'nde çalışan Dr. Ali Kemal Mak' a X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi analizindeki yardımları için de teşekkür ederim. Bu yolculuk paylaşımlarıyla daha da unutulmaz hale geldi. Onları her zaman minnetle hatırlayacağım.

120F067 proje nolu 1001 projesi kapsamında burs desteği veren Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'na (TÜBİTAK) teşekkür ederim. Bu tez çalışmasını 22LÖT198 no'lu proje ile destekleyen Eskişehir Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonuna da teşekkür ederim.

Son olarak, anlayış ve sabırları için aile üyelerime en içten teşekkürlerimi sunmak isterim. Koşulsuz sevgileri ve yardımları her zaman yanımdaydı ve onların desteği olmadan bu zorlu yolda başarılı olamazdım. Bu sebeple bu tez çalışmasını onlara ithaf ediyorum.

Yasin BAYRAM

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 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.

Yasin BAYRAM

İÇİNDEKİLER

Sayfa



ESKİŞEHİR TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Tez Yazım Şablonu (Versiyon 1.3).....	1
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 DİZİNİ.....	X
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	XI
GÖRSELLER DİZİNİ	XIV
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	XV
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Tezin Yapısı	1
1.2. Titanyum-Aluminyum-Vanadyum'un Karakteristik Özellikleri.....	1
1.3. Terahertz (THz) Bölgesi	4
1.4. İnce Film Büyütme.....	5
1.4.1 Sıçratma Tekniği.....	6
1.4.2 Doğru Akım (DC) Sıçratma Tekniği.....	7
1.4.3. Radyo Frekans (RF) Sıçratma Tekniği.....	9
1.4.4. Magnetron Sıçratma.....	10

1.4.4.1. Dengesiz magnetron sıçratma	11
1.5. Çalışmanın Amacı	12
2. MALZEME VE YÖNTEM	12
2.1. İnce Film Üretim Süreci	12
2.1.1. Alttaş Hazırlama	12
2.1.2. İnce Film Biriktirme İşlemi	13
2.2. İnce Film Karakterizasyon Teknikleri	17
2.2.1. Elektriksel Karakterizasyon	17
2.2.2. Yapısal Karakterizasyon	18
2.2.2.1. X-Işını Kırınımı Tekniği (XRD)	18
2.2.2.2. X-Işını Yansıması Tekniği (XRR)	20
2.2.2.3. X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS)	22
2.2.3. Optik Karakterizasyon	24
2.2.3.1. Zamana Dayalı Terahertz Spektroskopisi (THz-TDS)	24
3. SONUÇ VE TARTIŞMA	26
3.1. Yapısal Karakterizasyon	26
3.1.1. X-Işını Yansıması (XRR) Ölçümleri	26
3.1.2. X-Işını Kırınım (XRD) Ölçümleri	28
3.1.3. X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) Ölçümleri	30
3.2. Elektriksel Karakterizasyon	36
3.3. Optik Karakterizasyon	39
4. BULGULAR	52
KAYNAKÇA	53
ÖZGEÇMİŞ	

TABLÖLAR DİZİNİ

Sayfa

Tablo 2.1. Si (111)/TiAlV (3-23 nm)/Si ₃ N ₄ (3 nm) yapısında üretilen numunelerin üretim parametreleri.....	15
Tablo 3.1. Üretilen TiAlV ince film numuneleri ve XRR tekniği ile ölçülen film kalınlıkları	28
Tablo 3.2. TiAlV ince film üretim parametreleri, XRR tekniği ile ölçülen film kalınlıkları ve elektriksel direnç değerleri	37
Tablo 3.3. TiAlV ince film üretim parametreleri, XRR tekniği ile belirlenen film kalınlıkları ve elektriksel direnç değerleri.	38

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1. Titanyumun iki yapısal fazı [2]	2
Şekil 1.2. Ti6Al4V alaşımının sıcaklığa bağlı elektriksel öz direnç ve termal iletkenliğinin değişimi [3].....	2
Şekil 1.3. EM Spektrumu ve THz Bölgesi [8].....	4
Şekil 1.4. Üç kristal büyüme modunun şematik gösterimi: (a) ada veya Volmer-Weber, (b) katman artı ada veya Stranski-Krastanov, (c) katman veya Frank-van der Merwe modu. θ tek bir ince film katmanını göstermektedir. [10].....	6
Şekil 1.5. Sıçratma biriktirme sistemi şematik gösterimi	7
Şekil 1.6. Manyetik olmayan sıçratmada çalışma basıncının ve akımın film biriktirme hızları üzerindeki etkisi [12]	8
Şekil 1.7. Magnetron Sıçratma Sistemi'nin şematik gösterimi [13].....	10
Şekil 1.8. Geleneksel ve dengesiz manyetik alanda plazma şeklinin şematik gösterimi [17].....	11
Şekil 2.1. Tez çalışması kapsamında kullanılan numune tutucu ve numunelerin pozisyonları.....	13
Şekil 2.2. Sıçratma yöntemiyle büyütülen metal ince film kaplamalar için Thornton tarafından önerilen model [18].....	17
Şekil 2.3. X-ışını kırınım tekniği ölçüm geometrileri: Bragg-Brentano (a) ve GI-XRD (b). X-ışını tüpü, numune ve dedektör sırasıyla büyük R, M ve D harfleriyle gösterilir.[19].....	20
Şekil 2.4. X-ışını yansıması sonucu oluşan salınımlar (Kiessing saçakları) [20].....	21
Şekil 2.5. X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi Şeması.....	23
Şekil 3.1. A, B, C ve D gruplarından seçilen numunelerin XRR eğrileri. Bu eğrilerden fourier analizi ile filmlerin kalınlıkları tespit edilmiştir.	27
Şekil 3.2. A, B, C ve D gruplarından seçilen numunelerin XRD desenleri.	29
Şekil 3.3. A, B, C ve D gruplarından seçilen 23 nm kalınlığındaki numunelerin XRD desenleri.....	30
Şekil 3.4. XPS Analizi: 23 nm film kalınlığına sahip örnek A için (A), B için (B) ve C için (C) Ti2p _{1/2} ve Ti2p _{3/2} bölgelerinin ayrıştırılmış XPS analizi.....	31

Şekil 3.5. XPS Analizi: 23 nm film kalınlığı ile A numunesi için (A), B için (B) ve C için (C) Al2p bölgesinin ayrıştırılmış XPS analizi.....	32
Şekil 3.6. XPS Analizi: 23 nm film kalınlığında, örnek A için (A) B için (B) ve C için (C) V2p1/2 ve V2p3/2 bölgelerinin ayrıştırılmış XPS analizi.....	34
Şekil 3.7. 23 nm film kalınlığında, örnek A için (A) B için (B) ve C için (C) O1s bölgesinin ayrıştırılmış XPS analizi.....	35
Şekil 3.8. A ve B grubu numunelerde film kalınlığına bağlı elektriksel öz direnç değerlerinin değişimleri.	39
Şekil 3.9. Referans (mavi) ve 23 nm kalınlığında Ti-A-23(yeşil),Ti-B-23(siyah) ve Ti-C-23 (kırmızı) numunelerinin (a) Zamana dayalı THz darbe şekilleri ve (b) Frekansa bağlı elektrik alanı spektrumları.....	40
Şekil 3.10. 23 nm kalınlığındaki TiAlV ince filmleri için frekansa karşı genlik iletimi (a) deney ve (b) simülasyonu.	41
Şekil 3.11. TiAlV ince filmlerin, denklem-3.2 kullanarak hesaplanan THz elektrik alan tek geçiş soğurumu; hesaplamada Tablo3-3'te verilen elektriksel direnç değerleri kullanılmıştır.....	43
Şekil 3.12. Farklı kalınlıklardaki TiAlV ince filmleri için frekansa bağlı genlik iletimlerinin değişimi (a) deney ve (b) simülasyonu.	44
Şekil 3.13. TiAlV ince filmlerin, denklem-3.2 kullanarak hesaplanan THz elektrik alan tek geçiş soğurumu; hesaplamada Tablo3-3'te verilen elektriksel direnç değerleri kullanılmıştır.....	45
Şekil 3.14. A grubu TiAlV ince filmleri için frekansa bağlı genlik iletimlerinin değişimi (a) deney ve (b) simülasyonu.	46
Şekil 3.15. A Grubu TiAlV ince filmlerin, denklem-3.2 kullanarak hesaplanan THz elektrik alan tek geçiş soğurumu; hesaplamada Tablo3-3'te verilen elektriksel direnç değerleri kullanılmıştır.	47
Şekil 3.16. C grubu TiAlV ince filmleri için frekansa bağlı genlik iletimlerinin değişimi (a) deney ve (b) simülasyonu.	48
Şekil 3.17. C TiAlV ince filmlerin, denklem-3.2 kullanarak hesaplanan THz elektrik alan tek geçiş soğurumu; hesaplamada Tablo3-3'te verilen elektriksel direnç değerleri kullanılmıştır.	49
Şekil 3.18. D grubu TiAlV ince filmleri için frekansa bağlı genlik iletimlerinin değişimi (a) deney ve (b) simülasyonu.	50

Şekil 3.19. D Grubu TiAlV ince filmlerin, denklem-3.2 kullanarak hesaplanan THz elektrik alan tek geçiş soğurumu; hesaplamada Tablo3-3'te verilen elektriksel direnç değerleri kullanılmıştır. 51



GÖRSELLER DİZİNİ

Sayfa

Görsel 2.1. Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarında bulunan Magnetron Sıçratma Sistemi.....	14
Görsel 2.2. Eskişehir Teknik Üniversitesi İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarı'nda yer alan Dört Nokta Prob ölçüm düzeneği	18
Görsel 2.3. ODTÜ Fizik Bölümü'nde yer alan Zamana dayalı Terahertz Spektroskopisi ölçüm sisteminin şematik diyagramı. [27]	25

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

α	:	Alpha
β	:	Beta
IR	:	Kızılötesi
THz	:	Terahertz
DC	:	Doğru Akım
AC	:	Alternatif Akım
RF	:	Radyo Frekans
MS	:	Magnetron Sıçratma
PVD	:	Fiziksel buhar biriktirme
CVD	:	Kimyasal buhar biriktirme
MBE	:	Moleküler demet epitaksisi
R	:	Elektriksel direnç
ρ	:	Elektriksel özdirenç
XRD	:	X-Işını Kırınımı
XRR	:	X-Işını Yansıması
XPS	:	X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi

1. GİRİŞ

1.1. Tezin Yapısı

Bu tez , mikrobolometrelerde algılayıcı katman olarak kullanılabilme potansiyeli olan TiAlV / Si₃N₄ ince filmlerin, elektriksel-yapısal özellik ilişkisinin incelenmesi kapsamında gerçekleştirilen çalışmaları içermektedir. Bu tezin yapısı aşağıdaki gibi planlanmıştır.

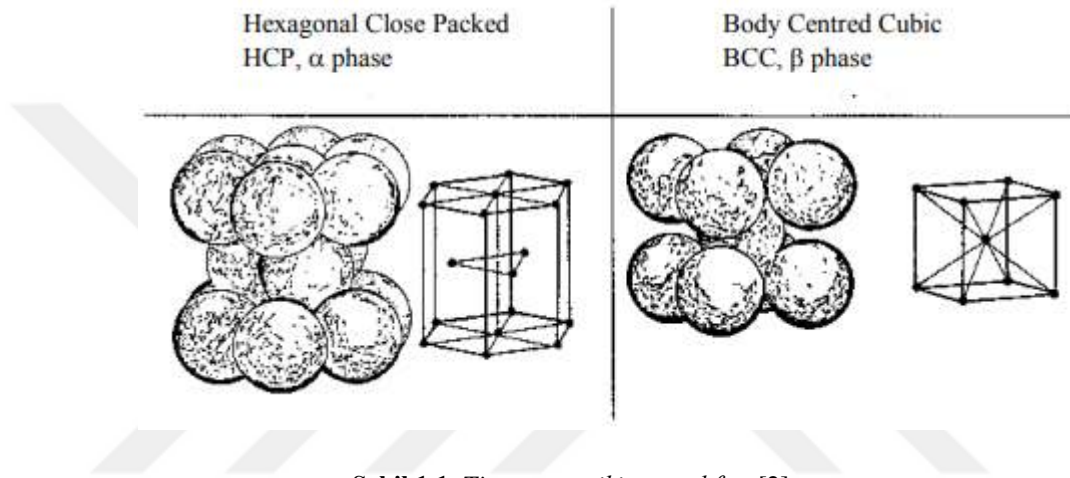
Bölüm 1, çalışmanın arka planını ve çalışmanın amacını vurgular. Bölüm 1.2, TiAlV'nin karakteristik özellikleri hakkında bilgi verir. Bölüm 1.3, uygulamayla ilgili bilgileri gösterir. Terahertz algılamanın genel anlayışı ve bir mikrobolometrenin çalışma prensibi bu bölümde sunulmaktadır. Mikrobolometre performansını etkileyen önemli değerler ve bu değerlere etki eden ince film tabakasının elektriksel özellikleri verilmiştir. Bölüm 1.4, doğru akım (DC) magnetron sıçratma (DC-MS) tekniği ile ince film biriktirme teorisini gösterir. Son olarak, Bölüm 1.5 araştırma sorusunu ve çalışmanın amacını vermektedir.

2. Bölüm iki ana kısımdan oluşmaktadır. Bölüm 2.1, ince film biriktirme sürecinin deneysel ayrıntılarını verir. Bölüm 2.2, deneysel ayrıntılara ek olarak karakterizasyon yöntemlerinin teknik arka planını verir. Bölüm 3, elde edilen tüm sonuçlar açıklamalarıyla ve tartışmalarıyla birlikte sunar. Son olarak, bulgular Bölüm 4'te verilmiştir.

1.2. Titanyum-Aluminyum-Vanadyum'un Karakteristik Özellikleri

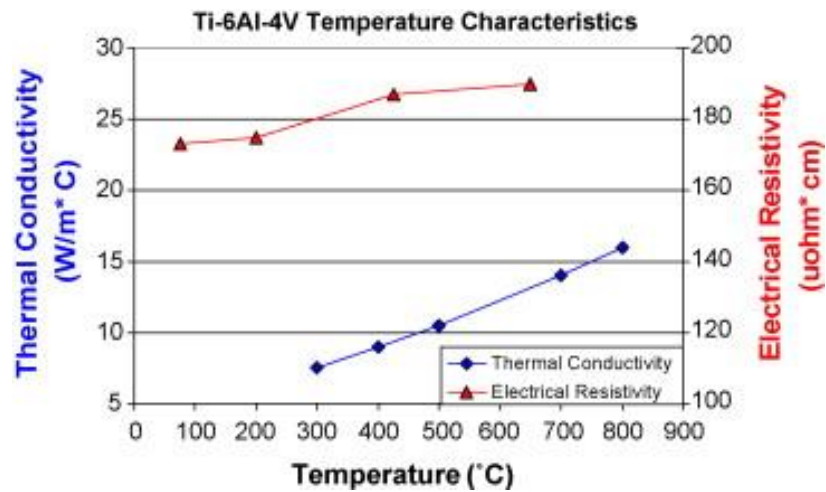
Ti6Al4V, titanyum, alüminyum ve vanadyumdan oluşan bir alaşımdır. Yüksek mukavemet-ağırlık oranı, korozyon direnci ve yüksek sıcaklık kararlılığı ile bilinir. Havacılık ve uzay ve uçak uygulamalarında olduğu kadar otomotiv ve biyomedikal endüstrilerinde de yaygın olarak kullanılmaktadır.[1] TiAlV alaşımının temel özelliklerinden biri, yüksek mukavemet-ağırlık oranıdır. Bu, alaşımın ağırlığına göre çok güçlü olduğu anlamına gelir ve bu da onu, uçak ve havacılık gibi ağırlığın kritik bir faktör olduğu uygulamalarda kullanım için ideal hale getirir. TiAlV alaşımının bir diğer önemli özelliği de korozyon direncidir.[1] Alaşım hem atmosferik hem de sulu ortamlarda korozyona karşı iyi bir dirence sahiptir, bu da onu deniz ve diğer zorlu ortamlarda kullanıma uygun hale getirir. Ti6Al4V alaşımı Şekil 1.2.'de görüldüğü gibi yüksek sıcaklık stabilitesine sahiptir.

Özetle, Ti-Al-V alaşımı, yüksek mukavemet-ağırlık oranı, korozyon direnci ve yüksek sıcaklık stabilitesi ile bilinen yüksek performanslı bir alaşımdır. Bu özellikler, onu havacılık ve uzay ve uçak, otomotiv ve biyomedikal endüstrileri dahil olmak üzere çok çeşitli uygulamalarda kullanıma uygun hale getirir. Saf titanyum monofazik, fizyolojik olarak inert ve toksik olmayan bir metaldir. Al ve V içeren üçlü titanyum alaşımları, çekici mekanik özelliklere, yüksek aşınma direncine, sertliğe ve dayanıklılığa sahip α ve β faz yapısı sergiler. Saf titanyum, faz geçiş sıcaklığının üzerinde ısıtıldığında, Şekil 1.1'de gösterilen α fazından β fazına allotropik bir dönüşüme uğrar. [2]



Şekil 1.1. Titanyumun iki yapısal fazı [2]

Saf titanyuma eklenen alaşım elementleri, faz geçiş sıcaklığını artırarak α fazını stabilize edebilir ve bu sıcaklığı düşürerek β fazını stabilize edebilir. Ti-6Al-4V alaşımındaki alüminyum bir “ α ” sabitleyicidir, vanadyum ise bir “ β ” sabitleyicidir, bu da Ti-6Al-4V alaşımını iki fazlı bir “ $\alpha + \beta$ alaşımı” yapar. [1]



Şekil 1.2. Ti6Al4V alaşımının sıcaklığa bağlı elektriksel öz direnç ve termal iletkenliğinin değişimi [3]

Plazmonik ve meta-materyallerin ortaya çıkan şaşırtıcı özelliklerden dolayı bu malzemelerin THz alanındaki araştırmaları artarak devam etmektedir.[4][5][6] Metal/dielektrik ara yüzeydeki, özellikle ince metalik filmlerde oluşan plazmonik etkilerin potansiyelini tam olarak kullanabilmek için özgün malzeme sistemlerinin geliştirilmesi gerekmektedir. Tek bir metal ince film, radyasyonun soğurulmasına sınırlı olarak katkıda bulunabilir ve gelen radyasyonun en fazla %50 sini soğurabilir [4]. Bu soğurma tüm kızılötesi IR bandı üzerinde oldukça sabit bir değer gösterir ve bu tür filmlerin verimli IR soğurucuları olarak geniş kullanımını açıklar. Örneğin, THz mikrobolometrelerinde ve plazmonik uygulamalarda en üst katmandaki soğurucu yapıların tasarımı ve optimizasyonu için ince metal filmlerin THz spektral bölgesindeki karmaşık kırılma indeksinin (ve kompleks iletkenliğin) tam olarak bilinmesi gerekmektedir.

THz soğurucu metal ince film malzemeler (Au, Ti ve NiCr) arasında, 0.1 – 3 THz frekans aralığında, 5 nm den daha kalın filmler için, kırılma indisinin gerçek ve sanal kısımlarının daha hızlı değiştiği rapor edilmiştir [4]. Aynı çalışmada, bu frekans aralığında, Au, Ti ve NiCr ince filmleri arasında, en yüksek ve en kararlı THz soğurma, %22 oranı ile 8 nm kalınlığındaki Au ince filmde gözlenmiştir. Bir diğer çalışmada ise Silikon alttaş üzerine büyütülen Au, Ag ve Al metal ince filmlerin farklı kalınlıklarda frekanstan bağımsız iletkenlikleri, oda sıcaklığı ve kriyojenik sıcaklıklarda 0,5 ila 3 THz arasındaki THz iletimleri aracılığıyla ölçülmüştür. Daha az iletkenliğe sahip daha ince filmler için, metal filmin kendisindeki kayıpların sadece küçük bir pozitif frekans bağımlılığı vardır, yani daha yüksek frekanslar, daha büyük kayıplara karşılık gelen daha küçük bir yüzey derinliğine sahiptir. Daha fazla iletkenliğe sahip daha kalın filmler için, metal filmdeki kayıpların frekans bağımlılığı baskındır, bu da daha yüksek frekanslarda daha küçük bir iletimle sonuçlanır. Ag filmi, aynı kalınlıktaki Al ve Au filmlerinden çok daha yüksek iletkenliğe sahiptir. Bu sonuçlar, ince metal film THz yüzey plazmonları ve metamateryalleri ile araştırma çalışmaları için özellikle önemlidir. [7]

THz uygulamalarına yönelik araştırmalarda ön plana çıkan tek metal (Ti, Al, Au), ve iki metal (NiCr) metalik ince filmler dışında üçlü metal ince filmler üzerine literatürde bir veri yer almamaktadır. Literatür incelemeleri sonucunda elde edilen verilere göre, TiAlV metalik ince film, elektriksel iletkenliği ile ısı iletkenliği arasındaki ilişkiden dolayı mikrobolometrenin hem THz soğurucu hem de elektriksel bağlantıları için ince film malzemesi olarak kullanılmıştır.[5] THz dalgalarının iletken yüzeylerden yansımaları muhtemel olduğundan düşük elektriksel iletkenliği sebebi ile bu yansıma kayıplarını en

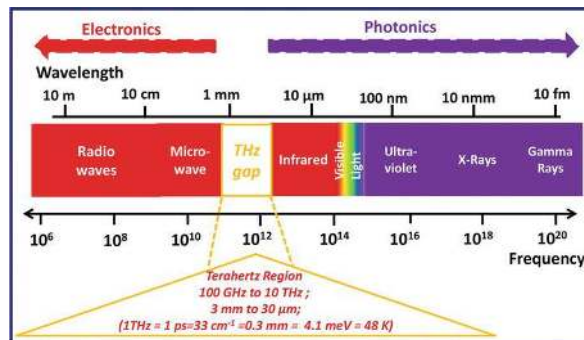
aza indirmeye yardımcı bir malzeme olarak THz soğurucu katman malzemesi olarak kullanılabilir.

