

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TlGaSe₂ ve TlInS₂
KATMANLI KRİSTALLERİNİN
DOĞAL KUSURLARININ
ULTRASONİK SES HIZI YÖNTEMİYLE
İNCELENMESİ

CAFER KIRBAŞ
DOKTORA TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

GEBZE
2020

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TlGaSe₂ ve TlInS₂
KATMANLI KRİSTALLERİNİN
DOĞAL KUSURLARININ
ULTRASONİK SES HIZI YÖNTEMİYLE
İNCELENMESİ

CAFER KIRBAŞ
DOKTORA TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
PROF. DR. MİRHASAN SEYİTSOY

GEBZE
2020

T.C.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

INVESTIGATION OF NATIVE DEFECTS OF
TlGaSe₂ AND TlInS₂ LAYERED CRYSTALS
BY ULTRASONICS VELOCITY
MEASUREMENTS

CAFER KIRBAŞ
A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
DOCTORA PHILOSPHY
DEPARTMENT OF PYSICS

THESIS SUPERVISOR
PROF. DR. MİRHASAN SEYİTSOY

GEBZE
2020

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 23/01/2020 tarih ve 2020/05 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 14/02/2020 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Cafer KIRBAŞ'ın tez çalışması Fizik Anabilim Dalında DOKTORA tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI)

: Prof. Dr. MirHasan SEYİTSOY

M. Seyitsoy

ÜYE : Prof. Dr. Savaş BERBER

Savaş Berber

ÜYE : Prof. Dr. Kemal ÖZDOĞAN

Kemal Özdoğan

ÜYE : Prof. Dr. Faik MİKAİLZADE

Faik Mikailzade

ÜYE : Prof. Dr. Sait Eren SAN

Sait Eren San

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

ÖZET

Bu tez çalışmasında katmanlı TlInS_2 ve TlGaSe_2 ferroelektrik yarıiletken kristallerinin elastik sabitleri, kristallerin paraelektrik fazdan düzensiz faza geçiş (T_i) ve düzensiz fazdan düzenli ferroelektrik faza geçiş (T_c) sıcaklık bölgesini kapsayan $\sim 90 - 300$ K sıcaklık aralığında, darbe yankı çakışması yöntemi kullanılarak ultrasonik ses hızı ölçümleriyle incelenmiş ve kristaller üzerine dış etkiler uygulayarak kristaller içerisindeki doğal düzey kusurların davranışları araştırılmıştır. Tezin ilk aşamasında, darbe yankı çakışması yöntemiyle katılarda ultrasonik ses hızının ölçülebilmesi için azot sıcaklıklarında çalışabilecek ölçüm sistemi kurulumu gerçekleştirildi. Tezin ikinci aşamasında, kurulan ölçüm sistemiyle kristaller üzerine katmanlara dik yönde uygulanan, kristal içerisinde C_{33} elastik sabitinin değişimine karşılık gelen boyuna ve kristal içerisinde C_{44} elastik sabitinin değişimine karşılık gelen enine ses dalgalarının ses hızı üzerinde özellikle T_i ve T_c sıcaklık bölgelerindeki davranışları araştırılmıştır. Monoklinik yapıda olan TlInS_2 ve TlGaSe_2 kristaller üzerine elektrik alan, ışık ve hafıza etkileri uygulanarak kristaller içerisindeki ses hızındaki değişimleri anlamaya çalışılmıştır. Işık Uyarımlı Akım Geçiş Spektroskopisi yöntemi ile TlInS_2 kristalinin derin düzey tuzak parametreleri belirlenmiştir. TlInS_2 kristali üzerinde elde deney sonuçları Landau Teorisi temelinde matematiksel olarak modellenmiş ve TlInS_2 kristali üzerine uygulanan elektrik alan, ışık ve hafıza etkisi uyarımları sonucunda kristal içerisinde latis yapısında bulunan bozukluklar ve derin düzey kusurların etkilenmeleri üzerindeki bağlantılar açıklanmaya çalışılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Katmanlı Yarıiletkenler, Ultrasonik Ses Hızı Ölçümü, Pulse Echo Overlap, Derin Düzey Kusurlar.

SUMMARY

A detailed ultrasonic study of the elastic properties of TlInS_2 and TlGaSe_2 layered crystals has been made by using the pulse echo overlap technique in the temperature range $\sim 90 - 300$ K including the well - known structural phase transition at T_i from paraelectric to incommensurate (INC) phase and near T_c from INC to commensurate (C) ferroelectric phase. At the first stage of thesis, the measurement setup for the speed of ultrasonic sound wave in solid materials was established by pulse echo overlap method at cryogenic liquid nitrogen temperature. At the second stage, longitudinal and shear elastic waves corresponding to C_{33} and C_{44} elastic constants of TlInS_2 respectively, and propagating along the axis perpendicular to the layers and polarized in different directions at both T_i and T_c phase transition points were worked out. The influence of external electric field, the light illumination and the memory effect on the acoustic properties of TlInS_2 monoclinic crystal were investigated. Native Deep Level Traps of TlInS_2 were studied and revealed by using Photoinduced Current Spectroscopy. The experimental results on TlInS_2 in the frame of the Landau phase transition theory which is based on the assumption influence deep level defects and crystal native imperfections activated under light excitation and the memory effect condition on structural transition in TlInS_2 layered crystal at T_c was determined and discussed.

Keywords: Layered Semiconductors, Ultrasonic Velocity Measurement, Pulse Echo Overlap, Native Deep Levels.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın başlamasına vesile olan ve tez boyunca eşsiz desteklerini, değerli yorumlarını esirgemeyen, fikirleri ile beni yönlendiren ve tez başlangıcındaki Tez Danışmanım olan değerli bilim insanı Sayın Prof. Dr. Rauf SÜLEYMANLI'ya sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum. Fakat ne kadar üzücüdür ki bu tez tamamlanamadan ebediyete intikal etmiştir. Kıymetli Hocam'a Cenabı Allah'tan rahmetiyle muamele etmesini ve kabrinin ahirete kadar cennet bahçesi içerisinde olmasını niyaz ediyorum.