Ancak, TiAlV ince filmlerin, yapı-özellik ilişkisi ve THz soğurma performansı üzerine literatürde bir çalışmaya rastlanmamıştır. Ti6Al4V alaşımı ilginç kimyasal ve mekanik özelliklerinden dolayı titanyum alaşımları arasında ön plana çıkmakta ve birçok uygulamada kullanılmaktadır. Belirli bir alaşım olan Ti6Al4V, farklı titanyum sınıfları arasında en yüksek performansa sahiptir. Ti6Al4V ince filmler, spesifik özellikleri cerrahi apareylerde mikro yapı malzemeleri olarak çeşitli uygulamaları mümkün kıldığından hem temel bilimler hem de pratik uygulamalar için ilgi odağı haline gelmiştir. [1]

Bu metal alaşım ince film malzemelerinin uygulama kalınlığı, termal kütlesi ile de ilişkili olduğu için, termal kütlenin azaltılabilmesi için çok daha ince filmlerin üretilmesi, THz karakteristiklerinin incelenmesi ve soğurma performanslarının artırılmasına ihtiyaç vardır. Özellikle TiAlV gibi üçlü metal alaşım çok ince filmlerde (0.3 – 25 nm) yapısal ve elektriksel özelliklerin 3 boyuttan 2 boyuta geçişi ve bu geçişte üretim parametreleri, ultra ince film kristal yapısı (tane yönelimi, pürüzlülük) ve elektriksel öz direncinin değişimi arasındaki ilişki ve bu ilişkiye alttaş malzemesinin etkisinin incelenmesine ihtiyaç vardır.

1.3. Terahertz (THz) Bölgesi

Elektromanyetik (EM) spektrumunda, terahertz aralığı, uzun dalga kızılötesi (IR) ve mikrodalga bölgeleri arasında yer alır. En düşük THz frekansı 100 GHz olarak kabul edilir ve üst sınır 10 THz'e kadar genişler [8]. Dalga boyu açısından THz bölgesi 3 mm ile 30 μ m arasındadır.



Şekil 1.3. EM Spektrumu ve THz Bölgesi [8]

THz frekans aralığında elektromanyetik dalgalar farklı malzemelerle farklı etkileşime girer. Düşük enerjili THz dalgaları, plastik, kumaş, kâğıt gibi yalıtkan malzemelerin çoğundan geçebilirken iletken malzemeler tarafından yüksek oranda

yansıtılırlar.[9] Bu nedenle en yaygın uygulama alanları, tahribatsız muayene ve güvenlik görüntülemeleridir. Çünkü THz dalgaları, paketlenmiş ve giysi altına kamufle edilmiş kesici veya patlayıcı malzemeleri tespit etmek için görüş sağlar. Ayrıca, bu frekans aralığında su güçlü bir soğurucu olarak davrandığından, THz dalgaları numunedeki su ve nem içeriğini tespit etmek için de kullanılabilir. Bu özellikleriyle birlikte THz frekansının ana uygulama alanları görüntüleme ve spektroskopidir.

1.4. İnce Film Büyütme

İnce bir film, tipik olarak yalnızca birkaç mikrometre veya nanometre kalınlığında olan bir malzeme tabakasıdır. İnce filmler, metaller, yarı iletkenler ve polimerler dahil olmak üzere çeşitli malzemelerden yapılabilir ve optik, elektronik ve enerji gibi alanlarda geniş bir uygulama alanına sahiptir. İnce filmler oluşturmak için bazı yaygın yöntemler arasında kimyasal buhar biriktirme ve sıçratma yer alır.

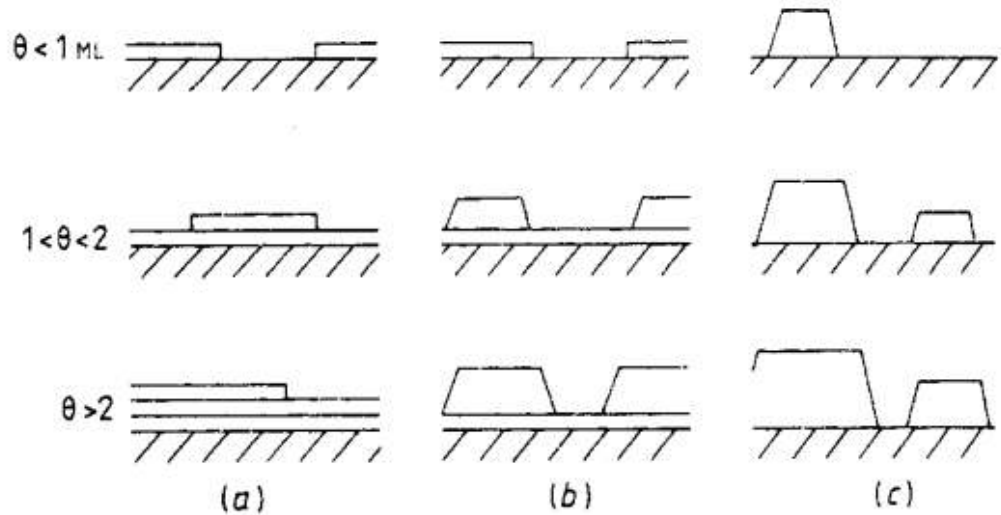
İnce film büyümesi, bir substrat üzerine atomları veya molekülleri biriktirerek ince bir film oluşturma sürecini ifade eder. İnce filmleri büyütmek için aşağıdakiler de dahil olmak üzere çeşitli yöntemler vardır:

- **Fiziksel buhar biriktirme (PVD):** Bu yöntem, bir malzemeyi buharlaşana kadar yüksek bir sıcaklığa ısıtmayı ve ardından buharı alt tabaka üzerinde yoğunlaştırmayı içerir. PVD yöntemleri buharlaştırma ve sıçratma içerir.
- **Kimyasal buhar biriktirme (CVD):** Bu yöntem, bir substrat üzerinde katı bir film oluşturmak için gaz halindeki ön maddelerin reaksiyona sokulmasını içerir.
- **Moleküler demet epitaksisi (MBE):** Bu yöntem, malzemeyi bir substrat üzerine biriktirmek için atom veya molekül ışınlarını kullanır.
- **Elektrodepozisyon:** Bu yöntem, bir çözeltiden bir substrat üzerine malzeme biriktirmek için bir elektrik akımı kullanmayı içerir.
- **Çözelti Büyümesi:** Bu yöntem, ilgili malzemeyi uygun bir çözücü içinde çözerek ve ardından bir alt tabaka üzerine biriktirerek ince filmin büyümesini içerir.

Yöntem seçimi, belirli malzeme ve uygulamaya bağlı olacaktır. Her yöntemin kendi avantajları ve dezavantajları vardır, örneğin, PVD yüksek sıcaklık uygulamaları için daha iyidir, CVD yüksek saflıkta filmler için, MBE film bileşiminin ve kalınlığının hassas kontrolü için kullanışlıdır.

İnce film büyümesinde, büyüme modu, atomların veya moleküllerin bir film oluşturmak üzere bir substrat üzerinde biriktirilme şeklini ifade eder. İnce film büyüme modları aşağıda sıralanmıştır:

- **Volmer-Weber modu:** Ada büyümesi olarak da bilinen bu mod, sonunda sürekli bir film oluşturmak için birleşen küçük malzeme adalarının oluşumu ile karakterize edilir.(Şekil 1.4.(a))[10]
- **Frank-Van der Merwe modu:** Katman katman büyüme olarak da bilinen bu mod, atomik veya moleküler katmanların ardışık biriktirilmesi yoluyla sürekli bir film oluşumu ile karakterize edilir. (Şekil 1.4.(b))[10]
- **Stranski-Krastanov modu:** Bu mod, film malzemesinden farklı bir substratın üzerinde ince bir film oluşumu ile karakterize edilir. Bu, kuantum nokta veya nanotel gibi üç boyutlu bir yapının oluşumuna yol açabilir. (Şekil 1.4.(c))[10]



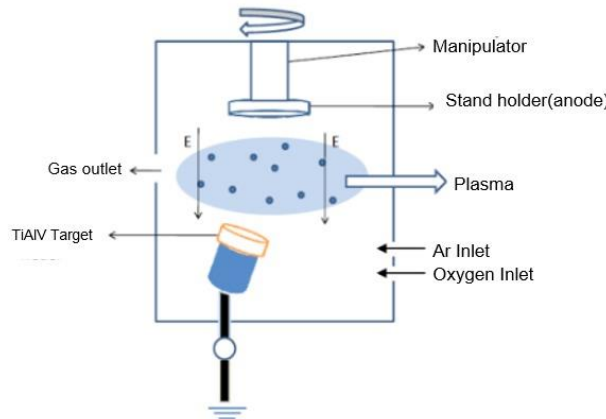
Şekil 1.4. Üç kristal büyüme modunun şematik gösterimi: (a) ada veya Volmer-Weber, (b) katman artı ada veya Stranski-Krastanov, (c) katman veya Frank-van der Merwe modu. θ tek bir ince film katmanını göstermektedir. [10]

İnce filmlerin yapısal ve elektriksel özellikleri, kullanılan biriktirme tekniğinin parametrelerine ve sonuçta ortaya çıkan yapıya, ortaya çıkan kimyasal bileşimin stokiyometrisine, kristallığe, yüzey pürüzlülüğüne, safsızlıklara ve kaplamalarda oluşan kalıntı gerilime bağlıdır.

1.4.1 Sıçratma Tekniği

Sıçratma tekniği ile biriktirmede, sıçratma gazı iyonları uygulanan bir elektrik alanı tarafından yüksek hızda hedefe doğru hızlandırılır. Sistemdeki yük taşıyıcıların başlangıç

konsantrasyonu, iyonlar katotla çarpıştıkça, böylece ikincil elektronları ve nötr gaz atomlarını serbest bıraktıkça, artan DC gerilimi ile önemli ölçüde artar. Biriktirme sürecinde; yayılan atomlar, film büyümesi için yapı malzemesidir. Hedef kaplama malzemesi kaynağı, vakum odacığı içerisinde alttaşların karşısına veya altına yerleştirilir ve vakum odası 10^{-7} ila 10^{-9} mbar'lık basınca kadar boşaltılır. Oda film büyütme esnasında içeriye sağlanan gaz akışına bağlı olarak 10^{-2} ila 10^{-3} mbar basınca tekrar doldurulur. Hedef ve alttaş tutucu (anot) arasına Voltaj uygulanır. Bu şekilde sistemde plazma elde edilir. Sıçratma işleminde plazma oluşumunu başlatabilmek için Argon, Kripton ve Ksenon gibi soygaz iyonları kullanılır. Sıçratma tekniğinde en yaygın kullanılan gaz Argondur. Düzenlemelere bağlı olarak, substrat ve büyümekte olan film, katkı maddeleri veya Argon gazı tarafından düşük enerjili bombardımana tabi tutulabilir ve çekirdeklenmeyi, büyüme kinetiğini, filmlerin yapı ve özellik ilişkisinin belirlenmesinde önemli bir rol oynayabilir. Şekil 1.5. sıçratma biriktirme sisteminin temel elemanlarını şematik olarak göstermektedir.



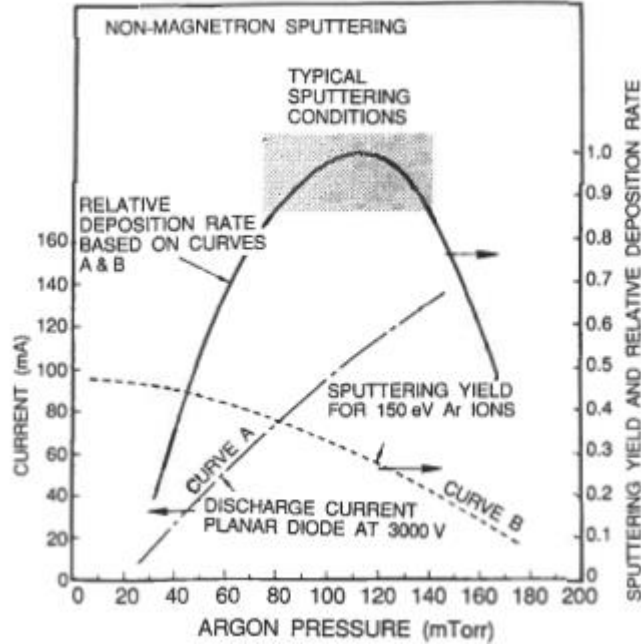
Şekil 1.5. Sıçratma biriktirme sistemi şematik gösterimi

1.4.2 Doğru Akım (DC) Sıçratma Tekniği

Kaplama uygulamaları için birçok sıçratma tekniği kullanılabilir. Bu tekniklerden en basiti, iki düzlemsel elektrot, anot ve bir katottan oluşan DC diyot tasarımıdır. Plazma hedef malzemeden yapılmış bir plaka içeren katot yüzeyinden üretilir. Biriktirme sürecinde ısınan katodun arka yüzeyine soğutma suyu uygulanır. Biriktirme odası, kalıntı gazların neden olduğu kontaminasyonu ortadan kaldırmak için genellikle yaklaşık 10^{-7} ila 10^{-9} mbar'lık bir basınca kadar vakumlanır. Bir sonraki adımda, biriktirme odasına Argon gaz akışı sağlanır ve elektrotlar arasına bir DC voltajı uygulanarak bir akkor deşarj oluşturulur. Ardından argon iyonları hızlandırılır ve hedef parçacıkları serbest bırakmak

için yeterli enerjiyle katoda çarpar. Bu iyonlar, biriktirme odası boyunca hareket eder, substrat üzerinde ve ayrıca biriktirme odası içindeki farklı yüzeyler üzerinde toplanır. Hedeften ayrılan parçacıkların ortalama enerjisi 2-5 eV'dir [11]. Bir DC gerilimi kullanılarak yalnızca iletken (metal) hedefler sıçratılabilir. Yüzeydeki şarjlanma, yalıtkan hedef malzemelerden sıçratmayı önler.

Film biriktirme hızının sıçratma basıncına ve akımına nasıl bağlı olduğuna dikkat etmek önemlidir. Düşük basınçlarda katot tabakası geniştir, iyonlar hedeften uzakta üretilir ve vakum odasının duvarlarında kaybolma ihtimalleri yüksektir. Çarpışmalar arasındaki ortalama serbest elektron yolu büyüktür ve anot tarafından toplanan elektronlar, katotta iyon çarpmasıyla indüklenen ikincil elektron emisyonu ile yenilenmez. Bu nedenle iyonlaşma verimleri düşüktür ve kendi kendine devam eden deşarjlar yaklaşık 10^{-2} mbarın altında tutulamaz. Sabit bir voltajda basınç arttıkça, elektron ortalama serbest yolu azalır, daha fazla iyon üretilir ve daha büyük akımlar oluşur. Ancak basınç çok yüksekse, sıçratılan atomlar artan çarpışma saçılımına maruz kalır ve verimli bir şekilde büyümeyebilir. Manyetik olmayan sıçratmada çalışma basıncının ve akımının film biriktirme hızları üzerindeki etkileri Şekil 1.6.'da gösterilmektedir.



Şekil 1.6. Manyetik olmayan sıçratmada çalışma basıncının ve akımının film biriktirme hızları üzerindeki etkisi [12]

Düşük film biriktirme hızı DC sıçratmanın bir dezavantajıdır, örneğin birçok metal için en fazla birkaç nm/dak'dır. Bu oranlar, daha yüksek çalışma basınçlarında kayda değer bir şekilde yükseltilemez, çünkü daha fazla gaz saçılmasına ek olarak, oda

gazlarındaki artan O₂ ve H₂O kirletici seviyeleri katotları oksitleyebilir. Hedeften gelen bu yalıtım katmanları, akım ve birikme oranlarını daha da azaltır. [12]

1.4.3. Radyo Frekans (RF) Sıçratma Tekniği

Radyo Frekansı (RF) sıçratma, bir hedef malzemeyi sıçratmak veya atomize etmek ve onu bir alt tabaka üzerine bırakmak için radyo frekansı enerjisi kullanan bir ince film biriktirme tekniğidir. Tipik olarak bir metal veya bir yarı iletken olan hedef malzeme, bir vakum odasına yerleştirilir ve odaya argon gibi bir inert gaz verilir. Hedefe bir RF güç kaynağı uygulanarak bir iyon ve elektron plazması oluşturulur. İyonlar daha sonra bir elektrik alanı tarafından alt tabakaya doğru hızlandırılır, burada çarpışır ve ince bir film oluşturan alt tabaka üzerinde malzeme biriktirirler.

RF sıçratma, ince film kaplama için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir, çünkü diğer yöntemlere göre çeşitli avantajlar sunar. Örneğin, metaller, yarı iletkenler ve dielektrikler dahil olmak üzere çok çeşitli malzemeleri biriktirmek için kullanılabilir ve iyi kristal kalitesine ve yüksek kimyasal saflığa sahip filmleri biriktirmek için kullanılabilir. Ek olarak, geniş alan biriktirme için çok uygundur ve çeşitli alt tabakalarla uyumludur.

RF sıçratma, güneş pilleri, optik kaplamalar, mikroelettronik ve aletler ve mekanik parçalar için sert kaplamalar gibi çok çeşitli uygulamalarda kullanılır.

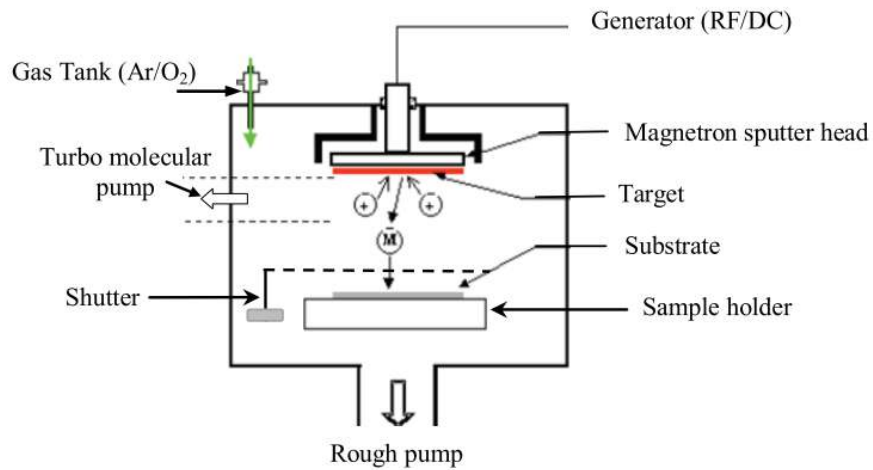
İnce film transistörleri (TFT'ler), dokunmatik ekranlar ve düz panel ekranlar gibi uygulamalarda da kullanılabilir.

Ayrıca metal oksit yarı iletken (MOS) cihazların ölçeklendirilmesi için gerekli olan hafniyum oksit veya zirkonyum oksit gibi yüksek κ dielektriklerin biriktirilmesi için de kullanılır. Yalıtkanların sıçraması ile ilgili problem, yeterli frekansta alternatif bir elektrik alanı uygulanarak aşılabilir. Yalıtkan elektrotlar, ilk başta her ikisi de yüksüz olan ve üzerlerinde çapraz voltaj olmayan kapasitörleri temsil eder. İlk başta, voltajın kondansatör boyunca hareket etmesi için kondansatörde yük birikmesi gerekir. Bu nedenle, uygulanan voltaj arıza voltajını aştığında deşarj başlar. Elektrotların polaritesi her yarım döngüde değişir, bu nedenle her biri alternatif olarak bir anot ve bir katot olarak çalışır. Halihazırda yalıtkan bir alt tabaka üzerinde birikmiş olan elektronların bir kısmı iyonları nötralize edecek ve boşalmaya sunulan yüzeyin potansiyeli sıfıra doğru azalacaktır. Tam denge sağlanmadan önce voltaj anahtarlanır, böylece elektrot üzerindeki voltaj arıza potansiyelinin altına düşer ve deşarj söndürülür. Bu işlem için kullanılan frekans 13.56 MHz'dir. [12]

1.4.4. Magnetron Sıçratma

Magnetron sıçratma, ince filmleri bir alt tabaka üzerine biriktirmek için kullanılan bir tür fiziksel buhar biriktirme (PVD) işlemidir. Bu teknikte, daha sonra ince bir film oluşturmak üzere substrat üzerine bırakılan sıçratılmış atomlardan oluşan bir plazma oluşturmak için bir magnetron katod kullanılır. Magnetron katodu tipik olarak yüksek enerjili iyonlarla bombardımana tutulan bir hedef malzemeye sahiptir, bu da hedef malzemenin sıçratılmasına veya atomlar veya küçük kümeler halinde sıçratılmasına ve ardından alt tabaka üzerinde birikmesine neden olur. Hedef malzeme metaller, alaşımlar, seramikler ve bileşikler olabilir. Substrat metalik veya metalik olmayan olabilir. İşlem bir vakum odasında gerçekleşir. Filmin kalınlığı ve homojenliği, basınç, güç ve diğer işlem parametreleri değiştirilerek kontrol edilebilir.

Sıçratma işleminde verimi ve iyileşmeyi sağlamak için katot yüzeyinin yanında manyetik alan varlığı gereklidir. Mıknatısların katot yüzeyine dik olarak yerleştirilmesi, elektronların dairesel hareketine neden olacaktır. Bu dairesel hareketler vakum odacığının duvarlarına doğru olan hızı azaltır ve sonuç olarak elektronların rekombinasyon kaybını büyük ölçüde azaltır. Elektronların kat ettiği yol uzunluğunun artması, atomların iyonlaşma şansının artmasına ve dolaylı yoldan verimliliğin artmasına neden olur. İyon ve artan elektron yoğunluğu, plazmayı daha düşük bir basınçta ve daha düşük bir voltajda tutmaya imkân sağlar. Magnetron sıçratma sistemi' nin şematik gösterimi Şekil 1.7'de yer almaktadır.