Tez çalışmasında çok büyük emeği olan, deney düzeneğinin kurulmasında büyük katkılar sunan, yapılacak ölçümlerle ilgili sürekli beni yönlendiren, değerli bilgi ve düşünceleriyle çalışma boyunca sürekli katkı ve sohbetleriyle moral veren ve değerli bir bilim insanı olan Tez Danışmanım Sayın Prof. Dr. MirHasan SEYİTSOY'a;

Tez süresince bilimsel sohbetleriyle bana destek veren, değerli arkadaşım ve meslektaşım Dr. Mehmet ÇELİK'e;

Tez çalışması boyunca beni destekleyen, uzun süren tez süresi boyunca sabrını esirgemeyen ve dualarını hiçbir zaman esirgemeyen Eşim Hülya'ya, Kızlarım H. Merve ve Elif Nur'a ve Oğlum Muhammed Eymen'e;

Tez çalışması, Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu, Ulusal Metroloji Enstitüsü'nün "Katı Malzemeler İçerisinde Ses Hızı Ölçüm Sisteminin Kurulması" proje başlıklı iç proje desteği ile gerçekleştirilmiştir. Proje desteğinden dolayı TÜBİTAK UME Kurumu'na sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	xii
ŞEKİLLER DİZİNİ	xvi
TABLolar DİZİNİ	xx

1. GİRİŞ	1
1.1. TlGaSe ₂ ve TlInS ₂ Katmanlı Ferroelektrik Kristaller	2
1.2. Tezin Amacı	3
1.3. Tez İçeriği Hakkında Bilgi	5
2. TEMEL LİTERATÜR BİLGİSİ	7
2.1. Katmanlı Kristaller	7
2.2. TlGaSe ₂ ve TlInS ₂ Kristallerin Yapısı	8
2.3. TlGaSe ₂ ve TlInS ₂ Kristallerin Üretimi	10
2.4. TlGaSe ₂ ve TlInS ₂ Kristallerin Özellikleri	12
2.4.1. TlGaSe ₂ Kristalleri	14
2.4.2. TlInS ₂ Kristalleri	14
2.5. TlInS ₂ Kristali İçerisindeki Kusurlar	15
2.6. TlGaSe ₂ ve TlInS ₂ Kristallerindeki Hafıza Etkisi	17
2.7. Katılarda Elastiklik	17
2.7.1. Katılar İçerisinde Elastik Sabitler ve Ses Hızı Arasındaki İlişkinin Türetilmesi	17
2.7.2. Elastik Sabitlerin Ses Hızı Ölçümleri Üzerinden Belirlenmesinde Kullanılan Yöntemler	24
2.7.2.1. Darbe Yöntemleri	25
2.7.2.1.1. Darbeleri Üst Üste Çakıştırma Yöntemi	28
2.7.2.1.2. Faz Karşılaştırma Yöntemi	28
2.7.2.1.3. “Sign Around” Yöntemi	29

2.7.2.1.4. Uzun Darbe Sinyali Yöntemi	29
2.7.2.1.5. Darbe Yankı Çakışması Yöntemi	30
2.7.2.2. Sürekli Sinyaller Kullanılarak Rezonans Yöntemleri	33
2.7.2.2.1. Sürekli Dalga	33
2.7.2.2.2. Kompozit Osilatör (Composite Oscillator) Yöntemi	33
2.7.2.2.3. Rezonans Ultrasonik Spektroskopisi	34
2.8. Kristal Kusurları	35
2.8.1. Noktasal (Point) Kusurlar	36
2.8.2. Çizgisel (Line) Kusurlar	37
2.8.3. Hacimsel (Volume) Kusurlar	37
2.8.4. Kusurların Kristalin Elektronik Özellikleri Üzerine Olan Etkileri	38
2.8.5. Yarıiletkenlerde Sığ ve Derin Kusurlar (Shallow and Deep Defects)	40
2.8.6. Kusurların Belirlenmesinde Kullanılan Yöntemler	44
2.8.6.1. Işıma (Luminescence) ve Optik Yutum Yöntemleri	45
2.8.6.2. Kapasitans Ölçüm Yöntemleri	45
2.8.6.3. Işık Uyarımlı Akım Geçiş Spektroskopisi Yöntemi	46
3. DENEYSEL YÖNTEM	51
3.1. Işık Uyarımlı Akım Geçiş Spektroskopisi Yöntemi Deneyi	51
3.2. Ultrasonik Ses Hızı Deney Düzenekleri	55
3.2.1. Yarıiletkenler İçerisinde PEO Yöntemi Kullanılarak Ses Hızı Ölçüm Düzenekleri	56
3.2.2. Ölçümlerde Kullanılan Ultrasonik Sensörler	59
3.2.3. Ölçüm Sisteminde Kullanılmak Üzere Frekans Bölücü Devre İmalatı	60
3.2.4. Verilerin Sayısal Olarak Bilgisayara Aktarılması ve Ölçümlerin Otomasyonu	61
3.2.5. Ölçüm Sisteminin Doğrulaması ve Belirsizlik Bütçesinin Oluşturulması	62
3.2.6. Kriyojenik Sıcaklıklarda Ses Hızındaki Değişimlerin Ölçülmesi	63
3.3. Deneylerde Kullanılan Numunelerin Soğutulması ve Isıtılması	65

3.3.1. Numunenin Ölçüm Sistemine Yerleştirilmesi	65
3.3.2. Ölçümlerin Gerçekleştirilmesi	67
3.4. Deneyde Kullanılan Ölçüm Cihazları	68
3.4.1. Darbe Üretici ve Algılayıcı Cihazı	70
3.4.2. Sayısallaştırıcı (National Instrument Model PXI 5124 Digitizer)	72
3.4.3. Sayısal Osiloskop (Keysight Invision Model DSOX3104T)	73
3.4.4. Yüksek Gerilim Kaynağı (SRS PS350)	74
3.4.5. Sıcaklık Kontrol Birimi (Lakeshore 336)	76
3.4.6. Sayısal Geciktirici ve Darbe Üretici	78
3.4.7. Sinyal Üretici (33220A Function / Arbitrary Waveform Generator)	79
3.4.8. Vakum Pompası	79
3.4.9. Sıvı Azot Tankı	80
4. TlInS ₂ KRİSTALİ İÇERİSİNDE FAZ GEÇİŞLERİNİN ELASTİK KATSAYILARI ÜZERİNDEKİ LANDAU TEORİSİ	82
4.1. TlInS ₂ Kristalindeki Faz Geçişlerinin Konvansiyonel Fiziksel Modeli	82
4.2. Boyuna Ses Hızına Karşılık Gelen C ₃₃ Elastik Sabitinin TlInS ₂ Faz Geçiş Bölgesindeki Sıcaklık Değişimi Anomalileri	86
4.3. TlInS ₂ Kristali İçerisindeki INC ve C-Faz Geçiş Modeli Bölgelerindeki C ₄₄ Elastik Moduna Karşılık Gelen Enine Ses Hızının Sıcaklık Bağımlılığı	88
4.4. Doğal Tuzaklama Merkezlerinin TlInS ₂ 'nin Faz Geçiş Bölgesinde C ₃₃ ve C ₄₄ Elastik Sabitlerinin Sıcaklık Bağımlılığı Üzerinde Etkisi	92
5. TlInS ₂ KRİSTALİ ÜZERİNDEKİ DENEY SONUÇLARI	95
5.1. TlInS ₂ Kristalinin Enerji Dispersive X-Ray Analizi	95
5.2. TlInS ₂ Kristali İçerisindeki Tuzakların Karakterizasyonu	96
5.3. TlInS ₂ Kristali İçerisindeki Ultrasonik Ses Hızlarının Normal Koşullar Altındaki Sıcaklık Bağımlılığı	99
5.4. Elektrik Alan Etkisi Altında TlInS ₂ Kristali İçerisindeki Ultrasonik Ses Hızlarının Sıcaklık Bağımlılığı	104