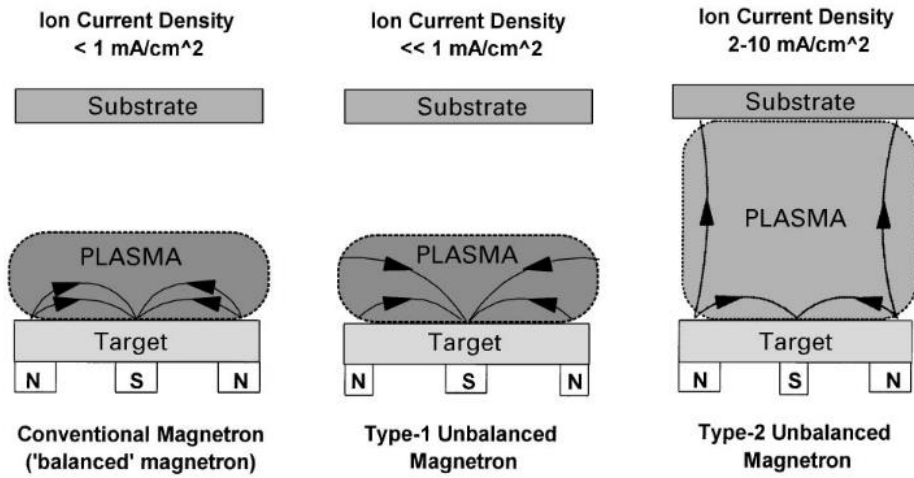


Şekil 1.7. Magnetron Sıçratma Sistemi'nin şematik gösterimi [13]

1.4.4.1. Dengesiz magnetron sıçratma

Dengesiz magnetron sıçratma, ince filmleri bir alt tabaka üzerine biriktirmek için kullanılan bir tür fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemidir. Bu teknikte, daha sonra ince bir film oluşturmak üzere substrat üzerine bırakılan sıçratılmış atomlardan oluşan bir plazma oluşturmak için bir magnetron katod kullanılır. Magnetron katodu dengesizdir, yani manyetik alan katot etrafında simetrik değildir. Bu, plazmanın bir alanında daha yüksek bir elektron yoğunluğu ile sonuçlanır, bu da daha verimli bir sıçratma işlemine ve daha yüksek bir biriktirme hızına yol açar. Dengesiz magnetron sıçratması, yarı iletken, optik ve sert kaplama endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır.

Geleneksel magnetronlarda üretilen yoğun plazma bölgesi, hedef bölge ile sınırlıdır. Altaşlar genellikle, altaşa gelen akımların film yapısını değiştirmeye yetecek kadar yüksek olmayacağı için bu bölgenin dışına yerleştirilir. Bu gibi problemleri çözebilmek için Window ve Savvides[14–16] 1980'lerin sonunda dengesiz bir magnetron sıçratma tekniği geliştirdi. Bu tür bir magnetron sıçratma sistemi, plazmanın hedefin yüzeyinden altaşa doğru genişlemesine neden olan dış tarafta güçlü mıknatıslara sahiptir. Dengesiz manyetik alanın varlığı, hedef yüzeyden kaçan elektronların yakalanmasını sağlar. Bu elektronlar, hedef yüzeyden uzaktaki iyonlaştırıcı gaz atomları ile çarpışmalara maruz kalır ve daha yüksek sayıda elektron üretir. Bu iyonlar altaşa yönelik iyon bombardımanını önemli ölçüde artırır. Sonuç olarak böyle bir konfigürasyon, sıçratma esnasında üretilen ikincil elektronlardan çoğunun manyetik alan çizgileri boyunca hedef malzemeden altaşa doğru ilerlemesini ve manyetik alan yardımıyla kaplanmasını sağlar.



Şekil 1.8. Geleneksel ve dengesiz manyetik alanda plazma şeklinin şematik gösterimi [17]

1.5.Çalışmanın Amacı

Literatür analizi sonucunda üretilecek metal alaşım katkılı TiAlV/Si₃N₄ ince film sistemlerinin yapı-özellik-soğurma ilişkisine yönelik temel bir araştırma çalışmasına rastlanmamıştır. Çalışmanın hedefi, soğurucu ince filmlerde kullanılan Au gibi yüksek iletkenlikte fakat maliyeti yüksek malzemeler yerine, Au'ya göre daha düşük iletkenliğe sahip ve daha ucuz TiAlV gibi alaşımların TiAlV/Si₃N₄ ara yüzeyinde geliştirilecek etkin ortam ince film malzemesinin dielektrik özelliklerinden ve azalttığı termal kütesinden faydalanarak THz bölgesinde çalışabilen malzemeler geliştirmektir. Proje kapsamında; elektromanyetik spektrumun THz bölgesinde soğurma performansı yüksek, 0.3-25 nm kalınlıkları arasında metal alaşımlı ince filmler üretilecek, elektriksel, yapısal özellikleri ve THz soğurma performansı araştırılacaktır.

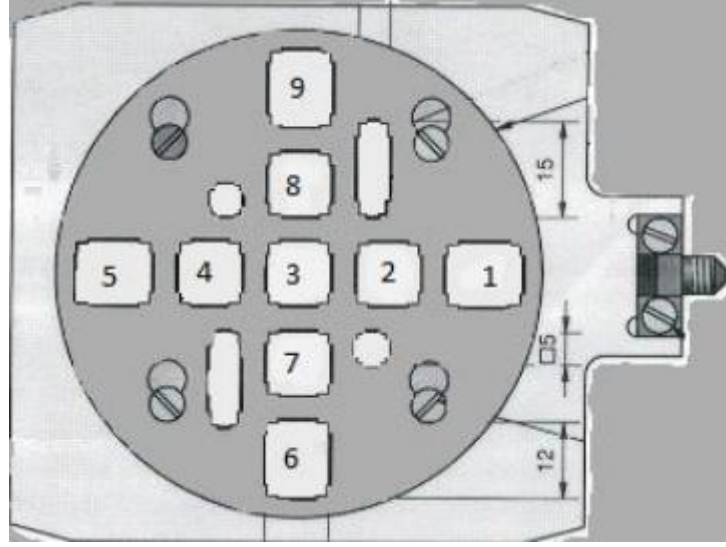
Ancak, filmlerin yapısal ve elektriksel olarak ilişkilendirilmesi yeni bir çalışma gerektirmektedir. Ayrıca TiAlV ince filmlerin THz soğurma ve yapısal özelliklerinin ilişkilendirilmesi, literatür taraması sonucu, literatürde bir eksik olarak tespit edilmiştir. Böylece tez çalışmasının amacı TiAlV ince filmlerin elektriksel ve yapısal karakterizasyonunu gerçekleştirerek, filmlerin elektriksel ve yapısal özellikleri arasında bağlantı kurmak ve THz soğurma karakteristiği ve yapısal özellikler arasındaki ilişkiyi araştırarak literatüre bu konuda katkı sağlanmak olarak belirlenmiştir.

2. MALZEME VE YÖNTEM

2.1. İnce Film Üretim Süreci

2.1.1. Altaş Hazırlama

Bu çalışmada, ince filmler 10x10 mm² boyutunda ve 500µm kalınlıkta kare şekilli Si <111>, Si/SiO₂, Si/Si₃N₄ altaşlara kaplanmıştır. Biriktirmeden önce, altaş bir temizleme prosedürüne tabi tutuldu. Bu amaçla, altaşlar aseton, propanol ve deiyonize sudan geçirildi ve ardından yüksek saflıkta N₂ gazı ile kurutuldu. Temizleme prosedüründen sonra, altaşlar Şekil 2.1'de gösterildiği gibi bir numune tutucuya yerleştirildi.



Şekil 2.1. Tez çalışması kapsamında kullanılan numune tutucu ve numunelerin pozisyonları

2.1.2. İnce Film Biriktirme İşlemi

TiAlV ince filmlerin biriktirme işlemi Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü ileri teknoloji ince film laboratuvarında bulunan DC-MS (Bestec UHV Sputter System, Görsel 2.1) ile gerçekleştirilmiştir. Sıçratma sistemi Prof. Dr. Ramis Mustafa Öksüzoğlu tarafından tasarlanmıştır. Sistemde dört vakum odası bulunmaktadır: yaklaşık 100 litre ve 80 litre hacme sahip iki işlem odası (sıçratma1 ve sıçratma2) ve bir yükleme odası etrafında düzenlenmiş bir tavlama odası. Odalar, elektro-pnömotik kumandalı valfler ile birbirinden izole edilmiştir. Numune transferi manyetik transfer çubukları ile yükleme odasından işlem odasındaki numune istasyonuna sağlanır. Numune transferi sırasında vanalar yazılım kontrolü yardımıyla açılır. Hücreler, scroll tip mekanik pompalarla desteklenen turbo moleküler pompalar ile yüksek vakum seviyelerine boşaltılır. Scroll pompaları, hazneleri kaba bir vakum seviyesine ($\sim 10^{-3}$ mTorr) kadar pompalar. Daha ileri ultra yüksek vakum seviyeleri, turbo moleküler pompalarla elde edilir. Tüm odalar, atmosferik basınçtan 5×10^{-9} mbar'a kadar basınç ölçümü için tam aralıklı bir gösterge ile donatılmıştır. Baz basınç, tam aralıklı göstergelerle ölçülürken, Baratron göstergeleri işlem sırasındaki basıncı ölçer. Her işlem odası, altlarında hedef malzemelerin bulunduğu magnetron sıçratma kaynaklarını içerir. Numune tutucu istasyonu manipülatörün üst flanşına monte edilir. Motor tahrikli olarak döndürülebilir. Kaynaklar ve numune tutucu arasındaki mesafe, manipülatörü dikey olarak hareket ettirerek ayarlanabilir. Ayrıca kaynaklar, numune istasyonuna eğimli bir

konuma getirilerek eğilebilir. İşlem odalarında, kütle akış kontrolörlü gaz girişleri bulunur; proses gazları bu girişler aracılığıyla haznelere beslenir. Sistemin tüm bileşenleri, sistemin yazılımı tarafından kontrol edilir.



Görsel 2.1. Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarında bulunan Magnetron Sıçratma Sistemi

İnce film biriktirme sırasında, işlem odasının duvarlarından ve bileşenlerinden safsızlık atomları da dışarı atılır. Bu safsızlıklar, biriken filme bulaşabilir ve kaliteyi etkileyebilir. Ayrıca temiz bir atmosfere sahip olmak ve $\sim 10^{-8}$ mbar ve altında optimum taban basınçlarına ulaşmak için H_2 , CO_2 , N_2 ve su buharı gibi yabancı gazların hazne dışına atılması gerekir. Bu nedenle yüksek kaliteli filmler elde etmek için sistem bileşenlerinin periyodik olarak temizlenmesi ve ardından fırınlama prosedürü uygulanmalıdır. Bu kapsamda ince film kaplama öncesi sistem bileşenleri Dremel marka flap çarklar ile zımparalanmış ve daha sonra ultrasonik etanol banyosundan geçirildi. Daha sonra, oda içindeki yabancı gazlardan ve su buharından kurtulmak için sistem $110^\circ C$ 'de 48 saat ısıtılmıştır. Temizleme ve fırınlama işleminden sonra üzerinde substratları taşıyan numune tutucu, yük kilitleme haznesine yüklenmiş ve işlem haznesine aktarılmıştır.

Biriktirme için metalik TiAlV hedefi (Kurt J. Lasker, %99,5 saf) kullanıldı. DC gücü belirlenen üretim parametrelerine göre ayarlandı. (Tablo 2.1) İşlem odası, 1.2×10^{-8} mbar'lık bir taban basıncına pompalandı. Biriktirme öncesinde, hedefin yüzeyi Ar+

iyonları ile bombardıman yoluyla 15 dakika süreyle ön temizlendi. Ön temizleme işleminden sonra, sıçratılan partikülleri ortamdan atmak için hazne tekrar vakumlanmıştır. Süreç gazı olarak Ar (%99,9999 saflık) biriktirme sırasında sürekli olarak odaya beslendi; odaya gaz akışı, MKS 647 gaz giriş kontrolörü tarafından kontrol edildi.

Tablo 2.1. *Si (111)/TiAlV (3-23 nm)/Si₃N₄ (3 nm) yapısında üretilen numunelerin üretim parametreleri.*

Grup Adı	Numune Kodu	Gaz Akışı (sccm)	Güç (W)	Ayarlanan Kalınlık (nm)	Alttaş
A	Ti - 1 - 0	2 Ar	40	2	Si(111)
	Ti - 2 - 0	2 Ar	40	3	Si(111)
	Ti - 3 - 0	2 Ar	40	5	Si(111)
	Ti - 4 - 0	2 Ar	40	10	Si(111)
	Ti - 5 - 0	2 Ar	40	20	Si(111)
B	Ti - 6 - 0	2 Ar	70	2	Si(111)
	Ti - 7 - 0	2 Ar	70	3	Si(111)
	Ti - 8 - 0	2 Ar	70	5	Si(111)
	Ti - 9 - 0	2 Ar	70	10	Si(111)
	Ti - 10 - 0	2 Ar	70	20	Si(111)
C	Ti - 11 - 0	8 Ar	70	2	Si(111)
	Ti - 12 - 0	8 Ar	70	3	Si(111)
	Ti - 13 - 0	8 Ar	70	5	Si(111)
	Ti - 14 - 0	8 Ar	70	10	Si(111)
	Ti - 15 - 0	8 Ar	70	20	Si(111)
D	Ti - 16 - 0	8 Ar	40	2	Si(111)
	Ti - 17 - 0	8 Ar	40	3	Si(111)
	Ti - 18 - 0	8 Ar	40	5	Si(111)
	Ti - 19 - 0	8 Ar	40	10	Si(111)
	Ti - 20 - 0	8 Ar	40	20	Si(111)

TiAlV ince film biriktirme işleminden sonra Silisyum Nitrür (SiN) katmanları, eş odaklı geometriye sahip RF magnetron sıçratma tekniği kullanılarak büyütülmüştür. Yüzey ısıtması uygulanmadı. Bir Si₃N₄ hedefi (elastomer bağlı Cu arka plakalı %99,5 Kurt J. Lesker) kullanılmıştır. Yerleştirmeden hemen önce, baca kapağı kapalı olarak

hedef önceden sıçratıldı. Tüm Si_xN_y filmleri farklı bir $\text{Ar}:\text{N}_2$ kısmi basınç oranında biriktirildi. (Tablo-1'de verilmiştir). Çalışan gaz akışı ve RF gücü, 6 sccm ve 60W'da sabit tutuldu. Film kalınlığı tüm numuneler için 3 nm olarak ayarlandı.

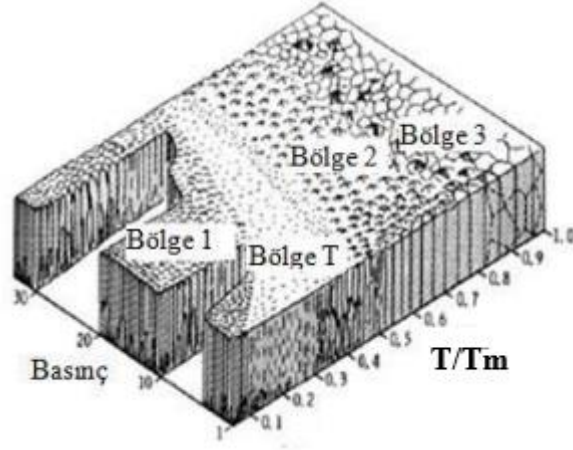
Üretim planı Şekil 2.2'de gösterilen Thornton diyagramı üzerinde görüşülerek hazırlandı. Thornton diyagramı, genellikle iki veya daha fazla kimyasal türden oluşan ince filmlerin faz davranışını analiz etmek için kullanılabilir. Diyagram, filmin farklı fazlarının dengede bir arada var olacağı ve oluşacağı koşulları tahmin etmek için kullanılabilir.

İnce filmlerde Thornton diyagramının bir kullanımı, filmin farklı sıcaklıklar ve basınçlar altında kararlılığını tahmin etmektir. Örneğin, bir metal ve bir ametalden oluşan ince bir film, yüksek sıcaklıkta düşük sıcaklıkta olduğundan farklı bir faza sahip olabilir. Sıcaklığı ve Gibbs serbest enerjisini Thornton diyagramında çizerek, filmin hangi koşullar altında kararlı kalacağını ve hangi koşullar altında faz geçişine gireceğini belirlemek mümkündür. [18]

İnce filmlerde Thornton diyagramının bir başka kullanımı, farklı koşullar altında filmin bileşimini tahmin etmektir. Örneğin, bir filmin bileşimini Thornton diyagramında çizerek, filmin belirli bir bileşime sahip olacağı koşulları belirlemek mümkündür. Bu, bileşimin filmin özelliklerini etkileyebildiği birden çok kimyasal türden oluşan ince filmler söz konusu olduğunda özellikle yararlıdır. [18]

Özetle, Thornton diyagramı ince filmlerin faz davranışını tahmin etmek için kullanılabilir ve ince filmlerin farklı sıcaklık, basınç ve bileşim koşulları altında kararlılığının, bileşiminin ve özelliklerinin anlaşılmasına olanak tanır. [18]

Bu şemaya göre en küçük kalınlık, en küçük basınç ve en küçük güçten başlayarak üretim planımızı hazırladık. Bahsedilen parametrelerin en küçükten başlayarak planlaması termodinamik denge dikkate alınarak yapılmıştır. Bu parametreler doğrultusunda her numune için ayrı ayrı üretim reçetelerimizi hazırladık.



Şekil 2.2. Sıçratma yöntemiyle büyütülen metal ince film kaplamalar için Thornton tarafından önerilen model [18]

Filmlerin elektriksel karakterizasyonu için direnç (R), öz direnç (ρ), sıcaklığa bağlı elektriksel direnç ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Filmlerin yapısal karakterizasyonları X-Işını Kırınımı, Raman Spektroskopisi, X-Işını Fotolüminesans Spektroskopisi ve Taramalı Elektron Mikroskopisi yöntemleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen TiAlV metal alaşımlı ince filmleri Si_3N_4 ile kaplanacak ve elde edilen TiAlV/ Si_3N_4 metal dielektrik ara yüzeyinde Terahertz soğurma karakteristikleri Zamana Dayalı Terahertz Spektroskopisi yöntemi ile incelenmiştir.

2.2. İnce Film Karakterizasyon Teknikleri

2.2.1. Elektriksel Karakterizasyon

FPP tekniği, ince filmler gibi iki boyutlu numunelerin elektriksel özelliklerini ölçmek için kullanılır. Elektriksel direnç ve öz direncin belirlenmesi ve TCR hesaplamaları için ölçümler gerçekleştirilir. TCR ölçümü, numunenin entegre bir ısıtma aşaması aracılığıyla ısıtılması ve direncin hesaplanması için voltaj değişikliklerinin kaydedilmesiyle gerçekleştirilir. FPP tekniğinin 2 nokta iğne tekniğine göre avantajı, 4 noktalı konfigürasyon parazitik voltaj düşüşlerini elimine eder. İki noktalı iğne tekniğinde ise, akım ve voltaj aynı kaynaklardan sağlanır. Voltmetrenin yolu kontağı, iğneleri ve tel dirençlerini içerdiğinden, bu elemanlardan gelen voltaj düşüşleri de ölçülür.

FPP sistemi ticari olarak ucuza temin edilebilmesi, hızlı olması ve her ölçüm için ayrı kalibrasyon gerektirmemesi sebebiyle avantajlıdır. Sistemin dezavantajı numune üzerinde şiddetli olmasa da numune üzerinde deformasyon yaratmasıdır. Bu deformasyon ölçüm güvenilirliğini azaltır. FPP tekniğinde, İki probdan bir akım geçirilir ve diğer iki

prob boyunca voltaj ölçülür. Ölçülen gerilim ve akım değerlerinden malzemenin iletkenliği hesaplanabilir. Dört iğne eşit aralıklarla düz bir hat boyunca hizalanır.

Bu çalışmada, Lucas Lab Pro4 öz direnç sistemi ile tabaka direnci ve öz direnç ölçümleri yapılmıştır. (Görsel 2.2) Sistem dört bileşenden oluşmaktadır; Keithley 2400 kaynak ölçer, değiştirilebilir FPP kafası, Pro4 yazılımı ve Pro4 standı. Prob aralıkları 1,02 mm'dir. Problar Osmiyumdan yapılmıştır. Ayrıca sistemde entegre bir ısıtma tablası ve numune sıcaklığını ölçmek için bir termokupl bulunur. Öz direnç ölçümünün yapılması için numune ısıtma tablasına yerleştirilir. Numune geometrisi ve film kalınlığı yazılıma girildikten sonra problar numune üzerine indirilir. Bilgisayar kaynak ölçeri otomatik kontrol eder ve ideal akımı uygular. Sıcaklığa bağlı direnç ölçümü için, ısıtma kaynağı belirli bir ısıtma hızına ayarlanır. Numunenin voltaj ve sıcaklığında meydana gelen değişiklikler, her 5 °C'de termokupl ve kaynak ölçerden okunup kaydedilir. Aynı işlem numune soğutulurken de uygulanır.