5.4.1. Elektrik Alan Etkisi Altında Gerçekleştirilen Ölçümler	104
5.4.2. Elektrik Alanın Kusurlar Üzerindeki Etkisi Üzerine Değerlendirme	106
5.5. Doğal Yapısal Kusurların Işık Altında Ultrasonik Ses Hızı Üzerindeki Etkisi	108
5.5.1. Işık Etkisi Altında Gerçekleştirilen Ölçümler	108
5.5.2. Işık Etkisi Altında Gerçekleştirilen Ölçüm Sonuçlarının Değerlendirilmesi	110
5.6. Hafıza Etkisi Şartlarında Ultrasonik Ses Hızının Sıcaklık Bağımlılığı	111
5.6.1. Hafıza Etkisi Altında Gerçekleştirilen Ölçümler	111
5.6.2. Hafıza Etkisi Altında Gerçekleştirilen Ölçümlerin Değerlendirmesi	113
5.7. TlInS_2 C_{33} Elastik Sabiti için Teorik Tahminler ve Deneysel Sonuçlarla Karşılaştırılması	115
5.8. TlInS_2 C_{44} Elastik Sabiti için Teorik Tahminler ve Deneysel Sonuçlarla Karşılaştırılması	117
6. TlGaSe_2 KRİSTALİ ÜZERİNDEKİ DENEY SONUÇLARI	120
6.1. TlGaSe_2 Kristali İçerisindeki Ultrasonik Ses Hızının Sıcaklığa Bağımlı Davranışı	120
6.2. TlGaSe_2 Katmanlı Kristali Üzerinde Işık Uygulanarak Ultrasonik Ses Hızının Sıcaklığa Bağımlı Davranışı	131
6.3. TlGaSe_2 Katmanlı Kristalinin Hafıza Koşulları Etkisi Altında Sıcaklığa Bağımlı Davranışının İncelenmesi	134
6.4. TlGaSe_2 C_{33} Elastik Sabiti için Teorik Tahminler ve Deneysel Sonuçlarla Karşılaştırılması	136
6.5. TlGaSe_2 C_{44} Elastik Sabiti için Teorik Tahminler ve Deneysel Sonuçlarla Karşılaştırılması	137
7. SONUÇLAR	138
KAYNAKLAR	141
ÖZGEÇMİŞ	148
EKLER	149

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler ve : Açıklamalar

Kısaltmalar

Tl	: Talyum elementi
Ga	: Galyum elementi
Se	: Selenyum elementi
S	: Sülfür elementi
Tb	: Terbium elementi
Er	: Erbium elementi
La	: Lantan elementi
B	: Bor elementi
TlInS ₂	: Talyum İndiyum Disülfür
TlGaSe ₂	: Talyum Galyum Diselenyum
D_{4h}^{18}	: Uzay simetrisi
C_{2h}^6	: Uzay simetrisi
a, b, c, c^*	: Birim hücre örgü vektörleri
$q(a,b,c)$	: Modülasyon Vektörü
Z	: Birim hücredeki atom sayısı
δ	: Düzensizlik parametresi
I-V	: Akım-Gerilim
C-Faz	: Düzenli faz geçişi (Commensurate)
INC-Faz	: Düzensiz faz geçişi (Incommensurate)
T _i	: Paraelektrik – Düzensiz Faz Geçiş Sıcaklığı
T _c	: Kritik faz geçiş sıcaklığı (Curie Temperature)
TE2, BT23, B5, B7, DO	: TlInS ₂ Kristalinin Doğal Kusurları
PICTS	: Işıklı Uyarımlı Akım Spektroskopisi
DDW	: Kusur yoğunluk dalgası
T _{ann}	: Tavlama sıcaklığı
x_s, u, v, w	: Yerdeğiştirme
s	: Yay Sabiti
e_{ij}	: Gerinim tensörü
X _a , Y _a , Z _a	: a ekseninde birim hücre üzerinde eksnlere uygulanan kuvvet
C _{ij}	: Elastik sabit tensörü

F	: Kuvvet
m	: Kütle
LiNbO_3	: Lithium niobate bileşeni
BaTiO_3	: Baryum titanyum oksit bileşeni
ρ	: Yoğunluk
t	: Zaman
x, y, z	: Eksenler
$v_{\text{boyuna}}(v_L)$	: Boyuna ultrasonik ses hızı
$v_{\text{enine}}(v_T)$	: Enine ultrasonik ses hızı
v_{L0}	: Oda sıcaklığındaki boyuna ultrasonik ses hızı
v_{T0}	: Oda sıcaklığındaki enine ultrasonik ses hızı
d	: Malzeme kalınlığı
δ_v	: Sesin malzeme içerisindeki uçuş süresi
γ_{cp}	: Kuplaj elemanından kaynaklanan gecikme süresi
f_o	: Frekans
n_k	: Darbe sinyali ile ilgili tam sayı
φ_n	: n. faz
f_n	: n. yansıma frekansı
PEO	: Darbe Yankı Çakışması
n	: Boşluk sayısı
N	: Atom sayısı
S	: Entropi
E_f	: Boşluk oluşumu için gerekli enerji
k	: Boltzman sabiti
σ	: İletkenlik
μ_k	: Kristal Kesme Modülü
b	: Burger vektörü
E_b	: Çizgisel bölge enerjisi
μ_e	: Elektron Mobiliti
μ_h	: Boşluk Mobiliti
n	: Boşluk konsantrasyonu
e	: Elektron yükü
E_c	: İletken bant enerji seviyesi
E_v	: Valans bant enerji seviyesi
E_y	: Sığ kusur enerji seviyesi