Görsel 2.2. Eskişehir Teknik Üniversitesi İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarı'nda yer alan Dört Nokta Prob ölçüm düzeneği

2.2.2. Yapısal Karakterizasyon

2.2.2.1. X-Işını Kırınımı Tekniği (XRD)

X-ışını kırınımı (XRD), bir malzemenin kristal yapısını belirlemek için kullanılan bir tekniktir. Bu bilgi, mevcut kristal tipini tanımlamanın yanı sıra numunenin kalitesini ve saflığını belirlemek için kullanılabilir. XRD, malzemelerin yapısal özelliklerini incelemek için malzeme bilimi, kimya ve mineralojide yaygın olarak kullanılır. XRD tekniği ince filmlerin de kristal yapısını ve fazlarını incelemek için yaygın olarak

kullanılan bir yöntemdir. X-Işınlının dalga boyu, 0,1 nanometre civarındadır ve bu da bir kristal içindeki atomlar arası mesafe mertebesinde. Kristallerin atom dizilişlerinin incelenmesinde bu yüzden X-ışınlarına ihtiyaç duyulur. X-ışını kırınımı, bir kristal düzlemine gönderilen x-ışınlarının kristalin atom düzlemlerine çarparak yansımalarıdır. Difraksiyon elde edebilmek için; x-ışınlarının atom düzlemlerine çarpma açısı (θ), atom düzlemleri arasındaki uzaklık (d) ve gelen x-ışınlarının dalga boyu (λ) arasında belirli bir bağıntının bulunması gerekir. Bir x-ışını demetinin birbirine paralel atom düzlemlerine λ açısı altında çarpması durumunda kırınım meydana gelir. Yani kristal düzlemi, düzenli tek kristal yapısında ise x-ışınları kristal düzleminden aynı fazda saçılır. XRD, Bragg yasasına uyar. Bragg yasası, X-ışınları ve nötron kırınımında, X-ışınlarının veya nötronların bir kristal kafes tarafından kırılma şeklini açıklayan temel bir ilkedir. Yasa, bir X-ışınları veya nötron ışını bir kristal kafese yönlendirildiğinde, belirli bir açıda dağılan ışınların arttığını belirtir. Bu, kristal kafesteki atomik düzlemler arasındaki mesafe, X ışınlarının veya nötronların dalga boyunun yarısına eşit olduğunda meydana gelir. Kirişlerin güçlendirildiği açı, Bragg açısı olarak bilinir ve aşağıdaki denklemle verilir:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.1)$$

Burada λ X-Işınlının dalga boyu, d düzlemler arası boşluk ve θ kırınım açısıdır. Tipik olarak, spektrumda θ yerine 2θ ölçülür.

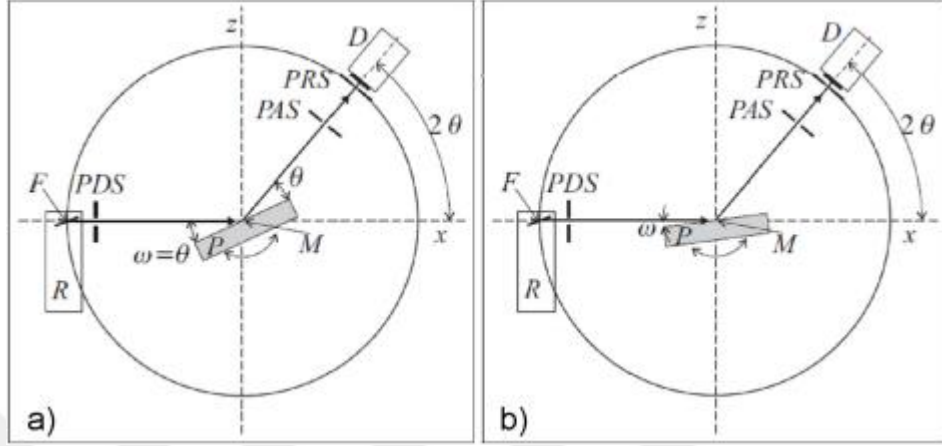
Kristal bir numunenin kafes aralığı, kristal oryantasyonu ve kristal kafesin birim hücresi tarafından belirlenir. Ortorombik bir yapıda kafes aralığı (d_{hkl}) şu şekilde verilir:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.2)$$

Bu denklemde h,k, ve l Miller indisleridir ve a,b,c birim hücrelerin sabitleridir. Bilinmeyen yönelimleri belirlemek için, XRD analizlerinden elde edilen veriler, International Center for Diffraction Data (ICDD) veri tabanında çeşitli bileşikler için mevcut olan standard modellerle karşılaştırılabilir.

XRD ölçümleri Şekil 2.3.'de gösterilen en yaygın iki geometri veya farklı geometrilerle gerçekleştirilebilir. Geleneksel XRD tekniğinde, X-ışını kaynağı ve dedektör karşılıklı olarak θ açısı ile hareket eder yüzeyden difraksiyon olduğunda XRD kırınım deseninde pik gözlemlenir. Bu teknikte, sadece numune yüzeyine paralel olan düzlemlerden gelen kırınım sinyalleri toplanır. Bu ölçüm sırasında 2θ 'lık yüksek açılar

tarandığından dolayı X-ışınları numunenin derinlerine nüfuz edebilir bu da alttaştan gelen kırınım demetlerinin dedektör tarafından algılanmasına sebep olabilir. Sonuç olarak, alttaştan gelen kırınım şiddetleri, filmde gelen kırınım şiddetlerini geçebilir ve film analizinde hata oluşturabilir.



Şekil 2.3. X-ışını kırınım tekniği ölçüm geometrileri: Bragg-Brentano (a) ve GI-XRD (b). X-ışını tüpü, numune ve dedektör sırasıyla büyük R, M ve D harfleriyle gösterilir.[19]

Bu etkiyi ince filmlerde ortadan kaldırmak için GIXRD tekniği (Şekil 2.3 b.) geliştirilmiştir. Bu teknikte, X-Ray tüpünden çıkan ışınları düşük açıyla numuneye göndermek için tüp sabit bir konuma ayarlanır. Tarama esnasında sadece X-ray dedektörü hareket ettirilir ve kırılan ışınlar dedektör tarafından toplanır. Bu sayede eğik düzlemlerden gelen kırınım demetleri de dedektör tarafından algılanır. Böylelikle film yüzeyi yüzeysel bir şekilde taranmış olur ve analize etki edecek olan alttaştan gelen kırınım şiddetinin etkisi minimuma indirgenmiş olur.

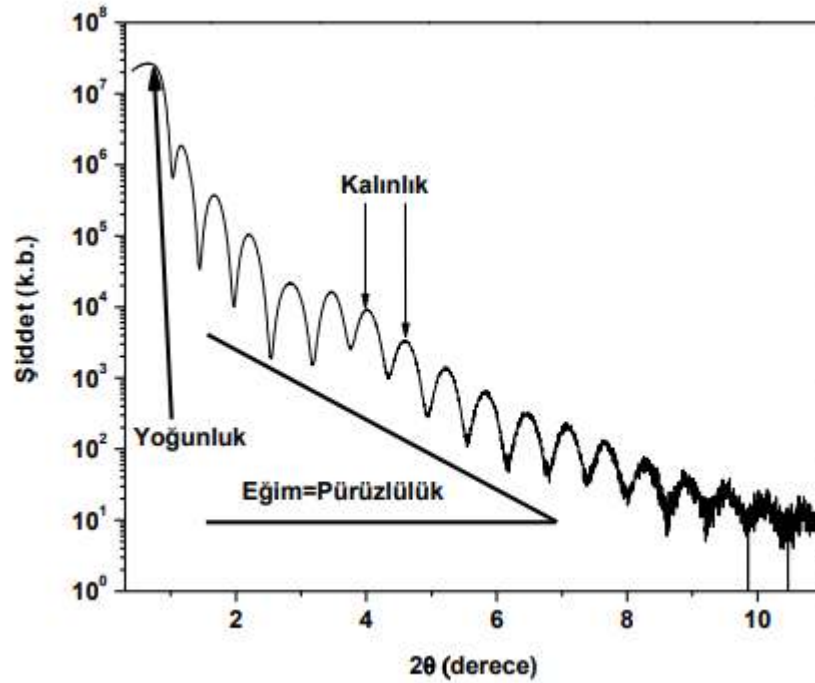
Bu tez çalışmasında gerçekleştirilen XRD ölçümleri Eskişehir Teknik Üniversitesi Nanoboyut Araştırma Laboratuvarı'nda yer alan PANalytical X'Pert Pro MRD sistemi, parabolik W/Si aynası, dört sekmeli (Ge220) simetrik monokromatör ve Cu K α 1 radyasyonu ($\lambda = 0.15406$ nm) kullanan bir Piksel dedektörü ile donatılan HR-XRD cihazı kullanılmıştır.

2.2.2.2. X-Işını Yansıması Tekniği (XRR)

X-ışını yansıması hem bilimsel uygulamalar için hem de endüstriyel uygulamalar için çok önemli ve çok kullanışlı bir yöntemdir. XRR tekniği ile numunelerin elektron yoğunluğunu, tabaka kalınlığını, yüzey ve ara yüzey pürüzlülüğünü belirlemekte kullanılan bir yöntemdir. XRR tekniği numuneyi deformasyona uğratmadan ölçüm

yapılabilen bir tekniktir. Büyüme hızı belirlenirken film kalınlığı genellikle düz numuneler üzerinde XRR ile ex-situ olarak belirlenir.

XRR yöntemi, bir X-ışınının yüzeyle yaptığı açının yansıyan yoğunluğunun izlenmesini içerir. Bu yöntemde dalga boyu λ olan tek renkli bir x-ışını örneğe $w = \theta$ açısıyla gelir ve yansıyan ışının şiddeti 2θ açısıyla bir detektör tarafından kaydedilir. XRR ölçümü kritik açı aralığında yapılır. X-ışınları bu açıda numune içine sadece birkaç nanometre nüfuz eder. Bu açının üstüne çıktıkça nüfuz etme derinliği artış gösterir. Elektron yoğunluğunun değiştiği ara yüzeyde X-ışını demetinin bir kısmı yansır. Bu yansıyan X-ışını demetlerinin girişimi, XRR deneylerinde elde edilen Kiessing saçaklarını oluşturur.



Şekil 2.4. X-ışını yansıması sonucu oluşan salınımlar (Kiessing saçakları) [20]

Bu tez çalışmasında gerçekleştirilen XRD ölçümleri Eskişehir Teknik Üniversitesi Nanoboyut Araştırma Laboratuvarı'nda yer alan PANalytical X'Pert Pro MRD (XRD görsel) sistemi, parabolik W/Si aynası, dört sekmeli (Ge220) simetrik monokromatör ve Cu K α 1 radyasyonu ($\lambda = 0.15406$ nm) kullanan bir Pixcel dedektörü ile donatılan HR-XRD cihazı kullanılmıştır.

Bu çalışmada incelenen filmlerin film yoğunluğu ve kalınlığı, 45 kV, 40 mA Cu K- α radyasyonlu Eskişehir Teknik Üniversitesi Nanoboyut Araştırma Laboratuvarı'nda yer alan PANalytical X'Pert Pro MRD difraktometre kullanılarak speküler X-ışını yansıtma

ölçümü ile belirlendi. 0.1 mm'lik dar birincil yarıklı parabolik ayna ve 0.1 mm'lik dar kabul yarığına sahip paralel plaka kolimatör kullanılmıştır. 0.002° θ' lik adımlarla 0° ile 1.5° arasında ölçüm aralığı uygulandı.

2.2.2.3. X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS)

X-ışınları fotoelektron spektroskopisi (XPS), bir numunedeki elektronları uyarmak ve bunların yayılmasına neden olmak için bir X-ışını demeti kullanan, yüzeye duyarlı bir analitik tekniktir. Fotoelektronlar olarak da bilinen bu yayılan elektronlar, numunenin kimyasal bileşimini, elektronik yapısını ve kimyasal durumunu belirlemek için toplanır ve analiz edilir.

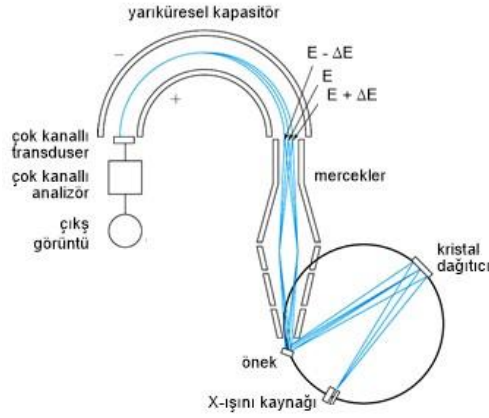
XPS'de kullanılan X-ışınlarının enerjisi, numunedeki çekirdek elektronların bağlanma enerjisine uyacak şekilde dikkatlice seçilir. Bir X-ışını fotonu bir çekirdek elektronu tarafından emildiğinde, elektronun atomdan atılmasına neden olarak çekirdek seviyesindeki elektronik yapıda bir boşluk bırakır. Yayılan fotoelektronun kinetik enerjisi ölçülür ve bu enerji ile elektronun fırlatıldığı çekirdek seviyesinin bağlanma enerjisi arasındaki fark, atomun kimyasal kimliği hakkında bilgi verir. Saçılan elektronların yüzeye bağlanma enerjisi

$$BE = h\nu - KE - \Phi \quad (2.3)$$

Denklemleri ile elde edilir. [21]

Burada K.E. elektronların kinetik enerjisidir, B.E. belirli bir yörüngedeki uyarılmış elektronla ilişkili bağlanma enerjisidir ve Φ ise yüzeyden bir elektron uzaklaştırabilmek için gerekli minimum enerji miktarıdır. Her elementin orbitallerinin bağlanma enerjisinin birbirinden farklı olduğu ve bağlanma ortamına bağlı olduğu göz önüne alındığında, elementleri ve kimyasal bileşikleri tanımlamada ayırt edici bir tekniktir.

Yayılan fotoelektronlar tipik olarak bir numunenin en üstteki birkaç nanometresinden yayıldığı için, XPS oldukça yüzeye duyarlı bir tekniktir. Bu, XPS'yi malzemelerin yüzey kimyasını incelemek için önemli bir araç haline getirir. Malzeme bilimi, kimya ve fizik araştırmaları gibi alanların yanı sıra yüzey analizi ve kalite kontrol gibi endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır.



Şekil 2.5. X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi Şeması

XPS sistemi, fotoelektronları spektrometreye toplayarak çalışır. En çok kullanılan toplama modu, tüm fotoelektronların spektrometreye girmeden önce aynı kinetik enerjiye geciktireceği “sabit analizör enerjisi” (CAE) modudur. Gecikme potansiyelini değiştirerek, önceden geciktirilmiş kinetik enerjiye sahip fotoelektronları toplayabilecektir.

Bu tez çalışmasında TiAlV ince filminin içerdiği elementleri tanımlamak için X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) kullanılmıştır. 23 nm kalınlığındaki TiAlV ince filmlerin, Si(111)/TiAlV(23 nm)/Si₃N₄(3 nm) katmanları olan A, B ve C örneklerinin XPS ölçümleri Bilkent-UNAM’da Thermo Scientific K-Alpha sistemi ile X-ray ile yapılmıştır. AlK_α’nın radyasyonu (1486.68 eV). X-ışını nokta boyutu 400 µm’dir. 0.1 eV’lik bir enerji adımı boyutu ve 30 eV’lik geçiş enerjisi ile yüksek çözünürlüklü spektrumlar elde edildi. Halihazırda koruyucu katman olarak büyütülen SiN tabakasının ortadan kaldırılması için filmin yüzeyi, 60 saniye boyunca 30° geliş açısına sahip bir Ar⁺ ışını ile temizlendi. Film yüzey temizliği için Ar⁺ enerjisi 1000 eV’dir. Ti2p, Al2p, V2p, N1s, C1s ve O1s bölgelerinin XPS çekirdek seviyesi spektrumları, alınan numunelerde ve 1 keV Ar⁺ iyon ışını ile 60 s boyunca sıçratma temizliğinden sonra elde edildi. Test sırasında bir Flood tabancası ile yük nötralizasyonu yapıldı. Numuneler, ultra yüksek vakum ($P < 1 \times 10^{-8}$ Torr) altında analiz edildi. Tüm ölçümler, numune yüzey düzlemine göre 60°’lik bir kalkış açısında yapılmıştır. Bu kalkış açısı, kısmen, substrattan gelen sinyalin yoğunluğunu belirli açılarda etkilediği bilinen x-ışını fotoelektron kırınımını en aza indirmek için seçildi. L.Hultman ve ark. survey’i C1s zirvesine hizalamanın, fiziksel olmayan sonuçlara yol açabileceğinden güvenilir olmadığını belirtir. AdC’nin BE değeri matris malzemesine göre değişir ve sapma aralığı 2,66 eV’ye ulaşabilir. C1s piki aralık

dışında olduğundan ve iyon aşındırma işleminden sonra C içeriği çok düşük değerlere sahip olduğundan, XPS analizlerinde kalibrasyon yapılmamıştır. [22] Kompozisyon analizi CasaXPS yazılımı ile yapılmıştır. Arka plan çıkarma için Shirley yöntemi uygulandı. Elde edilen XPS spektrumları, IGOR Pro yazılımı ile karışık bir Gauss/Lorentzian tepe şekli kullanılarak çözülmüştür.

2.2.3. Optik Karakterizasyon

2.2.3.1. Zamana Dayalı Terahertz Spektroskopisi (THz-TDS)

THz-TDS çalışmaların büyük çoğunluğunda kullanılan yaygın bir tekniktir. Ölçümler çoğunlukla zamana dayalı yapılmış olsa da, zaman çözümlü bir teknik değildir. Fourier Dönüşümlü Uzak Kızılötesi Spektroskopisi (FT F-IR) yöntemine eşdeğerdir ve zamanla çözümlenmiş dinamik bilgi sağlamaz. Geniş kapsama alanı, absorpsiyon katsayısı ve kırılma indisinin belirlenmesi gibi Uzak Kızılötesi (F-IR)'ndeki diğer yöntemlere göre birkaç önemli avantajı vardır.[23]

THz-TDS tekniğinin malzeme karakterizasyonunda yer alan en temel uygulaması, malzemelerin yansımaya veya geçirgenlik karakterizasyonudur. Bu karakterizasyonun amacı malzemelerin kompleks dielektrik sabiti ile ilişkilendirilebilecek “optik” sabitlerini belirlemektir. Optik sabitler, kırılma indeksi (n) ve absorpsiyon katsayısıdır (α).[24]

THz-TDS ölçümlerinden öncelikle zamana göre THz elektrik alanı elde edilir. Daha sonra Hızlı Fourier Dönüşümü (FFT) yardımıyla, THz elektrik alanı frekansın bir fonksiyonu olarak hesaplanabilir.

Terahertz zamana dayalı spektroskopisinde (TDS), THz ışının genliği ve fazı zamanın fonksiyonu olarak ölçülebilir. Spektrum fourier dönüşümü ile zamana bağlı verilerden elde edilir. Bu bilgiler doğrultusunda spektroskopik analiz yapmak ve malzemelerin kompleks dielektrik fonksiyonunu Kramers-Kronig bağıntılarını çözmeden hesaplamak mümkündür [25]. Kısacası malzeme karakterizasyonu için pratik bir yöntemdir. Gerek ince filmlerin gerekse meta-malzeme yapıların geçirgenlik ve dielektrik özellikleri THz zamana dayalı spektroskopisi ile detekte edilebilir. Bu tezde üretilen TiAlV ince filmler 0.1-3 THz aralığında analiz edilmiştir [26]. Buradan bu tayf aralığında karmaşık ve reel dielektrik fonksiyonu da hesaplanabilir.

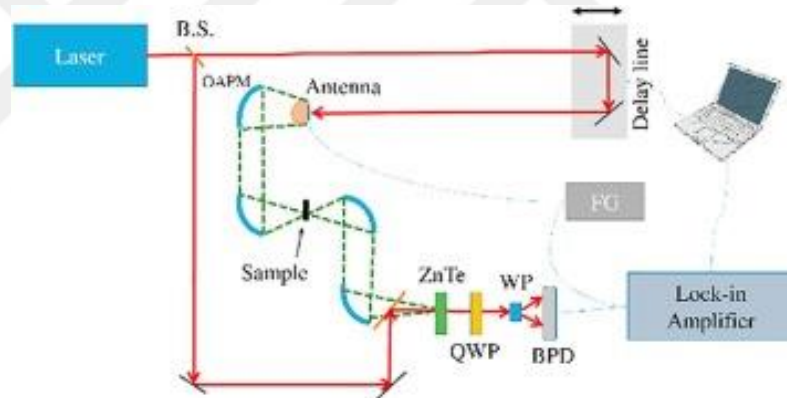
Fourier dönüşümünden frekans alanında elde edilen faz ve genlik bilgisinden sonra, bu denklemler kullanılarak örneğin kırılma indisi ve güç absorpsiyonu hesaplanabilir.

$$n(\omega) = 1 + \frac{c}{2\pi f d} \left(\varphi_{sample}(\omega) - \varphi_{phase}(\omega) \right) \quad (2.4)$$

$$Power\ Abs = -\frac{1}{d} \ln \left(\frac{Power_{sample}}{Power_{ref}} \right) \quad (2.5)$$

n kırılma indisidir, c ışığın vakumdaki hızıdır, φ numunenin fazıdır ve radyan cinsinden referanstır, d numune kalınlığıdır.

Üretilen TiAlV ince film örneklerinin THz karakterizasyonları özel olarak tasarlanmış Zamana Dayalı Terahertz Spektroskopisi (ODTÜ, TÜRKİYE) ile yapılmıştır. Spektrometre, kaynak olarak bir Ti: Safir osilatör, bir THz üretici olarak bir fotoiletken anten ve 8F konfigürasyonunda iletimi ölçmek için bir dedektör olarak bir ZnTe kristali kullanır. Tüm sistem bir bilgisayar tarafından kontrol edilir. Ölçümlerde toz etkisini ortadan kaldırmak için pleksiglas kutu kullanılır ve kutu kuru hava ile temizlendikten sonra nemsiz bir ortam elde etmek için ölçümler yapılır. Bu ölçümlerde kullanılan THz-TDS diyagramı Şekil 1'de verilmiştir.



Görsel 2.3. ODTÜ Fizik Bölümü'nde yer alan Zamana dayalı Terahertz Spektroskopisi ölçüm sisteminin şematik diyagramı. [27]

3. SONUÇ VE TARTIŞMA

Yöntem kısmında planlanan ve Tablo 2.1 de verilen TiAlV metalik ince filmlerin üretim parametreleri ile ince film üretim sisteminde testler yapılmış ve sonucunda 40W / 2sccm ve 70W / 8sccm aralığında sıçratma süreçlerinin güvenli işlediği tespit edilmiştir. Bu aralıkta, aşağıdaki Tabela-1a da verilen 20 adet kaplama süreci seçilmiştir. Bu süreçte test amaçlı üretilen 20 nm kalınlığındaki TiAlV ince filmlerin FPP ile yapılan elektriksel karakterizasyonlarında, ince film elektriksel yaprak direncinin (sheet resistance) normal atmosfer şartlarında iki gün içinde 70 Ω /sqr dan 1 M Ω /sqr seviyelerine kadar arttığı tespit edilmiştir. Bu değişim filmin oksitlenmesine işaret etmektedir. Bu nedenle TiAlV ince filmin yüzeyi 3 nm SiN tabakası ile kaplanmış ve elektriksel direnç değerlerinin metalik kaldığı tespit edilmiştir. Tabela-1a-1 de verilen 20 adet süreç parametresi ile TiAlV metalik ince filmler üretilmiş, filmler normal atmosfere çıkarılmadan, yüzeyleri aynı üretim odasında yer alan SiN target kullanılarak, SiN koruma tabakası ile kaplanmıştır. Numunlerin yapısı Si(111)substrate/TiAlV(2, 3, 5, 10, 20 nm)/SiN(3 nm) şeklindedir. Böylece, TiAlV ince filmlerin kalınlıkları ve üretim parametrelerine göre elektriksel ve yapısal özelliklerindeki değişimlerin çevresel faktörlerden bağımsız olarak incelenmesi hedeflenmiştir.

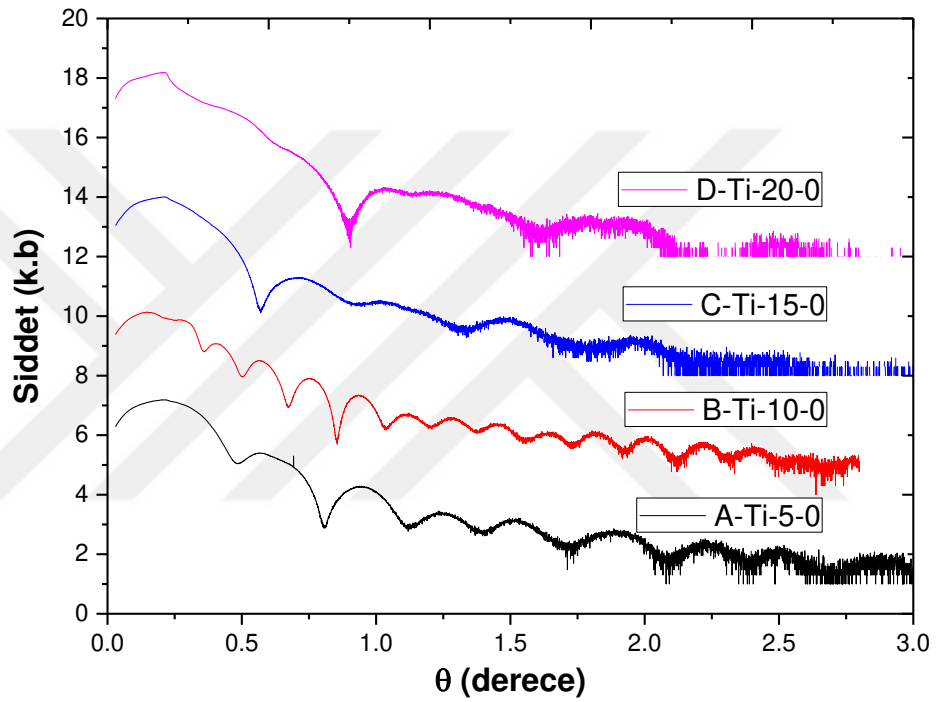
3.1. Yapısal Karakterizasyon

3.1.1. X-Işını Yansıması (XRR) Ölçümleri

Yöntem kısmında planlanan ve Tablo 2.1’de verilen TiAlV metalik ince filmlerin üretim parametreleri ile ince film üretim sisteminde testler yapılmış ve sonucunda 40W / 2sccm ve 70W / 8sccm aralığında sıçratma süreçlerinin güvenli işlediği tespit edilmiştir. Bu aralıkta, aşağıdaki Tablo 2.1’de verilen 20 adet kaplama süreci seçilmiştir. Bu süreçte test amaçlı üretilen 20 nm kalınlığındaki TiAlV ince filmlerin FPP ile yapılan elektriksel karakterizasyonlarında, ince film elektriksel yaprak direncinin (sheet resistance) normal atmosfer şartlarında iki gün içinde 70 Ω /sqr dan 1 M Ω /sqr seviyelerine kadar arttığı tespit edilmiştir. Bu değişim filmin oksitlenmesine işaret etmektedir. Bu nedenle TiAlV ince filmin yüzeyi 3 nm SiN tabakası ile kaplanmış ve elektriksel direnç değerlerinin metalik kaldığı tespit edilmiştir. Tablo 2.1’de verilen 20 adet süreç parametresi ile TiAlV metalik ince filmler üretilmiş, filmler normal atmosfere çıkarılmadan, yüzeyleri aynı üretim odasında yer alan SiN target kullanılarak, SiN koruma tabakası ile kaplanmıştır.

Numunelerin yapısı Si(111)substrate/TiAlV(2, 3, 5, 10, 20 nm)/SiN(3 nm) şeklindedir. Böylece, TiAlV ince filmlerin kalınlıkları ve üretim parametrelerine göre elektriksel ve yapısal özelliklerindeki değişimlerin çevresel faktörlerden bağımsız olarak incelenmesi hedeflenmiştir.

Elde edilen Si(111)/TiAlV/SiN ince filmlerin XRR ölçümleri ile her bir parametrenin kalınlıkları ve biriktirme oranları tespit edilmiştir. (Şekil-3.1)(Tablo-3.1)



Şekil 3.1. A, B, C ve D gruplarından seçilen numunelerin XRR eğrileri. Bu eğrilerden fourier analizi ile filmlerin kalınlıkları tespit edilmiştir.

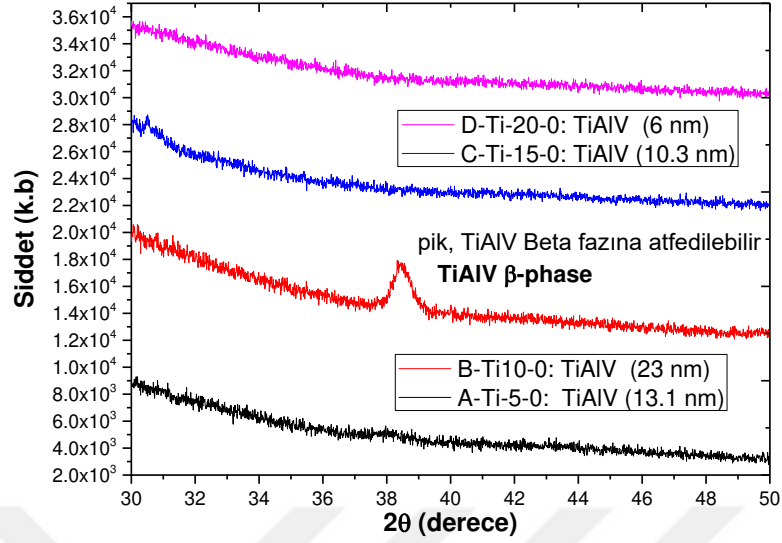
Tablo 3.1. Üretilen TiAlV ince film numuneleri ve XRR tekniği ile ölçülen film kalınlıkları

Grup Adı	Numune Adı	Ayarlanan Kalınlık (nm)	Ölçülen Kalınlık (nm)
A	Ti-1-0	2	1.3±0.1
	Ti-2-0	3	1.9±0.1
	Ti-3-0	5	3.3±0.1
	Ti-4-0	10	6.6±0.1
	Ti-5-0	20	13.1±0.1
B	Ti-6-0	2	2.3±0.1
	Ti-7-0	3	3.5±0.1
	Ti-8-0	5	5.8±0.1
	Ti-9-0	10	11.5±0.1
	Ti-10-0	20	23.0±0.1
C	Ti-11-0	2	1.0±0.1
	Ti-12-0	3	-
	Ti-13-0	5	-
	Ti-14-0	10	5.1±0.1
	Ti-15-0	20	10.3±0.1
D	Ti-16-0	2	0.6±0.1
	Ti-17-0	3	0.9±0.1
	Ti-18-0	5	-
	Ti-19-0	10	3.0±0.1
	Ti-20-0	20	6.0±0.1

A, B,C ve D parametreleri ile üretilen filmlerin XRR tekniği ile biriktirme oranları belirlendikten sonra 4 farklı parametre ile Si <111> alttaş üstüne 23 nm kalınlığında 4 farklı numune parametrelerin yapısal, elektriksel ve optik özelliklere etkisini inceleme amacı ile tekrardan büyütüldü. Bu numunelere XRD, FPP, THz-TDS ve XPS analizleri yapıldı.

3.1.2. X-Işını Kırınım (XRD) Ölçümleri

Şekil 3.2’de verilen farklı kalınlıklardaki ve farklı parametrelerle üretilen TiAlV ince filmlerin XRD desenlerinde B numunesi için gözlenen 38.48°’de kırınım tepeleri Ti(110)’nin β-fazına atfedilebilir (PDF# 44-1288). A, C ve D numunesinde ise ölçülen kalınlıklarda herhangi bir TiAlV fazına rastlanmamıştır.

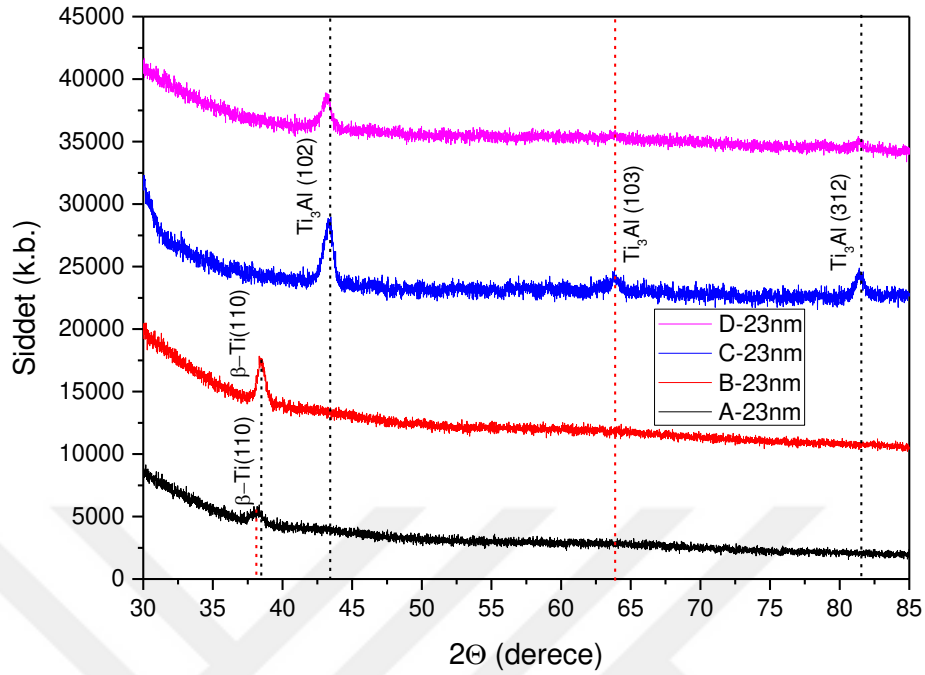


Şekil 3.2. A, B, C ve D gruplarından seçilen numunelerin XRD desenleri.

Şekil 3.3’de verilen 23 nm kalınlığındaki TiAlV ince filmlerin XRD desenlerinde A ve B numuneleri için gözlenen 38.14° ve 38.48°’de kırınım tepeleri Ti(110)’nin β-fazına atfedilebilir (PDF# 44-1288). Bunun aksine, örnek C’den ve D’den elde edilen kırılma tepe noktaları açık bir yapısal değişikliği gösterir; C numunesi için 43.28°, 63.88° ve 81.44°’de gözlemlenen kırınım tepe noktaları, hekzagonal AlTi₃ yapısının (JCPDS No. 03-065-7534) (102), (103) ve (312) düzlemlerine atanabilir. J.W. tarafından bildirilen denge termodinamik hesaplamalarına göre, AlTi₃ fazının Ti₆Al₄V’de oluşması beklenmektedir [28]. Bu, örnek C’de gözlenen kristal yapıyı desteklemektedir. D parametreleri ile üretilen filmde is bu kırınım piklerine yakın 43.20, 63.86 ve 81.37 derecelerde kırınım pikleri gözlenmiştir.

TiAlV ince filmlerindeki ortalama kristalit boyutu, D’nin kristal boyutu olduğu Debye Scherrer denklemi ($D=0.9\lambda/\beta \cos \theta$) kullanılarak hesaplanmıştır. λ , X-ışınının dalga boyu, β , yarı maksimumda tam genişlik (FWHM) ve $\theta=2\theta/2$ XRD modelinde gözlemlendiği gibi (hkl) kırınım düzlemlerine karşılık gelen Bragg açısıdır; (110) pikinde A ve B için, ve (102) pikinde C için. Belirlenen ortalama kristalit boyutları sırasıyla A numunesi için 8.5 nm, B için 12.7 nm ve C için 11.22 nm’dir.

$$D=0.9\lambda / \beta \cos \theta \quad (3.1)$$

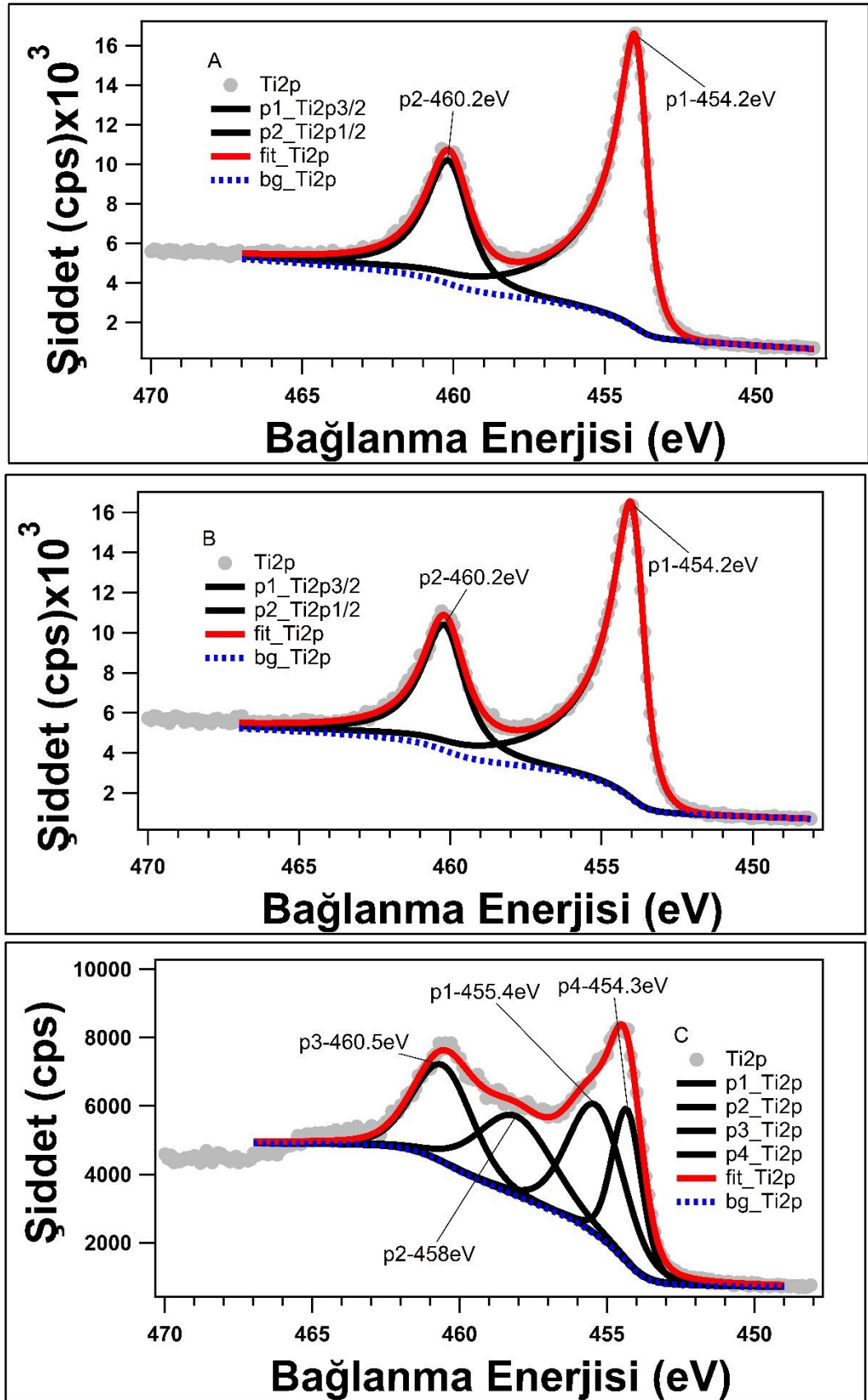


Şekil 3.3. A, B, C ve D gruplarından seçilen 23 nm kalınlığındaki numunelerin XRD desenleri

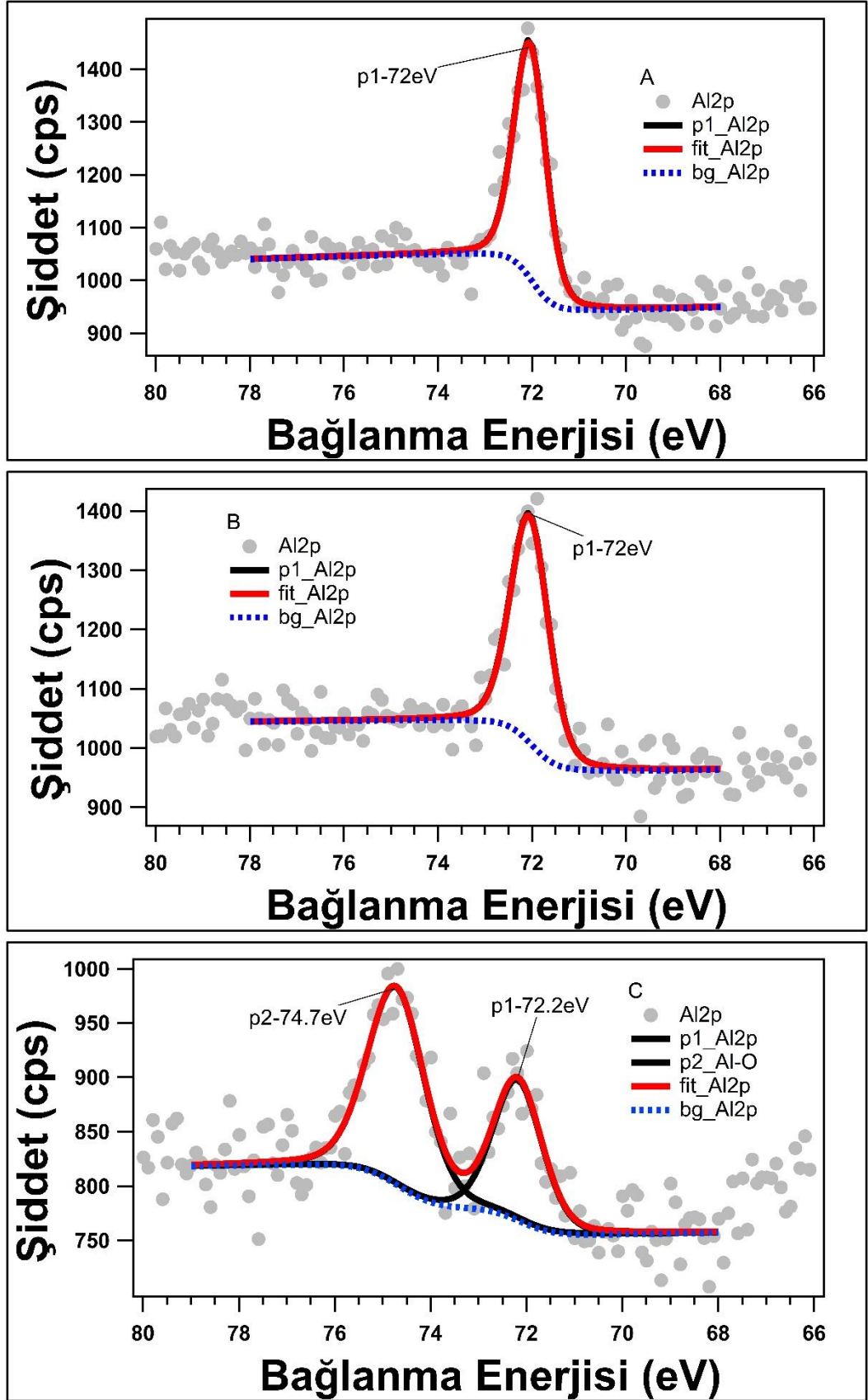
3.1.3. X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) Ölçümleri

Numunelerin iyon aşındırma yöntemi ile temizlenmiş yüzeylerinde Ti2p, Al2p, V2p ve O1s bölgelerinde alınan yüksek çözünürlüklü spektrumlar Şekil 3.3 (Ti spektra), Şekil 3.4 (Al spektra), Şekil 3.5 (V spektra) ve Şekil 3.6 (O1s spektra)'da gösterilmektedir. Yüksek çözünürlüklü XPS spektrumları, tüm örneklerde Ti, Al ve V'nin varlığını önemli ölçüde ortaya koyar ve TiAlV ince filmlerinin esas olarak Ti'den oluştuğunu gösterir. Şekil 3.3(A), (B) ve (C)'deki Ti spektrumlarının analizi, metalik Ti'ye karşılık gelen 454.2 eV ve 460.2 eV'lik bağlanma enerjilerinde (BE) bulunan Ti2p_{3/2} ve Ti2p_{1/2} tepe noktalarını gösterir [29,30].