E_d	: Derin düzey kusur enerji seviyesi
DLTS	: Derin Düzey Geçiş Spektroskopisi
TSC	: Termal uyarımlı Akım
PICTS	: Işık uyarımlı Akım Spektroskopisi
I	: Akım
S	: Geçiş akımı
e_i	: Işıma katsayısı
A	: Uygulanan gerilim sinyali genliği
N_e	: Enerji durumu sayısı
v_{th}	: Taşıyıcı termal hızı
g	: Tuzak dejenerasyonu katsayısı
σ_T	: Tuzak yakalama geçiş kesiti
m^*	: Etkin kütle
h	: Plank sabiti
E_{gap}	: İletkenlik ve değerlik bant enerji farkı
I_0	: Işık yokken olan akım
γ	: Akım düzeyi ile ilgili katsayı
e_t	: Emisyon oranı
B	: Sıcaklık bağımsızlık katsayısı
CH1,CH2	: Osiloskop 1. kanal ve 2. kanal
h_1	: Zaman ölçümü hatası
h_2	: Ölçüm tekrarlanabilirliği hatası
PID	: Integral türev oranı
f_i	: Termodinamik potansiyel yoğunluk fonksiyonu
α	: Yüksek sıcaklık paraelektrik faz sabiti
β_i	: Faz denge durumu sabitleri
Q_i	: Faz düzen durumu değişkeni
ξ	: INC-fazı sabiti
γ	: Düzenli faz durumunu belirleyen katsayı
δ_w	: INC-faz modülasyonu katsayısı
r	: Faz düzen durumu değişkeni genliği
$\emptyset$	: Faz düzen durumu değişkeni fazı
u_{ij}	: Elastik sabit tensörleri
σ_{ij}	: Stres tensörleri
S_i	: Ses dalgası yayılım polarizasyonu

C_{33}	: Katmanlara dik olarak yayılan boyuna ses hızına karşılık gelen elastik sabit
C_{44}	: Katmanlara dik olarak yayılan enine ses hızına karşılık gelen elastik sabit
d_{ij}	: Ters piezoelektrik katsayısı
P_a^j	: a eksenini boyunca uygulanan elektrik alanının j eksenindeki polarizasyonu



ŞEKİLLER DİZİNİ

Sekil No:	Sayfa
2.1: TlBX ₂ kristallerine örnek olarak TlGaSe ₂ kristal yapısı.	10
2.2: TlBX ₂ kristallerine örnek olarak TlGaSe ₂ kristal yapısının mikroskopik görünümü.	10
2.3: Kristal büyütmede kullanılan fırın.	11
2.4: Ölçümlerde kullanılan TlInS ₂ ve TlGaSe ₂ katmanlı kristaller.	12
2.5: Küp modele uygulanan kuvvetler ve yerdeğiřtirmeler.	19
2.6: Darbe yankı yönteminin çalışma prensibini gösteren şematik çizim.	26
2.7: Şekil 2'deki örneğin osiloskop üzerinde gösterilen darbe treni sinyali.	27
2.8: E. Papadakis tarafından kurulan PEO ölçüm düzeneđi.	31
2.9: Darbe Tren sinyali.	32
2.10: Darbe tren sinyalinden seçilmiş ve üstüste çakıştırılmış darbe sinyalleri.	32
2.11: Malzeme içerisinde oluşmuş durağan ses dalgası.	33
2.12: Rezonans Ultrasonik Spektroskopi ölçüm düzeneđi.	34
2.13: Noktasal Kusur tipleri.	36
2.14: Kusur tipleri a) Noktasal b) Çizgisel c) Düzlemsel d) Hacimsel e) İçerisinde fazla atom olan birim hücre kusuru f) İçinde eksik atom olan birim hücre kusuru.	38
2.15: Sığ kusurun kristal içerisindeki şematıđı ve örnek bant modeli	41
2.16: Derin düzey kusurun kristal içerisindeki şematıđı ve örnek bant modeli.	42
2.17: Tekrar birleşme modelleri a) bantlar arası b) yüzeysel düzeyler üzerinden c) Tekrar birleşme merkeziyle d) exciton mekanizmasıyla e) Auger tip.	43
2.18: Elektron ve Boşlukların yasak bant içerisindeki olası durumlar birleşme modelleri a) bantlar arası b) yüzeysel düzeyler üzerinden.	44
2.19: PICTS yöntemiyle kristal içerisinde oluşan elektrik alan ve akım	47
2.20: Kristal içerisinde oluşan akım hareketinin şematik gösterimi	48
2.21: Sıcaklık deđişimine göre PICTS sinyalinin elde edilmesi	49

2.22:	Örnek Arrhenius Grafiği.	50
3.1:	PICTS Deney Düzenekinin Şematik Gösterimi	52
3.2:	Darbe Yankı Çakışması ölçüm düzeneği	57
3.3:	Darbe Yankı Çakışması sinyal işleme modeli	58
3.4:	Ultrasonik sensörlerin iç yapısı.	59
3.5:	Ultrasonik Sensörler.	60
3.6:	Düşük sıcaklıklarda çalışabilen kuplaj malzemesi.	60
3.7:	Ölçüm düzeneğinde kullanılmak üzere imal edilen sinyal bölücü.	61
3.8:	Ölçümlerde kullanılan yazılımın arayüzü.	62
3.9:	Ölçümlerdeki tutucunun konumlandırıldığı cam tüp ve cam tüp içerisine yerleştirilen tutucuyu gösteren şematik çizimler.	64
3.10:	Numune Tutucu.	65
3.11:	Numune etrafında ısıtıcı ve sensörlerin, tutucu içerisinde konumlandırılması.	66
3.12:	Numunenin zamana bağlı soğuması ve ısınması.	68
3.13:	Deneylerde kullanılan ultrasonik ses hızı ölçüm düzeneği.	69
3.14:	Ölçüm sisteminin otomasyonu ve veri işleme için yazılan yazılımın arayüzü.	70
3.15:	Pulser / Receiver Model DPR 300 cihazı.	72
3.16:	PXI 512008 şase ve PXI 5124 veri analiz sistemi.	73
3.17:	PXI 5124 Yüksek Çözünürlüklü Sayısallaştırıcı.	73
3.18:	Sayısal Osiloskop.	74
3.19:	Yüksek Gerilim Kaynağı.	75
3.20:	Numuneler üzerindeki omik kontakla yapılan gerilim uygulama uçları.	75
3.21:	Sıcaklık Kontrolcü.	77
3.22:	Numune yanındaki sensör ve ısıtıcı konumu.	77
3.23:	Sayısal Geciktirici ve Darbe Üretici.	78
3.24:	Sinyal Üretici.	79
3.25:	Vakum pompası ve bağlantıları.	80
3.26:	Sıvı Azot Tankı.	81
5.1:	Enerji dispersive X-ray (EDX) analizi.	95
5.2:	TlInS ₂ 'nin PICTS spectrası; farklı kararlığa varma zamanlarında;	96