C numunesinin Ti spektrumunda (Şekil 3.3(C)), Ti2p_{3/2} ve Ti2p_{1/2} piklerinin genişlediği fark edilmiştir. Şekil 3.3(C)'de verildiği gibi, bu piklerin en iyi uyumu, BE'de yer alan 455,4 eV ve 458 eV'lik ek katkıları ortaya çıkarır, bunlar Ti1+ (TiO) ile ilişkilidir

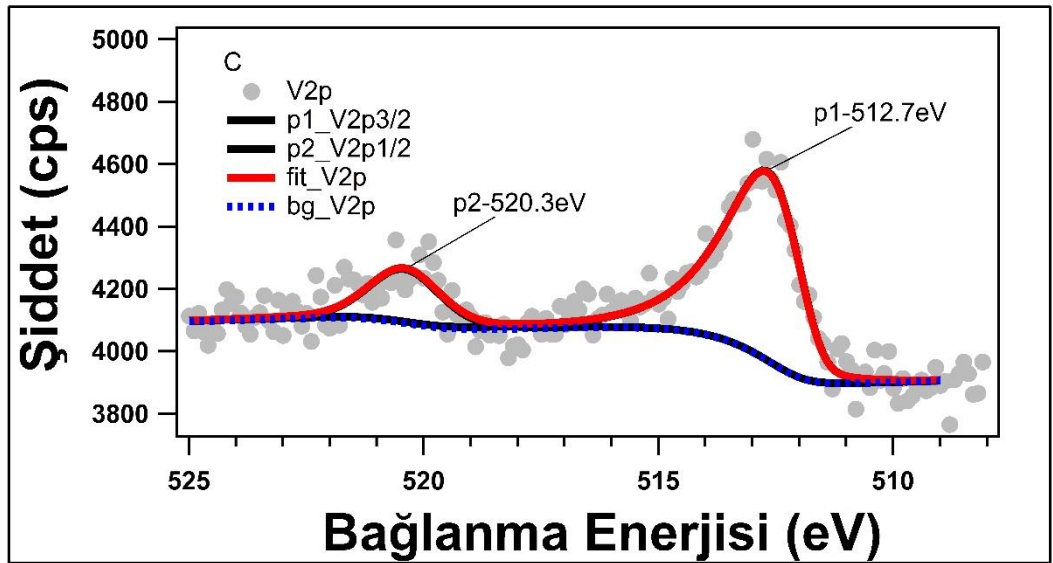
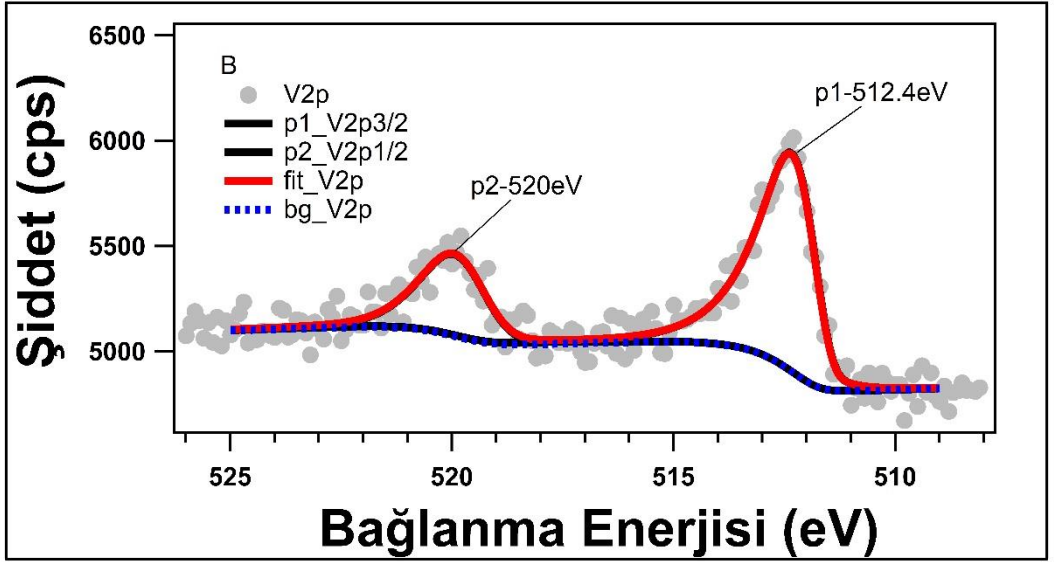
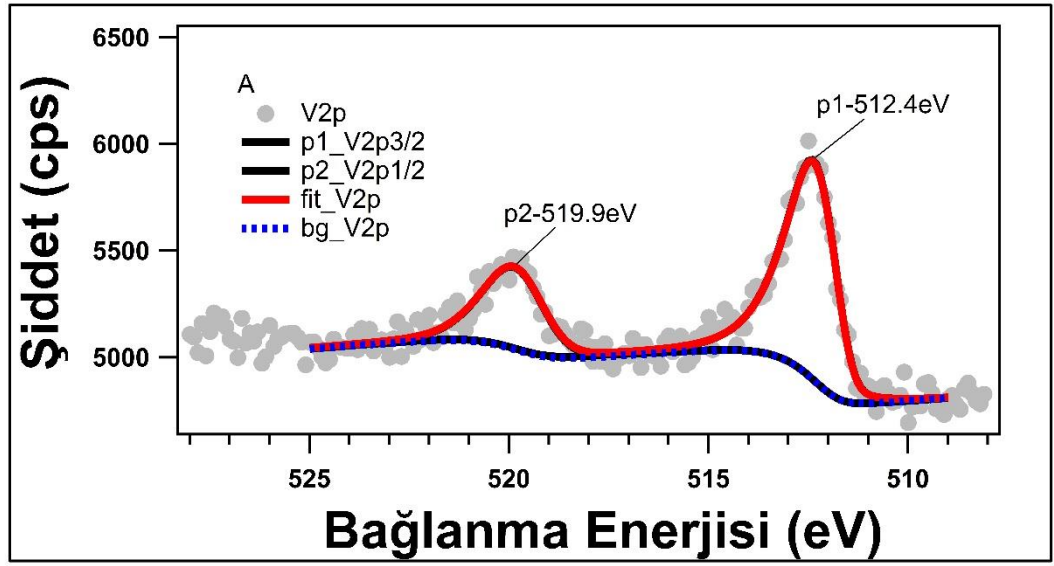


Şekil 3.4. XPS Analizi: 23 nm film kalınlığına sahip örnek A için (A), B için (B) ve C için (C) Ti2p1/2 ve Ti2p3/2 bölgelerinin ayrıştırılmış XPS analizi

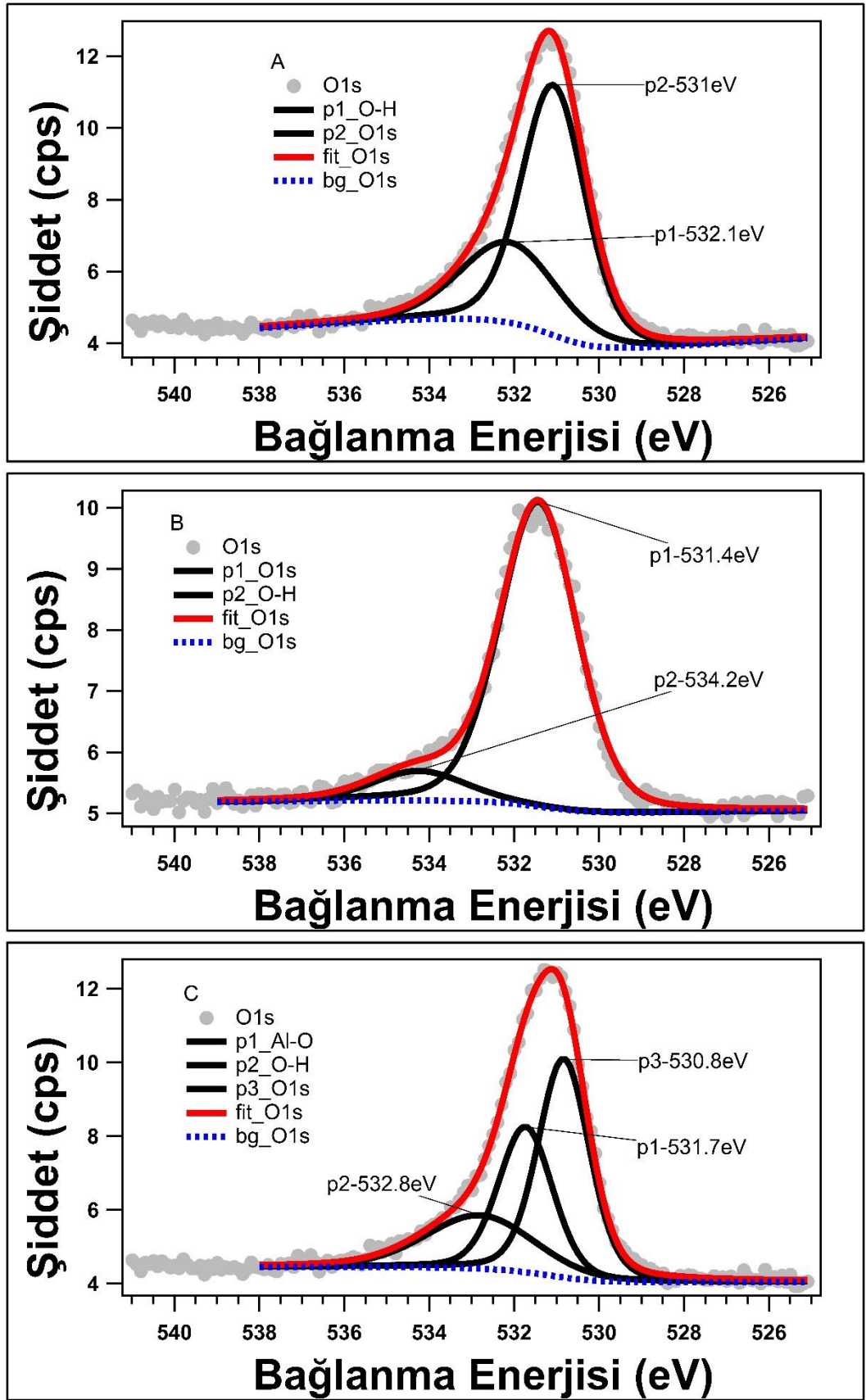


Şekil 3.5. XPS Analizi: 23 nm film kalınlığı ile A numunesi için (A), B için (B) ve C için (C) Al2p bölgesinin ayrıştırılmış XPS analizi

Şekil 3.5’de görülen tüm numunelerin Al spektrumlarının analizleri, metalik alüminyum ile ilişkili olan 72-72.2 eV’de bulunan Al2p3/2 pikini göstermektedir [29]. Örnek C’de, Al3+ (Al2O3) [29] ile ilişkilendirilebilen 74.7 eV’de ek bir tepe noktası gözlemlenmiştir. Bu aynı zamanda, Ti spektrumlarından anlaşılan numune C’nin yüzeyindeki pasif tabaka ile de ilişkilendirilebilir (Şekil 3.3(c)). Bu oksitlenme Şekil 3.7’deki O1s spektrumu incelendiğinde 531.7’de görülen Al-O pikiyle de desteklenmektedir. Örneklerin Ti ve Al spektrumları ile karşılaştırıldığında, örneklerin V spektrumlarının analizleri, Şekil 3.6(a), (b) ve (c)’de gösterildiği gibi bir vanadyum oksit oluşumunu göstermez. V spektrumlarının analizleri, tüm TiAlV ince film numuneleri için metalik Vanadyum ile ilgili olan 512.4 eV ve 520 eV’de bulunan V2p3/2 ve V2p1/2 tepe noktalarını ortaya koymaktadır.[29]



Şekil 3.6. XPS Analizi: 23 nm film kalınlığında, örnek A için (A) B için (B) ve C için (C) V2p1/2 ve V2p3/2 bölgelerinin ayrıştırılmış XPS analizi.



Şekil 3.7. 23 nm film kalınlığında, örnek A için (A) B için (B) ve C için (C) O1s bölgesinin ayrıştırılmış XPS analizi.

XPS spektrumlarının analizlerinden elde edilen numune A ve B'nin TiAlV ince film bileşimleri, metalik Al ve V yüzdelerinin Ti6Al4V hedef değerlerine yakın olduğunu göstermektedir. Vanadyum spektralarından da görüleceği üzere numunenin üst yüzeyinde oksit vanadyum tabakası görülmemektedir. Bileşik içerisinde Vanadyum metalik fazda kalmıştır. Metalik Ti yüzdesi, film yüzeyinde pasif titanyum oksit tabakası oluşumuna atfedilen hedef değerlerden daha düşüktür. Karşılaştırıldığında, TiAlV film yüzeyindeki pasif titanyum oksit ve alüminyum oksit tabakası ile ilişkilendirilebilen numune C için önemli ölçüde daha düşük metalik Ti ve Al yüzdesi bulunmuştur. Tablo-2.1'de gösterildiği gibi, A ve B numunelerindeki TiAlV ince filmleri düşük Ar akışında (2sccm) biriktirilir. Buna göre, bu çalışmada TiAlV filmlerin düşük Ar akışında (2 sccm) biriktirilmesinin, Ti6Al4V'ye yakın bileşime sahip TiAlV ince filmlerin üretimini desteklediği sonucuna varılabilir. XRD ile XPS sonuçları, bu çalışmada uygulanan biriktirme koşulları ile Ti6Al4V alaşım hedefinden TiAlV ince filmlerin üretilebileceğini ve biriktirme akışına ve gücüne bağlı olarak kübik ve altıgen yapılı TiAlV ince filmlerin elde edilebileceğini doğrulamaktadır.

3.2. Elektriksel Karakterizasyon

Tablo 2.1.'deki parametre ve kalınlıklarla üretilen ince filmlerin elektriksel karakterizasyonları FPP yöntemiyle yapılmıştır. C ve D grubundan üç numunenin elektriksel dirençlerinin ölçülemediği tespit edilmiştir. Tablo 3.2'deki tüm bu sonuçlar değerlendirildiğinde, metalik elektriksel direnç değerlerine göre TiAlV ince filmlerin üretimi için minimum film kalınlığı 6 nm olarak tespit edilmiştir. Üretilen numuneler arasında, B serisi numunelerinde Beta fazında kristallenen, 6 nm ve üzerinde homojen büyüyen ve metalik elektriksel direnç değerlerine sahip TiAlV filmlerin elde edildiği tespit edilmiştir.

Tablo 3.2. *TiAlV ince film üretim parametreleri, XRR tekniği ile ölçülen film kalınlıkları ve elektriksel direnç değerleri*

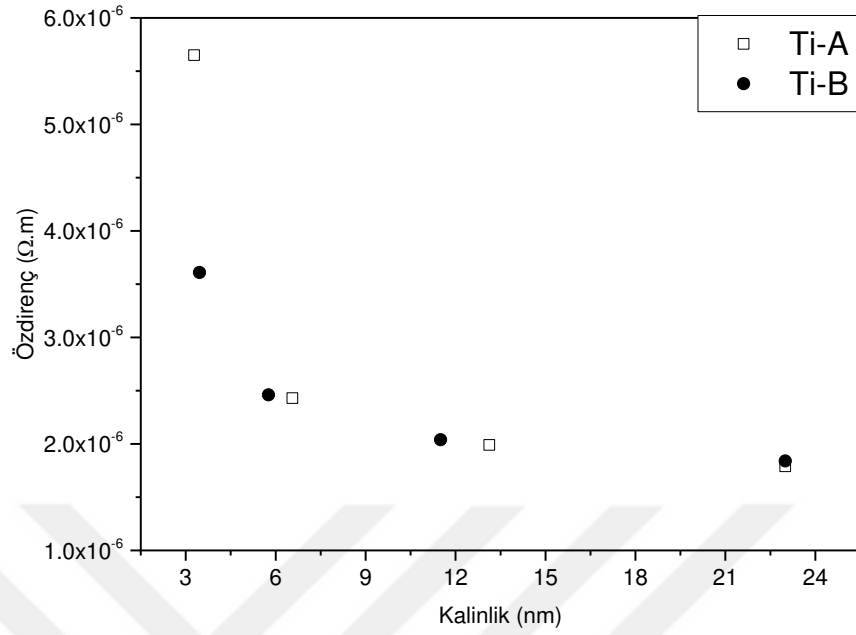
Grup Adı	Numune Adı	Ayarlanan kalınlık (nm)	Ölçülen Kalınlık (nm)	R (k Ω /sqr)	R Ölçüm hatası ($\pm$ k Ω)
A	Ti-1-0	2	1.3 $\pm$ 0.1	-	-
	Ti-2-0	3	1.9 $\pm$ 0.1	16.457	$\pm$ 0.494
	Ti-3-0	5	3.3 $\pm$ 0.1	1.718	$\pm$ 0.052
	Ti-4-0	10	6.6 $\pm$ 0.1	0.370	$\pm$ 0.011
	Ti-5-0	20	13.1 $\pm$ 0.1	0.139	$\pm$ 0.004
B	Ti-6-0	2	2.3 $\pm$ 0.1	3.439	$\pm$ 0.103
	Ti-7-0	3	3.5 $\pm$ 0.1	1.043	$\pm$ 0.031
	Ti-8-0	5	5.8 $\pm$ 0.1	0.427	$\pm$ 0.013
	Ti-9-0	10	11.5 $\pm$ 0.1	0.146	$\pm$ 0.004
	Ti-10-0	20	23.0 $\pm$ 0.1	0.064	$\pm$ 0.002
C	Ti-11-0	2	1.0 $\pm$ 0.1	462.840	$\pm$ 13.885
	Ti-12-0	3	-	-	-
	Ti-13-0	5	-	-	-
	Ti-14-0	10	5.1 $\pm$ 0.1	1.692	$\pm$ 0.051
	Ti-15-0	20	10.3 $\pm$ 0.1	0.517	$\pm$ 0.016
D	Ti-16-0	2	0.6 $\pm$ 0.1	72600	$\pm$ 2178
	Ti-17-0	3	0.9 $\pm$ 0.1	13400	$\pm$ 402
	Ti-18-0	5	-	-	-
	Ti-19-0	10	3.0 $\pm$ 0.1	2121.244	$\pm$ 63.637
	Ti-20-0	20	6.0 $\pm$ 0.1	6.332	$\pm$ 0.199

A, B,C ve D parametreleri ile üretilen filmlerin XRR tekniği ile biriktirme oranları belirlendikten sonra 4 farklı parametre ile Si <111> alttaş üstüne 23 nm kalınlığında 4 farklı numune parametrelerin elektriksel ve özelliklere etkisini inceleme amacı ile tekrardan büyütüldü. Tabela 3.3’te kalınlıktan bağımsız, aynı kalınlıkta TiAlV ince filmlerin üretim parametrelerine bağlı elektriksel direnç ölçümleri verilmiştir.

Tablo 3.3. *TiAlV ince film üretim parametreleri, XRR tekniği ile belirlenen film kalınlıkları ve elektriksel direnç değerleri.*

Grup Adı	W/ sccm	Numune Adı	Ayarlanan kalınlık (nm)	Ölçülen Kalınlık (nm)	Ölçülen kalınlık hata payı ($\pm$ nm)	Ölçüm Tarihi	R (k Ω)	R Tolerans %3 (k Ω)
A	40 / 2	Ti - A - 23	23	23	± 0.1	29.07.2021	0.066	± 0.00199
B	70 / 2	Ti - B - 23	23	23	± 0.1	29.07.2021	0.064	± 0.001924
C	70 / 8	Ti - C - 23	23	23	± 0.1	29.07.2021	0.186	± 0.00559
D	40 / 8	Ti - D - 23	23	23	± 0.1	29.07.2021	0.309	± 0.00928

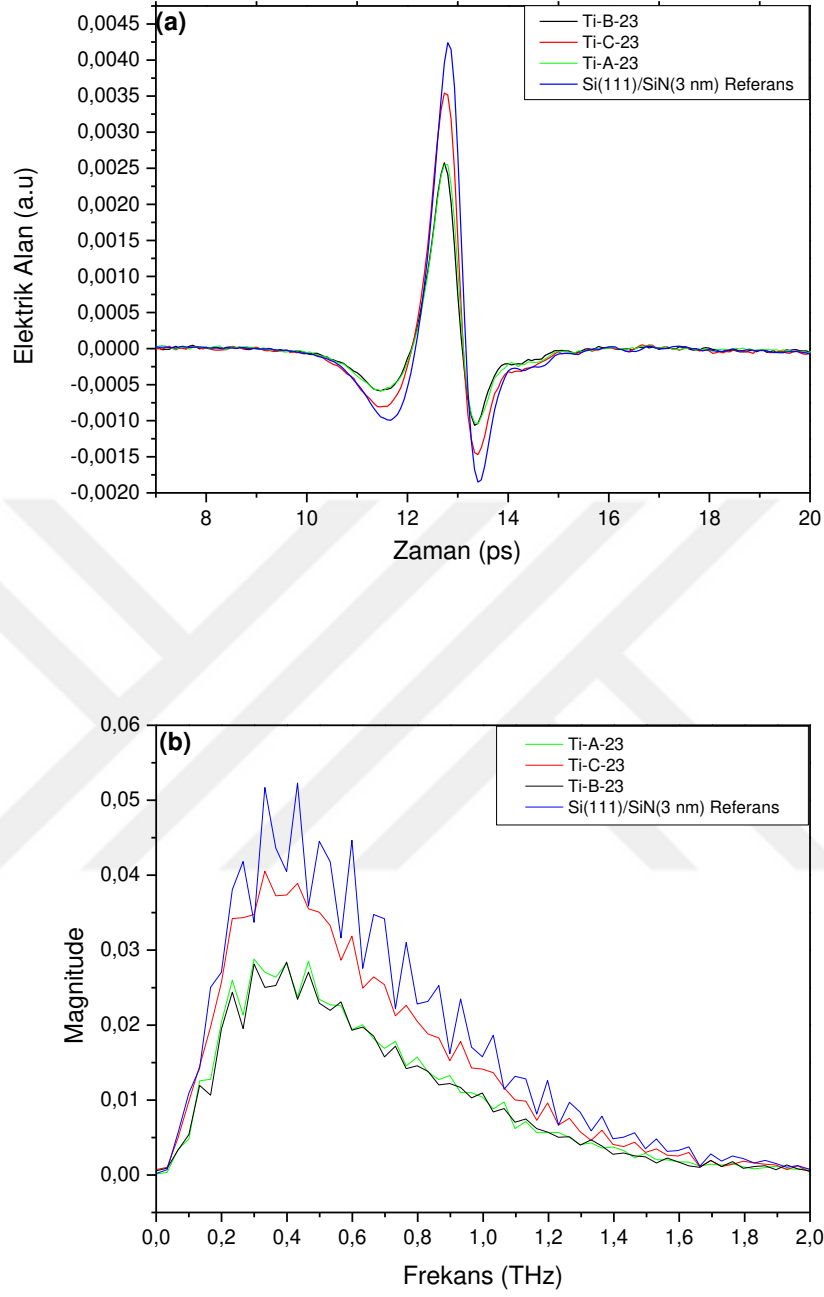
Elektrik özdirencinin film kalınlığı (t) ile değişimi sırasıyla A ve B numune setleri için Şekil 3.8'de gösterilmiştir. En düşük elektriksel özdirenç değerleri A ve B numune setlerinde elde edildiği için sadece A ve B numunelerinde kalınlığa bağlı özdirenç değişimi incelemesi yapıldı. Elektrik özdirenç değerlerinin değişim aralıkları Tablo-2'de verilmiştir. Tüm numuneler 3 – 23 nm kalınlık aralığında bir kalınlık bağımlılığı gösterse de, özdirenç değerleri farklı biriktirme parametreleri için oldukça farklıdır. En düşük değerler B numune setinde, B numune setine göre daha yüksek değerler A numune seti için gözlenmiştir. Özdirencin ölçülen değişiminde, numuneler için üç rejim ayırt edilebilir (A ve B): azalan film kalınlığı ile elektriksel özdirencin biraz arttığı, neredeyse yığın metalik özelliklere ($6 \text{ nm} < t < 23 \text{ nm}$) sahip iyi bir iletken bölge ve önemli ölçüde hızlı bir artışla nispeten zayıf bir iletken bölge ($t < 6 \text{ nm}$) gözlenmektedir. A ve B numunelerindeki özdirenç kalınlık ilişkisindeki güçlü artış, saf metal ince filmlerde bilinen yüzey ve tane sınırı saçılma etkilerine bağlanabilir.[31,32]



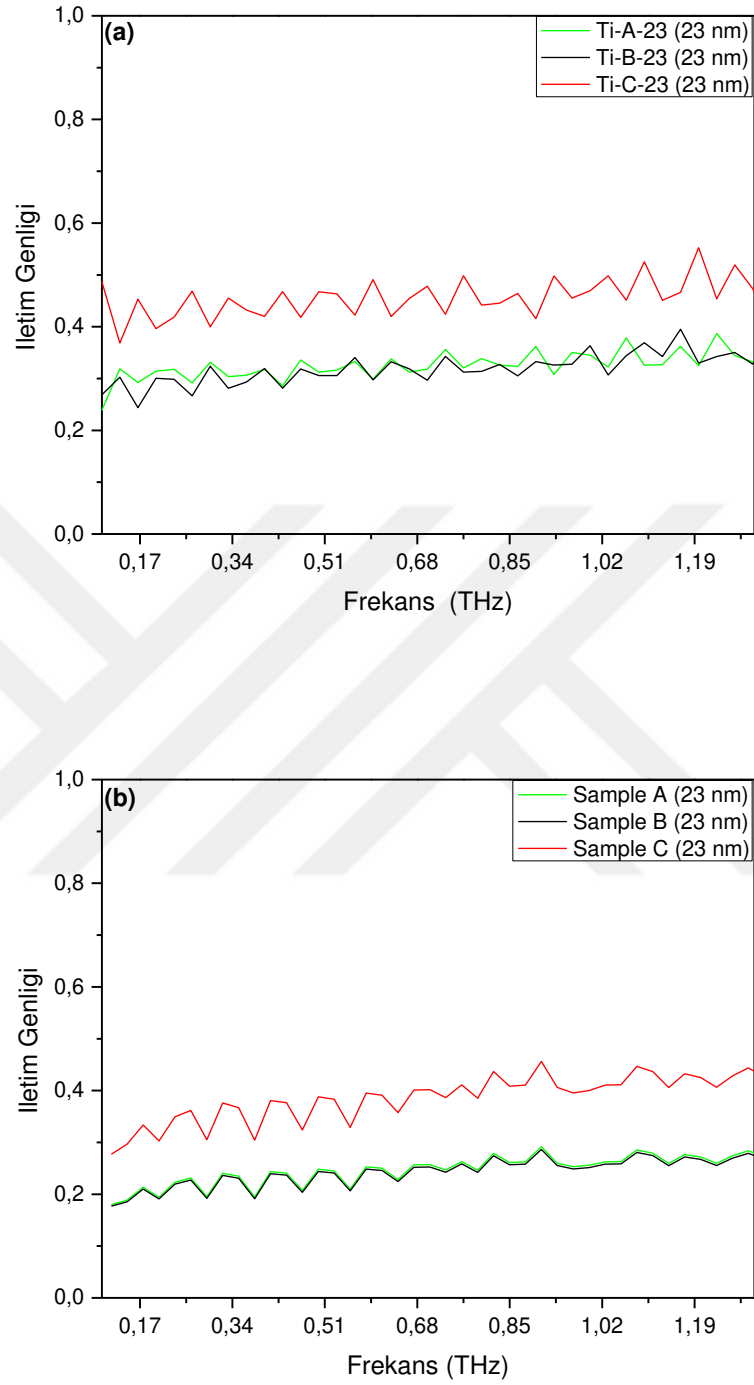
Şekil 3.8. A ve B grubu numunlerde film kalınlığına bağlı elektriksel özdirenç değerlerinin değişimleri.

3.3. Optik Karakterizasyon

İnce film numunesinden ve referans substrattan iletilen bir terahertz darbesinin ölçülen elektrik alanı, Şekil 3.9(a)'da bir örnek olarak verilmiştir. Hızlı Fourier dönüşümü ile elde edilen karşılık gelen frekans alanı spektrumları, Şekil 3.8(b)'de gösterilmektedir.



Şekil 3.9. Referans (mavi) ve 23 nm kalınlığında Ti-A-23(yeşil), Ti-B-23(siyah) ve Ti-C-23 (kırmızı) numunelerinin (a) Zamana dayalı THz darbe şekilleri ve (b) Frekansa bağlı elektrik alanı spektrumları



Şekil 3.10. 23 nm kalınlığındaki TiAlV ince filmleri için frekansa karşı genlik iletimi (a) deney ve (b) simülasyonu.

Şekil 3.10(a) ve (b), sırasıyla 23 nm kalınlığındaki TiAlV ince filmler için A, B ve C numunelerinin ölçülen ve simüle edilmiş frekansa bağlı THz iletim genliklerini göstermektedir.

Şekil 3.10(b)'deki simüle edilmiş THz iletim genlikleri, Şekil 3.10(a)'da gösterilen ölçülmüş THz iletim genlikleri ile iyi bir uyum gösterir. En yüksek iletim, yani en düşük THz absorpsiyonu numune C için gözlemlenirken, numune A ve B neredeyse benzer davranışı gösterir. Bu numuneler için elektriksel ince film özdirenç ölçümlerine dayalı olarak hesaplanan THz absorpsiyon katsayıları, absorpsiyonun frekansa bağlılığını yansıtan ve numune B'nin THz altı bölgede en yüksek absorpsiyona sahip olduğunu doğrulayan Şekil 3.11'de gösterilmektedir.

TiAlV düz katman ince filmlerin THz soğurucu özellikleri incelendi. Zamana dayalı ölçüm sistemleri ile alınan ölçümler literatürde benzer THz – Metal ince film geçiş çalışmalarını temel alarak aynı zamanda simüle edildi [33]. Bu çalışmada dielektrik substrat üzerinde üretilen bir metal ince tabakanın THz geçişi nasıl modellenir anlatılmaktadır. THz geçişi:

$$t = \frac{t_{12}t_{23}t_{34}\exp[i(2\pi hf/c)n_2]\exp[i(2\pi df/c)n_3]}{1 + r_{12}r_{23}\exp[2i(2\pi hf/c)n_2]} \quad (3.2)$$

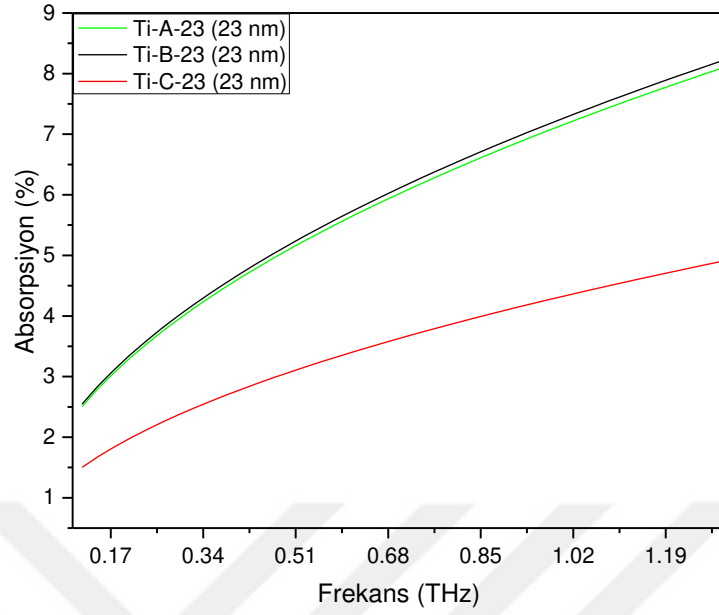
Burada t_{12} (hava (1)-ince metal film (2)), t_{23} (ince metal film(2)-substrat SiN+Si (3)), t_{34} (substrat SiN+Si (3) – hava (4)) ve r_{12} , r_{23} Fresnel geçiş katsayılarıdır. Metal ince filmlerin direnç değerleri Tablo-3.3'te verilmektedir. Buradan hesaplanacak iletkenlik ve frekansa (f) bağlı ince metal film kırılım indisi:

$$n_2 = (1 + i)\sqrt{\sigma/(4\pi\epsilon_0 f)} \quad (3.3)$$

olarak hesaplanabilir. THz elektrik alan soğurma katsayısı ise:

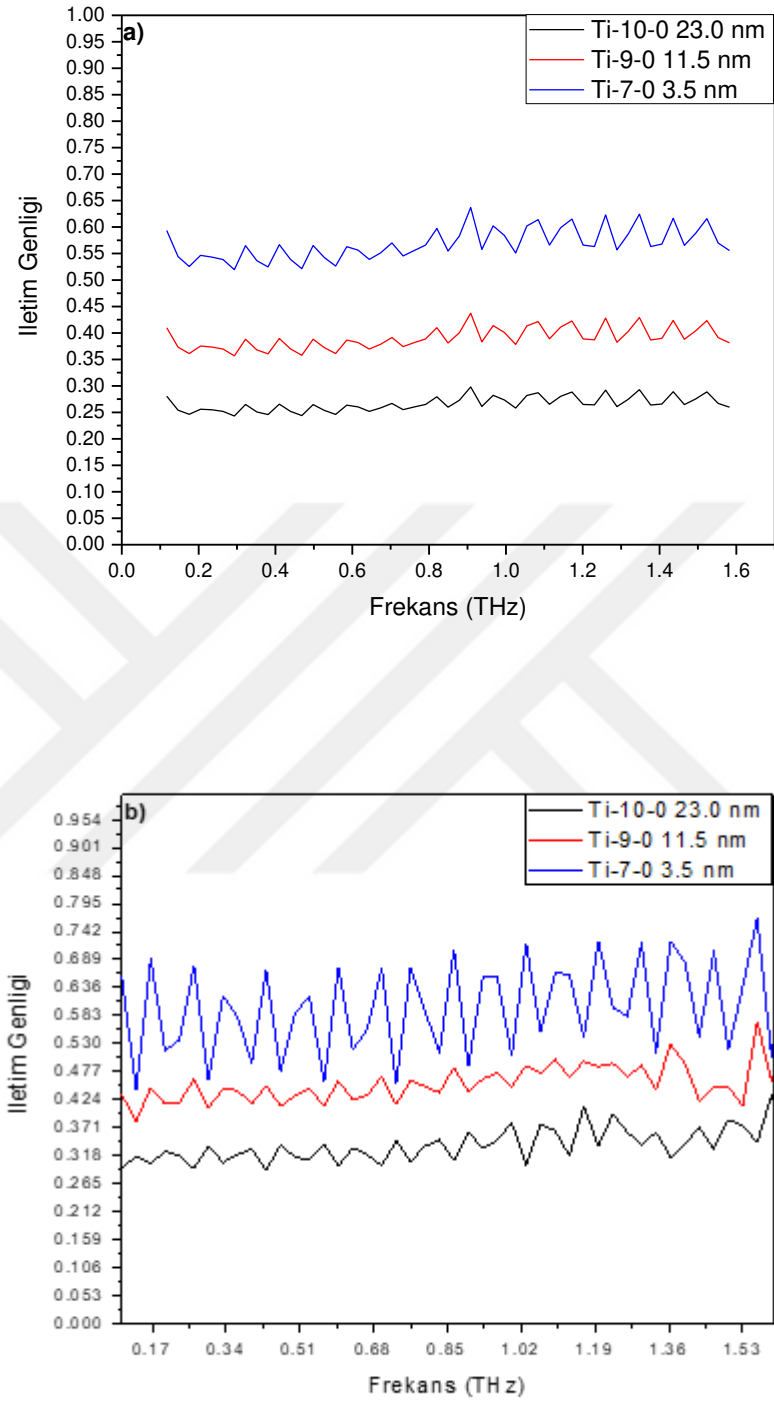
$$\alpha = \text{Im}(k) = (1/\delta) = \sqrt{\pi f \sigma \mu_0} \quad (3.4)$$

olarak hesaplanmaktadır. Bu numuneler için elektriksel ince film özdirenç ölçümlerine dayalı olarak hesaplanan THz absorpsiyon katsayıları, absorpsiyonun frekansa bağlılığını yansıtan ve B numunesinin 1-THz altı bölgede en yüksek absorpsiyona sahip olduğunu doğrulayan Şekil 3.11'de gösterilmektedir.

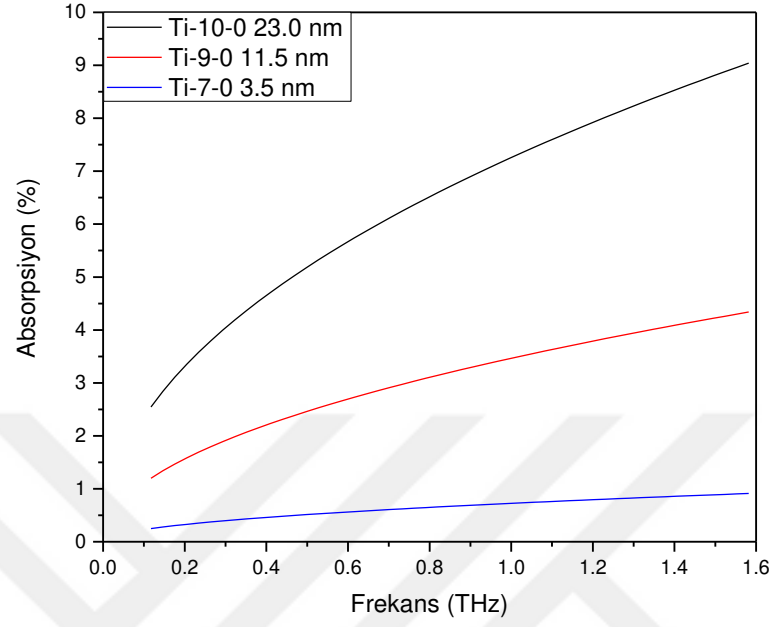


Şekil 3.11. *TiAlV ince filmlerin, denklem-3.2 kullanarak hesaplanan THz elektrik alan tek geçiş soğurumu; hesaplamada Tablo3-3'te verilen elektriksel direnç değerleri kullanılmıştır.*

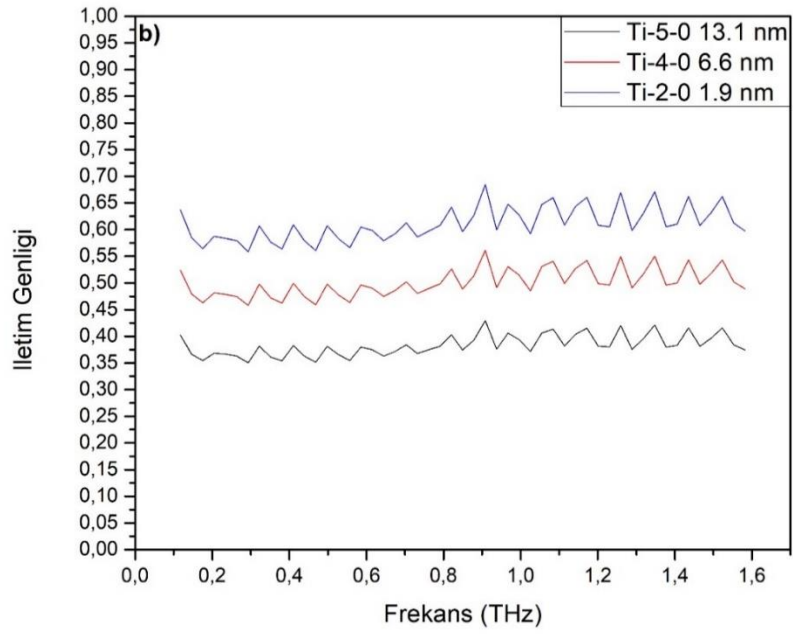
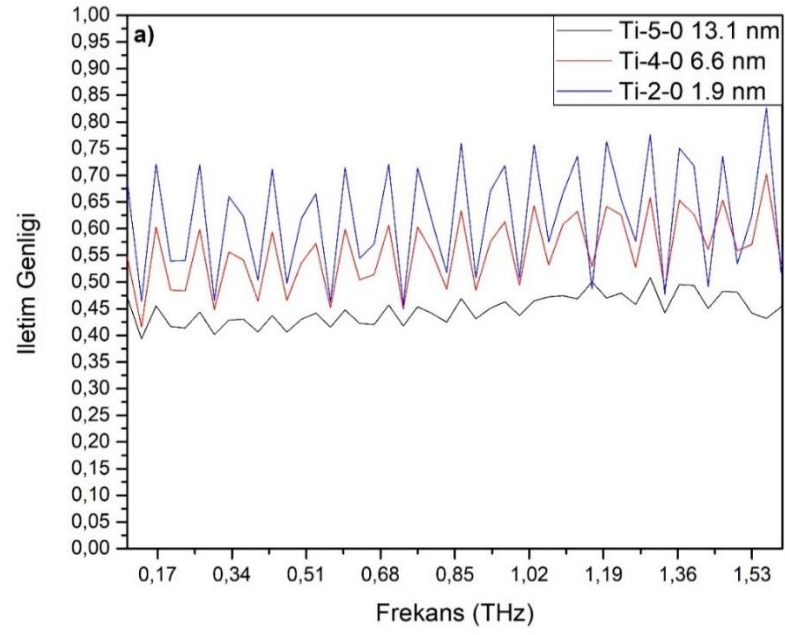
Yüksek THz absorpsiyonlu ince metal filmler, uygulamalarda kritik bir rol oynar. Bu nedenle, numune A, B, C ve D için THz iletim genliği ve absorpsiyonunun kalınlığa bağlılığı incelenmiştir. Şekil 3.12(a) ve (b), Şekil 3.14(a) ve (b), Şekil 3.16(a) ve (b), Şekil 3.18(a) ve (b) TiAlV film kalınlığına bağlı olarak ölçülen ve simüle edilmiş THz iletim genliklerini göstermektedir. Simülasyonlar ve ölçülen THz iletim amplitüdüleri arasında iyi bir uyum gözlenmiştir, bu da 3 – 23 nm kalınlık aralığındaki TiAlV ince filmlerin THz altı bölgesindeki frekans ve kalınlık bağımlılığını doğrular. Ayrıca, Şekil 3.13, Şekil 3.15, Şekil 3.17 ve Şekil 3.19'da gösterilen THz absorpsiyon katsayılarının film kalınlığına bağlı değişimi, artan TiAlV film kalınlığı ile artan THz absorpsiyonunu gösterir.



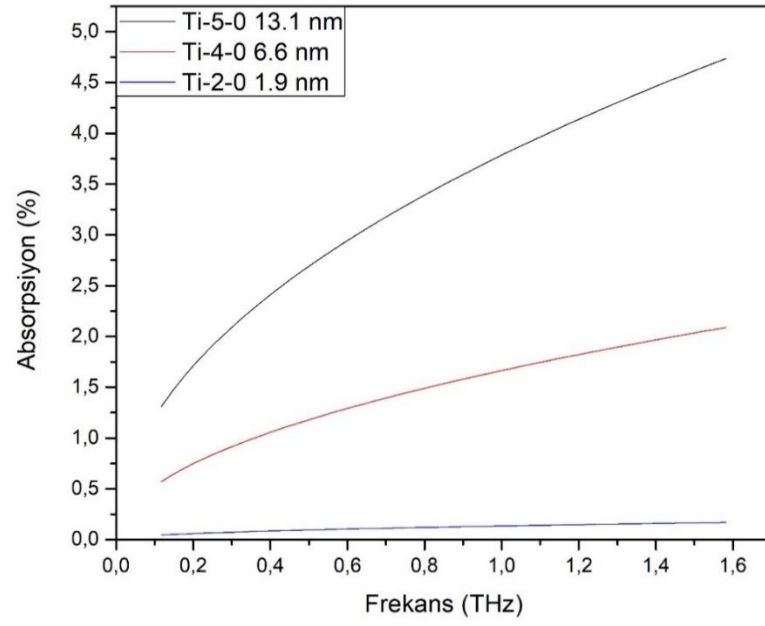
Şekil 3.12. Farklı kalınlıklardaki TiAlV ince filmleri için frekansa bağlı genlik iletimlerinin değişimi (a) deney ve (b) simülasyonu.