	37,7 ms, 17,8 ms, 7,0 ms, 4,1 ms, 1,8 ms, 0,9 ms, 0,5 ms.	
5.3:	TlInS ₂ kristalinin, foto-akım cevabının sıcaklık bağımlılığı.	97
5.4:	TlInS ₂ Kristali içerisinde derin düzey tuzaklardan açığa çıkan taşıyıcı yüklerin oranlarının sıcaklığa göre değişimleri.	98
5.5:	C ₃₃ Elastik Sabiti için Boyuna Ses Dalgası Hızının Normal Koşullar Altındaki Sıcaklık Bağımlılığı a) Teorik Eğri, (Denklem 4.12) b) Ilisavski çalışması.	102
5.6:	C ₄₄ Elastik Sabiti için Enine Ses Dalgası Hızının Normal Koşullar Altındaki Sıcaklık Bağımlılığı a) Teorik Eğri, (Denklem 4.22) b) Ilisavski çalışması.	103
5.7:	[001] yönünde yayılan C ₃₃ elastik sabitine karşılık gelen boyuna ses dalgası hızının elektrik alan etkisi uygulanması sonucu sıcaklığa göre değişimi.	105
5.8:	[001] yönünde yayılan C ₄₄ elastik sabitine karşılık gelen enine ses dalgası hızının elektrik alan etkisi uygulanması sonucu sıcaklığa göre değişimi.	106
5.9:	C ₃₃ elastik sabitine karşılık gelen boyuna ses dalgası hızının ışık etkisi uygulanması sonucu sıcaklığa göre değişimi, küçük grafik - Landau teorisinden hesaplanmış boyuna ses hızının sıcaklık değişimi.	109
5.10:	C ₄₄ elastik sabitine karşılık gelen enine ses dalgası hız, v_T/v_{T0} oranının ışık etkisi uygulanması sonucu sıcaklığa göre değişimi, küçük grafik - Landau teorisinden hesaplanmış enine ses hızının sıcaklık değişimi.	110
5.11:	Boyuna ses dalgası hız, v_L/v_{L0} oranlarının karanlık ve hafıza etkisi altında sıcaklığa göre değişimi.	112
5.12:	Enine ses dalgası hız, v_T/v_{T0} oranlarının karanlık ve hafıza etkisi altında sıcaklığa göre değişimi.	113
6.1:	Deneylerde kullanılan TlGaSe ₂ kristalleri.	121
6.2:	Deneyde kullanılan TlGaSe ₂ kristali boyuna ve enine darbe-yankı sinyali, boyuna hız 2644,6 m/s ve enine hız 786, 2 m/s'dir.	122
6.3:	Isıtma ve soğutma grafikleri.	123
6.4:	Şekil 6.1 a)'da verilen TlGaSe ₂ kristalin soğuma ve ısınma grafiği.	124

6.5:	Şekil 6.1 b)'de verilen TlGaSe ₂ Kristalin Soğuma ve ısınma grafiği.	125
6.6:	Şekil 6.1 a)'da gösterilen TlGaSe ₂ Kristali içerisinde katmanlara dik olarak yayılan boyuna ses hızının sıcaklığa göre davranışı.	126
6.7:	Şekil 6.1 b)'de gösterilen TlGaSe ₂ Kristali içerisinde katmanlara dik olarak yayılan boyuna ses hızının sıcaklığa göre davranışı.	127
6.8:	Ilisavskii ve Seyidov tarafından yapılan TlGaSe ₂ Kristali içerisindeki ses hızının sıcaklığa göre davranışı.	128
6.9:	Şekil 6.1 b)'de gösterilen TlGaSe ₂ Kristali içerisinde katmanlara dik olarak yayılan enine ses hızının sıcaklığa göre davranışı.	129
6.10:	Ilisavskii ve Seyidov'un yaptığı çalışmada elde edilen enine ses dalgası hızının sıcaklığa göre değişimi.	130
6.11:	TlGaSe ₂ Kristali üzerinde ışık etkisi uygulanması sonucunda kristal katmanlarına dik olarak yayılan boyuna ses hızındaki değişimler.	132
6.12:	TlGaSe ₂ kristali üzerinde ışık etkisi uygulanması sonucunda kristal katmanlarına dik olarak yayılan enine ses hızındaki değişimler.	133
6.13:	TlGaSe ₂ kristali üzerinde hafıza etkisi uygulanması sonucunda kristal katmanlarına dik olarak yayılan boyuna ses hızındaki değişimler.	135
6.14:	TlGaSe ₂ kristali üzerinde hafıza etkisi uygulanması sonucunda kristal katmanlarına dik olarak yayılan enine ses hızındaki değişimler.	136

TABLÖLAR DİZİNİ

<u>Tablo No:</u>		<u>Sayfa</u>
2.1:	TlGaSe ₂ ve TlInS ₂ Kristallerinin Kristalografik verisi.	9
2.2:	Kübik bir kristal yapı içerisindeki elastik sabitler ve ses hızlarının yayılım yönlerine göre ilişkileri.	24
3.1:	Ses Hızı Ölçümleri Belirsizlik Bütçesi Tablosu.	63
4.1:	TlInS ₂ kristalinin tuzaklama parametreleri.	98

1. GİRİŞ

Yarıiletken malzemeler günümüz teknolojisinde oldukça fazla yaygın kullanımı olan katı malzemelerin bir sınıfıdır ve katı hal fizığının önemli uygulama alanlarındandır. Katı hal konusu ile ilgili 20. yüzyılın başında araştırmaların ivme kazanmasıyla birlikte, x-ışınlarının Röntgen tarafından keşfedilmesi sonrasında 1913 yılında Bragg tarafından katı maddelerin yapılarının belirlenmesiyle büyük bir gelişme yaşanmıştır. Yapılan araştırmalar katı yapıları oluşturan atomların kristal adı verilen bir düzen içerisinde olduğu tespit edilmiştir. X-ışınları ile yapılan deneyler katı madde içerisindeki yapıların atomik modellerinin oluşturulmasına ve kristal yapı dizilişlerinin üzerinde hesaplamalar yapılmasına imkân vermiştir. Atomlar arası bağlar, mesafeler ve atomların dizilişleri katı malzemelerin özelliklerini oluşturan temel değişkenlerdir. Kristal içerisindeki atom yapısı, kristalin elektrik, optik ve mekanik özelliğini belirlemektedir. Atomlar, elementler ve birden fazla atomun oluşturduğu bileşimler farklı optik, mekanik ve elektrik özelliğe sahip yapılar türetmektedirler. Katı maddeler içerisinde bu özellikleri sıcaklık, basınç, manyetik, ışık veya optik dış etkiler altında farklılaşabilmektedir. 20. yüzyılın sonlarında yarıiletkenler teknolojiye çığır açmıştır. Yarı iletkenlerin günümüzde transistör ve diyot, veri depolama, enerji depolama, işlem yapabilme, güneş enerjisi depolama, sensör ve cihaz olarak iletişim araçlarında, bilgisayar teknolojilerinde ve uzay araştırmalarında kullanılmaktadır ve günümüz teknolojisinin vazgeçilmez malzemesi haline gelmiştir. Günümüzde bu tip cihazların yaygın olarak kullanılması yarıiletkenler üzerine araştırmaların durmaksızın devam etmesine neden olmaktadır. Bu tezin konusu olan TlInS_2 ve TlGaSe_2 yarıiletkenlerde üzerinde yıllardır araştırma yapılan yarıiletken kristallerdir. Yapılan araştırmalar sonucunda bu yarıiletkenlerin birçok özelliği açığa çıkarılmasına rağmen, bu yarıiletkenler içerisinde var olduğu düşünülen farklı tip kusurların oluşturduğu davranışlar henüz tam olarak anlaşılmamaktadır. Bu tez içerisinde katmanlı yarıiletkenler olan TlInS_2 ve TlGaSe_2 kristalleri içerisinde var olan kusurların faz geçişleri üzerinde oluşturdukları etkiler araştırılmıştır.