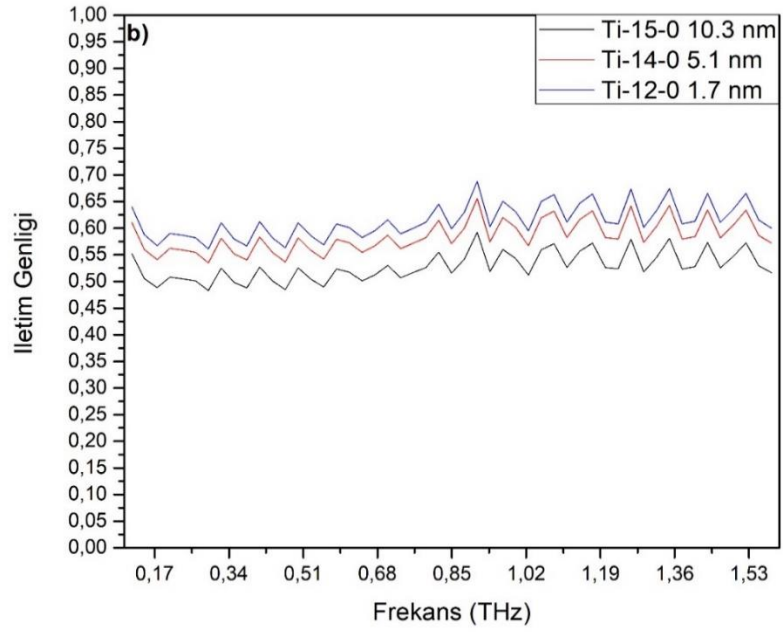
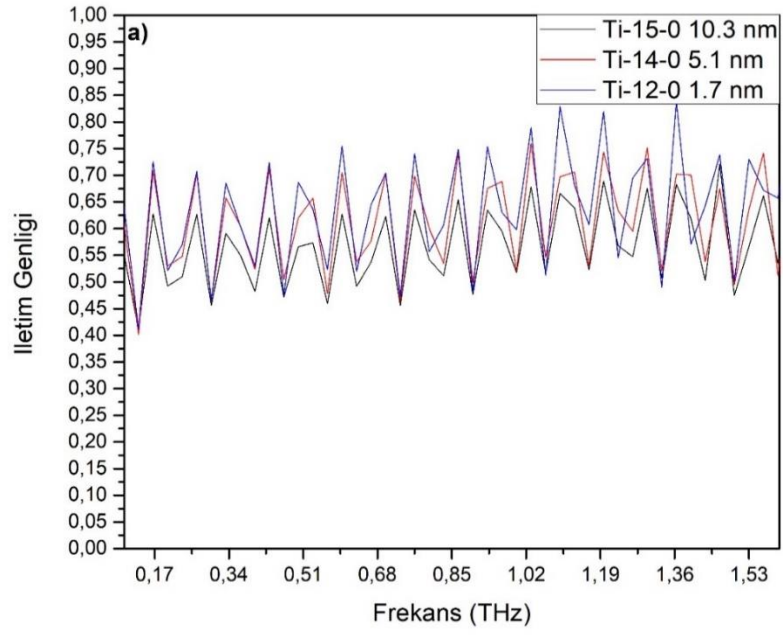
Şekil 3.13. *TiAlV* ince filmlerin, denklem-3.2 kullanarak hesaplanan THz elektrik alan tek geçiş soğurumu; hesaplamada Tablo3-3'te verilen elektriksel direnç değerleri kullanılmıştır.



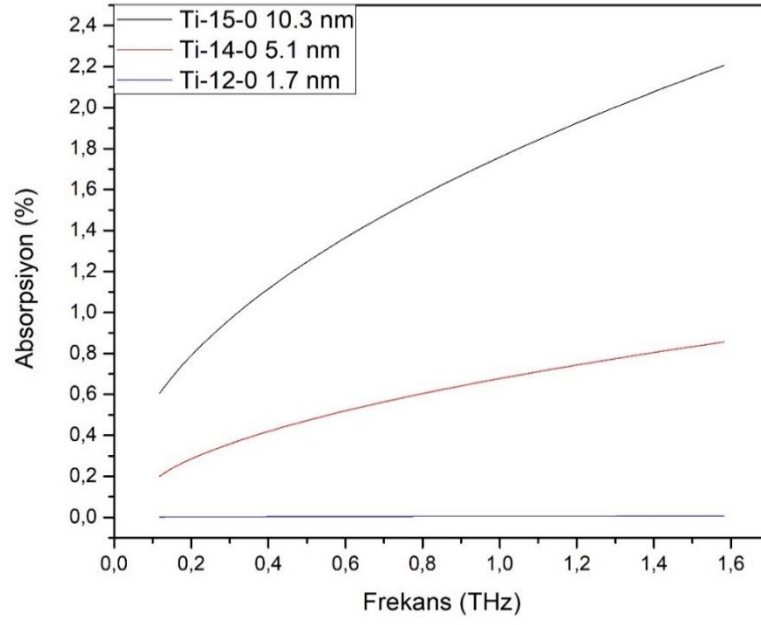
Şekil 3.14. A grubu TiAlN ince filmleri için frekansa bağlı genlik iletimlerinin değişimi (a) deney ve (b) simülasyonu.



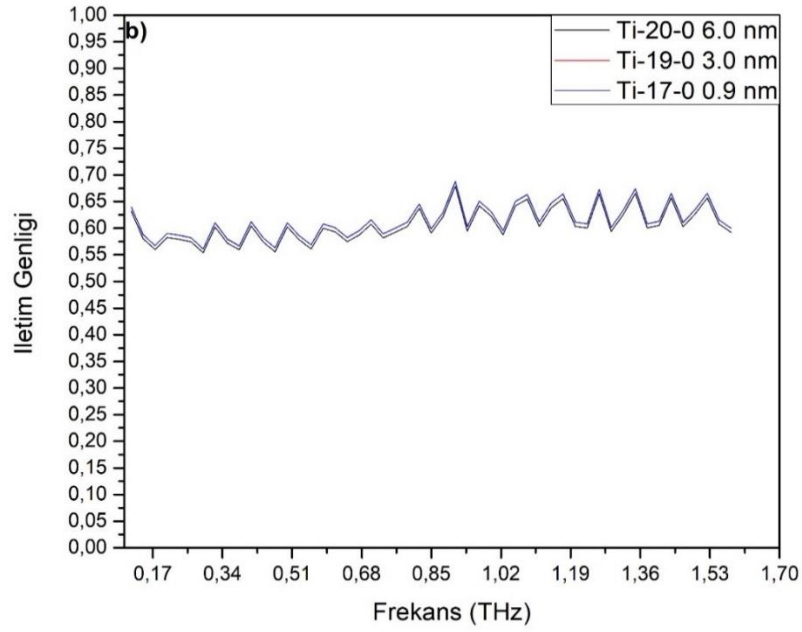
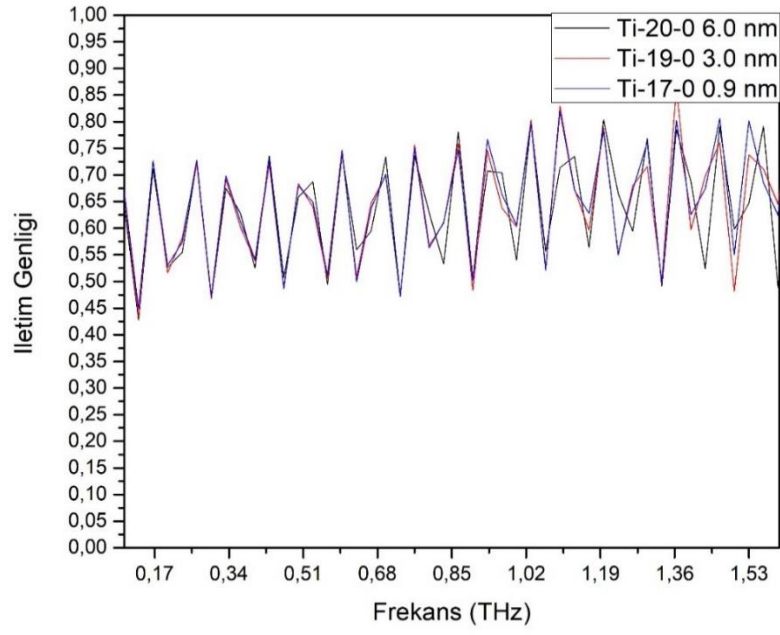
Şekil 3.15. A Grubu TiAlV ince filmlerin, denklem-3.2 kullanarak hesaplanan THz elektrik alan tek geçiş soğurumu; hesaplamda Tablo3-3'te verilen elektriksel direnç değerleri kullanılmıştır.



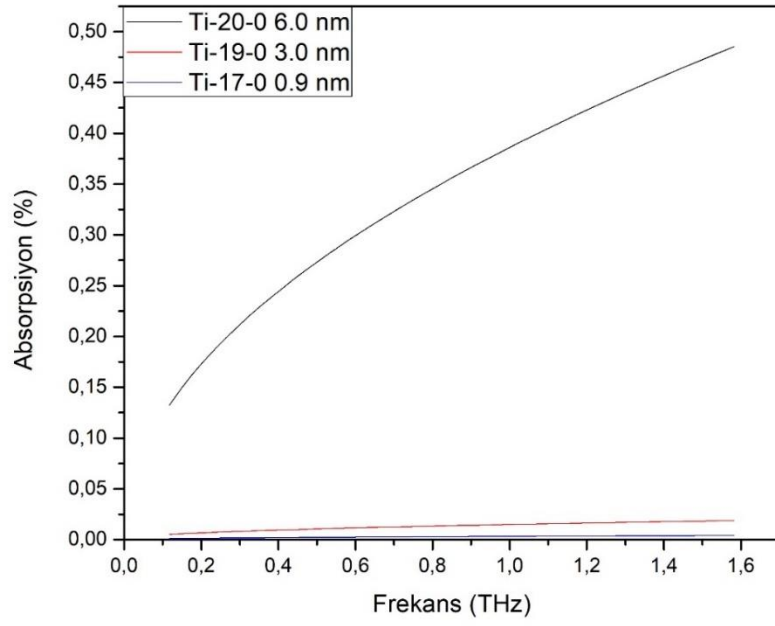
Şekil 3.16. C grubu TiAlV ince filmleri için frekansa bağlı genlik iletimlerinin değişimi (a) deney ve (b) simülasyonu.



Şekil 3.17. *C* TiAlV ince filmlerin, denklem-3.2 kullanarak hesaplanan THz elektrik alan tek geçiş soğurumu; hesaplamada Tablo3-3'te verilen elektriksel direnç değerleri kullanılmıştır.



Şekil 3.18. *D grubu TiAlV ince filmleri için frekansa bağlı genlik iletimlerinin değişimi (a) deney ve (b) simülasyonu.*



Şekil 3.19. D Grubu TiAlV ince filmlerin, denklem-3.2 kullanarak hesaplanan THz elektrik alan tek geçiş soğurumu; hesaplamada Tablo3-3'te verilen elektriksel direnç değerleri kullanılmıştır.

4. BULGULAR

Yapılan bu çalışma kapsamında ilk olarak TiAlV ince filmler, üretim parametreleri optimizasyonu yapıldıktan sonra Si, Si/SiO₂ ve Si/Si₃N₄ alttaşlar üzerine dengesiz DC magnetron sıçratma yöntemi ile büyütüldü. Filmlerin elektriksel karakterizasyonu için direnç (R), öz direnç (ρ), sıcaklığa bağlı elektriksel direnç ölçümleri gerçekleştirildi. Filmlerin yapısal karakterizasyonları X-Işını Kırınımı, Raman Spektroskopisi, X-Işını Fotolimnensans Spektroskopisi ve Taramalı Elektron Mikroskopisi yöntemleri kullanılarak gerçekleştirildi. Elde edilen TiAlV metal alaşımlı ince filmleri Si₃N₄ ile kaplanacak ve elde edilen TiAlV/Si₃N₄ metal dielektrik ara yüzeyinde Terahertz soğurma karakteristikleri Zamana Dayalı Terahertz Spektroskopisi yöntemi ile incelendi.

Elde edilen bulgular kapsamında, farklı parametrelerle büyütülen TiAlV ince filmlerde farklı kalınlıklarda tabaka direncinin bir fonksiyonu olarak gelen THz radyasyonunun kaybındaki eğilimin literatürle uyumlu olduğu görülmüştür. THz ölçümlerinde ortaya çıkan değerler, absorpsiyonun etkisini TiAlV katman kalınlığına bağlı olarak değişen bir fonksiyon olduğunu gösterdi. Ayrıca numunelerin deneysel THz ölçümlerinin simülasyon sonuçlarıyla uyumlu olduğu görüldü.

Bu sonuçlar, TiAlV ince filmlerin biriktirme koşullarına bağlı olarak anizotropik ve eş eksenli büyümeye sahip olarak üretilebileceğini göstermektedir. Farklı biriktirme parametrelerine ve kristal yapıya sahip tüm TiAlV ince filmleri için, kalınlık-öz direnç bağımlılığında perkolasyon geçişleri gözlemlenmiştir. THz absorpsiyonunun, özellikle 6 nm'lik perkolasyon sınırının altında, film kalınlığına ve frekansına bağımlılığı TiAlV ince filmlerdeki büyüme modundan etkilenir. Kübik yapıya ve daha düşük dislokasyon yoğunluğuna sahip anizotropik büyütülmüş TiAlV ince filmi, THz altı bölgede en yüksek THz absorpsiyonunu ve en yüksek elektriksel iletkenliği gösterir. Sonuçlar, TiAlV ince filmlerinde büyüme modu, yapı, elektrik iletimi ve THz absorpsiyon özellikleri arasında önemli bir korelasyon olduğunu ve ayrıca THz detektörü ve plazmonik sensörlere uygulanabilen nano ölçekli TiAlV ince filmlerinin üretimi için çıkarımları göstermektedir.

KAYNAKÇA

- [1] S. Nair, A. Dutta, R. Narayanan, A. Giridharan, Investigation on EDM machining of Ti6Al4V with negative polarity brass electrode, *Mater. Manuf. Process.* 34 (2019) 1824–1831. <https://doi.org/10.1080/10426914.2019.1675891>.
- [2] R. Pederson, Microstructure and phase transformation of Ti-6Al-4V, PhD thesis, Lulea university of technology, Sweden, PhD Diss. Lulea Univeristy Technol. (2002).
- [3] P. Fonda, Z. Wang, K. Yamazaki, Y. Akutsu, A fundamental study on Ti-6Al-4V's thermal and electrical properties and their relation to EDM productivity, *J. Mater. Process. Technol.* 202 (2008) 583–589. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.09.060>.
- [4] D.X. Zhou, E.P.J. Parrott, D.J. Paul, J.A. Zeitler, Determination of complex refractive index of thin metal films from terahertz time-domain spectroscopy, *J. Appl. Phys.* 104 (2008). <https://doi.org/10.1063/1.2970161>.
- [5] N. Nemoto, N. Kanda, R. Imai, K. Konishi, M. Miyoshi, S. Kurashina, T. Sasaki, N. Oda, M. Kuwata-Gonokami, High-Sensitivity and Broadband, Real-Time Terahertz Camera Incorporating a Micro-Bolometer Array with Resonant Cavity Structure, *IEEE Trans. Terahertz Sci. Technol.* 6 (2016) 175–182. <https://doi.org/10.1109/TTHZ.2015.2508010>.
- [6] J. Gou, Y. Jiang, J. Wang, Terahertz absorption characteristics of nickel-chromium film in a microbolometer focal plane array, *Micro Nano Lett.* 9 (2014) 215–217. <https://doi.org/10.1049/mnl.2013.0711>.
- [7] Y. Yang, A. Shutler, D. Grischkowsky, Long tube precise THz-TDS measurement of the transmission of the atmosphere from 0.2 to 2 THz, *Opt. InfoBase Conf. Pap.* 19 (2011) 8830–8838.
- [8] W. Ghann, J. Uddin, Terahertz Spectroscopy - A Cutting Edge Technology, in: *Terahertz Spectrosc. - A Cut. Edge Technol.*, 2017: pp. 3–20. <https://doi.org/10.5772/62805>.
- [9] B. Atik, Investigation of TiAlV as absorber and WO₃-VxOy as active material for terahertz microbolometers, Master of Science Thesis, Middle East Technical University, 2022.
- [10] J.A. Venables, G.D.T. Spiller, M. Hanbucken, Nucleation and growth of thin films, *Reports Prog. Phys.* 47 (1984) 399–459. <https://doi.org/10.1088/0034-4885/47/4/002>.
- [11] D.M. Mattox, *Physical Sputtering and Sputter Deposition (Sputtering)*, 2010. <https://doi.org/10.1016/b978-0-8155-2037-5.00007-1>.
- [12] M. Ohring, *Plasma and Ion Beam Processing of Thin Films*, *Mater. Sci. Thin Film.* (2002) 203–275. <https://doi.org/10.1016/b978-012524975-1/50008-2>.
- [13] A. Bendjerad, S. Boukhtache, A. Benhaya, D. Luneau, S. El Hak Abaidia, K. Benyahia, Modeling of magnetic properties of iron thin films deposited by RF

- magnetron sputtering using preisach model, Serbian J. Electr. Eng. 13 (2016) 229–238. <https://doi.org/10.2298/SJEE1602229B>.
- [14] B. Window, N. Savvides, Unbalanced dc magnetrons as sources of high ion fluxes, J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film. 4 (1986) 453–456. <https://doi.org/10.1116/1.573904>.
 - [15] B. Window, N. Savvides, Charged particle fluxes from planar magnetron sputtering sources, J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film. 4 (1986) 196–202. <https://doi.org/10.1116/1.573470>.
 - [16] N. Savvides, B. Window, Unbalanced magnetron ion-assisted deposition and property modification of thin films, J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film. 4 (1986) 504–508. <https://doi.org/10.1116/1.573869>.
 - [17] P.J. Kelly, R.D. Arnell, Magnetron sputtering: A review of recent developments and applications, Vacuum. 56 (2000) 159–172. [https://doi.org/10.1016/S0042-207X\(99\)00189-X](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(99)00189-X).
 - [18] J. A. Thornton, High rate thick film growth, Annu. Rev. Mater. Sci. 7 (1977) 239.
 - [19] J. Boltz, Sputtered tin oxide and titanium oxide thin films as alternative transparent conductive oxides, 2011.
 - [20] A.M. YAĞCI, Nano Ölçekli Vanadyum Oksit İnce Filmlerde Elektriksel Özelliklerinin Ve 1/F Gürültüsünün Karakterizasyonu, 2016.
 - [21] H. Bubert, H. Jenett, Surface and Thin Film Analysis, 2002. <https://doi.org/10.1002/3527600167>.
 - [22] G. Greczynski, L. Hultman, X-ray photoelectron spectroscopy: Towards reliable binding energy referencing, Elsevier, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100591>.
 - [23] C.A. Schmuttenmaer, Exploring dynamics in the far-infrared with terahertz spectroscopy, Chem. Rev. 104 (2004) 1759–1779. <https://doi.org/10.1021/cr020685g>.
 - [24] T. Overview, The Terahertz Wave eBook Fundamentals of Terahertz Wave, Electronics. (2012).
 - [25] H. Uçar, Journal of Naval Science and Engineering, Radar Cross Section Reduction, 9 (2013) 72–87.
 - [26] X. Xin, H. Altan, A. Saint, D. Matten, R.R. Alfano, Terahertz absorption spectrum of para and ortho water vapors at different humidities at room temperature, J. Appl. Phys. 100 (2006) 2–5. <https://doi.org/10.1063/1.2357412>.
 - [27] Y.S. Aytekin, M. Köktürk, A. Zaczek, T.M. Korter, E.J. Heilweil, O. Esenturk, Optical properties of Meloxicam in the far-infrared spectral region, Chem. Phys. 512 (2018) 36–43. <https://doi.org/10.1016/j.chemphys.2018.04.022>.
 - [28] J.W. Elmer, T.A. Palmer, S.S. Babu, E.D. Specht, In situ observations of lattice expansion and transformation rates of α and β phases in Ti-6Al-4V, Mater. Sci. Eng. A. 391 (2005) 104–113. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.08.084>.

- [29] M. Ask, J. Lausmaa, B. Kasemo, Preparation and surface spectroscopic characterization of oxide films on Ti6Al4V, *Appl. Surf. Sci.* 35 (1989) 283–301. [https://doi.org/10.1016/0169-4332\(89\)90013-5](https://doi.org/10.1016/0169-4332(89)90013-5).
- [30] M. Hierro-Oliva, A.M. Gallardo-Moreno, M.L. González-Martín, XPS Analysis of Ti6Al4V Oxidation Under UHV Conditions, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 45 (2014) 6285–6290. <https://doi.org/10.1007/s11661-014-2570-0>.
- [31] W. Zhang, S.H. Brongersma, O. Richard, B. Brijs, R. Palmans, L. Froyen, K. Maex, Influence of the electron mean free path on the resistivity of thin metal films, *Microelectron. Eng.* 76 (2004) 146–152. <https://doi.org/10.1016/j.mee.2004.07.041>.
- [32] A.E. Yarimbiyik, H.A. Schafft, R.A. Allen, M.E. Zaghloul, D.L. Blackburn, Modeling and simulation of resistivity of nanometer scale copper, *Microelectron. Reliab.* 46 (2006) 1050–1057. <https://doi.org/10.1016/j.microrel.2005.09.004>.
- [33] N. Laman, D. Grischkowsky, Terahertz conductivity of thin metal films, *Appl. Phys. Lett.* 93 (2008) 1–4. <https://doi.org/10.1063/1.2968308>.

ÖZGEÇMİŞ

ORCID NO: 0000-0002-4533-6208

Ad Soyad : YASİN BAYRAM

Yabancı Dil : İNGİLİZCE C1

Eğitim ve Mesleki Geçmişi:

- Lisans, 2015-2020, Eskişehir Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendsiliği
- Yüksek Lisans, 2020, Eskişehir Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendsiliği Anabilim Dalı
- 2022, Araştırmacı, Türkiye Şişe ve Cam Fabrikaları A.Ş., Vakum Kaplama Teknolojileri Müdürlüğü

Yayınları ve/veya Bilimsel/Sanatsal Faaliyetleri:

- Oksuzoglu R.M., Altan H., Abdusselamoglu M.S., Ozkan O.B., Bayram Y. & Chakar E.S. (2023). Optical Materials. 135.