1.1. TlGaSe₂ ve TlInS₂ Katmanlı Ferroelektrik Kristaller

TlGaSe₂ ve TlInS₂ katmanlı kristallerinin optik ve elektrik özelliklerinin yüksek derecede izotropik olmayan (anisotropic) yapıya sahip olması, çok sayıda faz geçişinin bulunması bu kristalleri diğer kristallerden farklı kılmaktadır. TlGaSe₂ kristali talyum dikalگوjenler arasında en çok çalışılan kristal özelliğine sahiptir. Bunun nedeni, küçük boyutlarda olması, yarıiletkenlik, fotoiletkenlik I-V grafiğindeki negatif diferansiyel direnç özelliği, hafıza etkisinin olması, optik özellikleri ve çok sayıda faz geçişinin olmasıdır. TlInS₂ kristali de benzer yapıda olması nedeniyle bu kristal üzerinde de benzer çalışmalar yapılmaktadır. TlInS₂ ve TlGaSe₂ katmanlı kristallerinin faz geçişlerini ortaya koyan ilk çalışmadan günümüze kadar 30 yıldan fazla zaman geçmiş olmasına rağmen TlGaSe₂ ve TlInS₂ katmanlı kristaller üzerine olan çalışmalar halen çekiciliğini devam ettirmektedir. Literatüre bakıldığında kristallerin optik ve elektrik özellikleri ile ilgili çok sayıda çalışma mevcuttur, Fotoiletkenlik (Photoconductivity), Fotoiletkenlik Spektrumu, Fotolüminans, Yakın Kenar Bant Yutumu, Gama ışını iradyasyon etkisi, Isıl genleşme, Faz Geçişleri, IR Spektrumu, Raman Spektrumu, Optik Özellikler, 'Hall' Özellikleri (Hall Properties), Taşıyıcı Etkin Kütleler, saflık düzeyi, yük taşıyıcıların mobilitesi, relaksasyon zamanı, yayılım katsayısı, yayılım uzunluğu, baskın saçılma mekanizması elastik sabitler, negatif ısıl genleşme, morötesi ışık algılaması ile ilgili olarak deneysel çalışmalar yıllardır yapılmaktadır.

Literatürdeki çalışmalarda TlGaSe₂ ve TlInS₂ katmanlı kristallerin özelliklerinin incelenmesinde elektriksel, optik, x-ray difraksiyon ve nötron saçılması yöntemleri kullanılmaktadır. Bu yöntemlere ek olarak, bu tez içerisinde kullanılan ultrasonik ses hızı ölçüm yöntemi bu tip yarıiletken malzemeler üzerinde çok yaygın olarak kullanımı olmayan bir yöntemdir. Kristallerin farklı yöndeki elastik sabitleri yapı içerisinde üretilen mekanik dalgaya karşılık gelen ses hızı ile ilişkilidir. Bu sayede kristal içerisinde farklı yönlerde ses dalgası oluşturularak ve ses dalgası hızının ölçülmesiyle elastik sabitler hesaplanabilmektedir. Ses hızının sıcaklığa bağımlı olarak ölçülmesiyle de katmanlı kristalin yapısı ve faz geçişleri ile ilgili bilgi edinilebilmektedir. Bu yöntemin diğer yöntemlere göre bazı avantajları da vardır, x-difraksiyon ve nötron saçılma yöntemleri kullanılarak elastik sabitler ile ilgili bilgi alınabilir fakat bu sistemler pahalı ve sıcaklıkla kombine edilmesi çok zordur. Buna karşı ses hızı yöntemi elastik sabitlerin belirlenmesi için ucuz ve sıcaklıkla diğer

yöntemlere göre daha kolay kombine edilebilmesi bu yöntemin uygulanabilirliğini daha pratik kılmaktadır.

1996 yılında Seyitsoy'un yapmış olduğu TlInS_2 ve TlGaSe_2 katmanlı kristallerin Elastik sabitlerinin faz geçişleri bölgesindeki davranışlarının akustik yöntemlerle incelenmesi literatürde bir ilk olmuş ve yapılan bu çalışmayla literatüre bir katkı sunulmuştur [Seyidov, 1995]. Çalışma sonucunda TlInS_2 ve TlGaSe_2 katmanlı kristallerinin düzenli (Commensurate, C) ve düzensiz (Incommensurate, INC) faz geçiş bölgesindeki elastik sabitlerinin davranışlarının sıcaklık değişimine bağlı olarak aynı faz geçiş bölgesinde ses hızı değişimleri ile belirlenmiştir. Bu beklenmedik ses hızındaki değişimlerin nedenlerinin katmanlar arasındaki doğrusal genişleme katsayılarından ve yine katmanlar arasındaki bending titreşimlerinin rezonanslarından kaynaklandığı yönünde sonuçlar elde edilmiştir. Böylece kristallerin faz geçiş noktalarındaki bilinmeyen mekanik özelliği veya diğer deyişle elastik sabitleri ile ilgili bir yığın yeni bilgi açığa çıkarılmıştır. Seyitsoy'un çalışmasında elastik sabitlerin sıcaklığa göre değişimleri araştırılmış fakat dış etkenlerin elastik sabit üzerindeki etkileri açıkta kalmıştır. Bu tezde araştırılan TlGaSe_2 katmanlı yarıiletkeninin mekanik özelliklerinden olan negatif genişmesinin dış etkenler altında incelenmesi literatürde ilgi çeken diğer bir çalışmadır. Isıl genişleme kristalin mekanik özelliklerindendir ve konu üzerinde Yakar'ın çalışmasında dış etkilerin negatif ısı genişleme üzerinde anlamlı sonuçlar ürettiği ve bu dış etkenler altında ısı katsayısında değişimler gözlemlendiği vurgulanmıştır [Yakar, 2012]. Bu her iki araştırma dış etkenlerin elastik sabitler üzerinde etkileri olacağına dair ön bilgiler sunması ve bu konu üzerinde literatürde araştırma bulunmaması bu tez başlığı altındaki konuyu özgün çekici bir konu haline getirmektedir.

1.2. Tezin Amacı

Tez içerisinde TlInS_2 ve TlGaSe_2 kristali içerisinde var olan kusurlar ile kristallerin mekanik yapısını oluşturan elastik özellikleri arasındaki ortak ilişkinin çözümü ile ilgili cevap bulunmaya çalışılmıştır. Literatürde TlInS_2 ve TlGaSe_2 katmanlı kristallerinin farklı dış etkiler altındaki davranışının mekanik yapı içerisindeki elastik sabitlerle ilişkili olan ses hızı ölçüm yöntemi kullanılarak belirlenmesine yönelik araştırma ve bilgi bulunmamaktadır ve bu kapsamda bu tez çalışmasını özgün kılmaktadır. Tez içerisinde dış etkilerin kristaller üzerindeki

mekanik davranışları incelenerek analiz edilmiştir ve literatürde var olan TlGaSe_2 ve TlInS_2 kristallerinin başka yöntemler kullanılarak elde edilen sonuçlarıyla karşılaştırma imkânı sağlanmıştır. Tez içerisinde kusurların TlInS_2 katmanlı kristali üzerindeki dış etkiler ses hızı ölçümleri ile araştırılmış ve bir teorik model ile ilişkilendirilerek anlamlı sonuçlar elde edilmiştir. TlInS_2 ve TlGaSe_2 katmanlı kristallerinin içerisinde ses hızı ölçülmesiyle belirlenen elastik sabitleri üzerinden aşağıda maddelerde belirtilen konu başlıkları;

- i) Kristallerin faz dönüşüm parametrelerinin ve deformasyon tensörünün birbiriyle olan etkileşiminin doğasını ve fiziksel olayını açığa çıkarmak,
- ii) Düzensiz (Incommensurate) faz uyarımlarının kristalin elastik özelliklerinin bozuklukları üzerindeki değerlendirmeyi yapabilmek,
- iii) Kristal üzerine dışarıdan uygulanan elektrik alan, ışık ve belirli sıcaklıklarda bekletilme (Hafıza Etkisi) gibi etkilerin kristallerin elastik sabitleri üzerindeki etkisinin değişimini gözlemlemek ve anlamak,
- iv) Kristaller içerisindeki kusurların anlaşılması ve tespit edilmesi,

bu tez çalışması içerisinde gerçekleştirilmiştir.

Yukarıdaki maddelerde belirtildiği üzere TlInS_2 ve TlGaSe_2 katmanlı kristallerinin elastik sabitleri akustik yöntemle belirlenerek ve özellikle faz geçiş sıcaklıklarında ses hızı değişimleri incelenmiş ve kristaller içerisinde var olan kusurların dış etkenlerle uyarılarak kristaller üzerinde oluşturduğu etkiler araştırılmıştır. Akustik yöntemle, sıcaklıkla ilişkili olarak ses hızı değişiminin dış etkiler altında araştırılması diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında daha pratik uygulanabilir bir yöntem olarak gözükmektedir. Örneğin x-ray yöntemi kullanılarak da aynı şekilde kristal yapısının değişimi izlenebilir fakat x-ray deneyinin karmaşıklığı sıcaklık ve diğer etkilerin bir arada uygulanmasında zorluklara neden olmaktadır. Tez çalışmasının ilk aşamasında akustik yöntem üzerinden katılarda elastik sabitlerinin belirlenmesine yönelik Türkiye’de bu konu üzerinde bir ilk olan, katı malzemeler içerisinde elastik sabitleri veya buna karşılık gelen ses hızı değişimlerinin belirlenmesine yönelik deney düzeneği kurulmuştur. İkinci aşama olarak kurulan deney düzeneğinde kristaller üzerine etki yokken, ışık, elektrik ve hafıza (düzensiz faz bölgesinde bekletme) gibi dış etkilere maruz bırakma sonucunda ses hızı değişimlerinin yine sıcaklığa bağlı olarak ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

TlInS₂ ve TlGaSe₂ katmanlı kristallerinin elastik sabitlerinin belirlenmesinde, ultrasonik bölgede (5 MHz – 20 MHz) çalışan ses dalgalarının kristal içerisinde gönderilmesi ve tekrar algılanması yöntemi olarak ifade edilen Darbe-Yankı (Pulse-Echo) yönteminin geliştirilmiş olan Darbe-Yankı Çakışması (Pulse-Echo Overlap) yöntemi kullanılmıştır [Papadakis, 1967]. Bu yöntemin Türkiye’deki uygulaması çok fazla bulunmamaktadır. Türkiye ulusal literatür taraması sonucunda bu yöntemin, süperiletken malzemeler üzerindeki araştırması üzerine sadece Cankurtaran tarafından kullanıldığı görülmektedir [Cankurtaran ve Çelik, 1995]. Darbe-Yankı Çakışması ses hızlarındaki değişimin daha hassas ölçülmesine olanak veren bir yöntemdir. Bu tez çalışmasında Darbe-Yankı Çakışması ölçüm yöntemi bilgisayar kontrollü yapılmış, elde edilen darbe-yankı sinyalleri veri toplayıcılar sayesinde toplanarak, bilgisayar üzerinde işlenerek darbe sinyallerinin üst üste çakıştırılması sağlanmıştır. Buna ilaveten ölçüm sisteminde kullanılan diğer ölçüm cihazlarının kontrolü bilgisayar üzerinden sağlanarak ölçüm sisteminin otomasyonu gerçekleştirilmiştir.

Katmanlı TlInS₂ ve TlGaSe₂ kristalleri üzerindeki çalışmalar kriojenik sıcaklık bölgesinde (70 K-300 K) gerçekleştirilmektedir. Bu bölgelerdeki faz geçişi olan T_i ve T_c sıcaklık noktalarında elastik sabitlerindeki değişim çok anlamlı olmaktadır. Eğer bu bölgelerde dış etkilerin elastik sabitlerin değişimi üzerindeki katkıların nedenleri ve fiziği açığa çıkarılırsa düşük sıcaklıklarda bu kristallerin anahtar, sensör vb. teknolojik alanlarda kullanılmasına olanak sağlayacağı düşünülmektedir.

1.3. Tez İçeriği Hakkında Bilgi

Tez içeriği yedi temel bölümden oluşmaktadır. Giriş bölümü sonrasında Bölüm 2’de Tez çalışması içerisinde işlenen konular olan katmanlı kristaller, katı malzemelerdeki elastik sabitler ve ses hızı arasındaki ilişkilerin türetilmesi, ses hızı ölçüm teknikleri ve kristaller içerisinde var olan kusurlar ve kusurların tanımlanmasında kullanılan teknikler hakkında temel literatür bilgisi verilmektedir. Bölüm 3’de gerçekleştirilen deneysel çalışma ile ilgili açıklamalar yer almaktadır. Tez çalışması için kurulan, Darbe Yankı Çakışması (PEO) deneyi ve deneyde kullanılan cihazlar Bölüm 3’de tanımlanmaktadır. Bölüm 4’de TlInS₂ kristali içerisindeki kusurların elektrik alan, ışık ve hafıza etkileri sonucunda nasıl bir davranış gösterdiğinin anlaşılmasına yönelik Landau Faz Geçişleri temelinde

oluřturulan teorik model iřlenmiřtir. Blm 5’de TlInS_2 kristali zerinde gerekleřtirilen deneyler ve deney sonuları ile ilgili bilgi verilmektedir. Blm 6’da TlGaSe_2 kristali kullanılarak gerekleřtirilen deney ve elde edilen sonulardan bahsedilmektedir. Blm 7’de alıřmanın sonuları verilmektedir.



2. TEMEL LİTERATÜR BİLGİSİ

2.1. Katmanlı Kristaller

Katı içerisindeki atomlarının dizilişleri belirli bir düzen içerisinde olan temel birim hücrenin, ardı ardına dizilerek katı uzay örgüsü (lattice) düzeni oluşturması sonucundaki yapı ideal kristal olarak bilinmektedir. Kristaller monokristal veya polikristal yapıda olabilir. Monokristal aynı zamanda tek kristal olarak da ifade edilmektedir ve uzay örgüsünün kristal içerisinde bozulmaksızın sonsuz şekilde devam etmesi şeklindedir. Buna örnek olarak en temel kaya tuzu (NaCl) örnek verilebilir. Polikristal ise tek kristal yapının bölgesel olarak devam etmesi ve kesintilere uğraması sonucunda katı içerisinde süreksiz olan ve farklı yönlere yönelen kümelenmiş yapılarının oluşturduğu düzen şeklindedir ve bakır buna örnek olarak verilebilir. Tek kristalli yapı ideal kristaldir. İdeal kristal yapılar anizotropiktir ve katı içerisindeki kristalin uzay örgüsü yapısının yönüne göre, özellikleri değişiklik göstermektedir. Kristal yapı içerisindeki birim hücre aynı tip veya farklı tip atomdan oluşabilir ve bu atomlara bağlı olan elektronlar, atomların birbirleriyle yaptığı bağlar sonucunda kristal içerisinde serbest kalabilmektedirler. Serbest kalan elektronun davranışı, kristalin elektrik ve ısı iletkenliği, optik özelliği, mekanik özelliği ve daha birçok özelliği ile belirleyici olmaktadır. Böylece katı malzeme, elektronların davranışına göre iletken metal, yarıiletken veya yalıtkan malzeme gibi özellik kazanmaktadır.

Yarıiletken kristaller, iletkenlik değeri iletken ve yalıtkan arasında olan kristallerden oluşmaktadır. Yarıiletken kristaller periyodik tabloda yarıiletken özelliği olan atom veya atomların birleşiminden oluşmaktadır. Temel yarıiletkenler periyodik tablonun IV ve VI kolonlarında bulunan Si, Ge, Sn, Se, Te elementlerinden oluşmaktadır. Temel yarıiletkenlerin yanısıra III - V grublarında bulunan farklı elementlerin birleşiminden birleşik yarıiletkenler meydana gelmektedir. Birleşik yarıiletkenler iki veya daha fazla elementten olabilir. Üç farklı elementten oluşan yarıiletkenler üçlü (ternary) birleşik yarıiletkenlerdir. Yarıiletkenlerin bir tipide katmanlı (layered) yarıiletken kristallerdir. Katmanlı yarıiletkenler, farklı atomların birleşiminden meydana gelmektedir. Yarıiletkeni oluşturan atomlar iki boyutlu katman tabakaları oluşturan bir kristal düzen yapıdadır. Yarıiletkene katman

özelliğini, atomlararası bağlanma tipi vermektedir ve katmanlar içerisindeki atomların bağlanma enerjisi katmanlar arası bağlanma enerjisinden küçük olduğu kristal yapılar katmanlı yapılar olarak bilinmektedir. GaSe iki elementten oluşan katmanlı yarıiletken kristallere örnek verilebilir. Üç farklı elementten oluşan ve bu çalışmada üzerinde çalışılan; Tl, In, Ga, Se, S elementlerinden oluşan üçlü birleşik olan TlInS_2 ve TlGaSe_2 kristalleri, katmanlı yarıiletkenler olarak bilinmektedir. TlGaSe_2 ve TlInS_2 katmanlı kristallerinin yapıları ve özellikleri 2.3-2.6 maddelerinde sırasıyla incelenmektedir.

2.2. TlGaSe_2 ve TlInS_2 Kristallerin Yapısı

$\text{Tl}^+(\text{B}^{3+}\text{X}_2^{2-})^-$ kimyasal bileşiği ile gösterilen, B yerine Grup 3 metali olan In veya Ga elementi, X yerine bivalent kalgojen anyonları S, Se elementlerinin kombinasyonlarının oluşturduğu kristal topluluğu talyum dikalgojenler (thallium dichalcogenides) olarak bilinmektedir. Bu topluluk yarıiletkenlerin A^3B^6 ve $\text{A}^3\text{B}^3\text{C}_2^6$ (III - III - VI₂) ailelerine aittir ve katmanlı yapıya sahiptirler. TlGaSe_2 , TlInS_2 , kristalleri katmanlı yapıda olduğu oda sıcaklığında yapılan x-ray saçılımı deneyleriyle belirlenmiştir [Müller and Hahn, 1978]. Bu kristaller oda sıcaklığında, $\text{C}2/c - \text{C}_{2h}^6$ uzaysal gruba (space group) ait olan monoklinik simetrisi yapısındadırlar. Monoklinik birim hücrenin **a** ve **b** eksenleri katman yüzeyinde yer alırken **c** eksen düzleme dik olan **c*** eksen ile küçük bir açı yapan eksen ve bu eksen katmanlara dik olan eksen olarak tanımlanmaktadır [Kashida and Kobayashi, 1999].

X-Ray saçılımı ölçüm sonuçları doğrultusunda $\text{Tl}^+(\text{B}^{3+}\text{X}_2^{2-})^-$ kimyasal bileşiğinin kristal yapısını şu şekil özetleyebiliriz. Dört temel BX_4 tetrahedra ($\text{B}=\text{Ga, In}$ ve $\text{X}=\text{S, Se}$) şeklindeki bileşik köşelerde olacak şekilde X atomlarının birbirine bağlanması ile B_4X_{10} polyhedron yapısını oluşturur. Polyhedronların yan yana dizilişi sonucu [001] düzlemine paralel katmanlar meydana gelir. Birbirini izleyen katmanlar arasında, 90° derecelik bükülmeler ve BX_4 tetrahedranın kenarı kadar kaymalar olması katmanlar arasında prizmatik üçgensel boşluklar oluşmasına neden olur. Tl^+ iyonları [110] ve $[1\bar{1}0]$ kristal içerisindeki çizgiler boyunca düzlemsel zincirler oluştururlar. Her bir Tl^+ iyonu altı adet Se^- anyonu ile çevrelenmiştir ve bu form TlSe_6 polyhedra üçgen prizmasını meydana getirir. Tl-Se

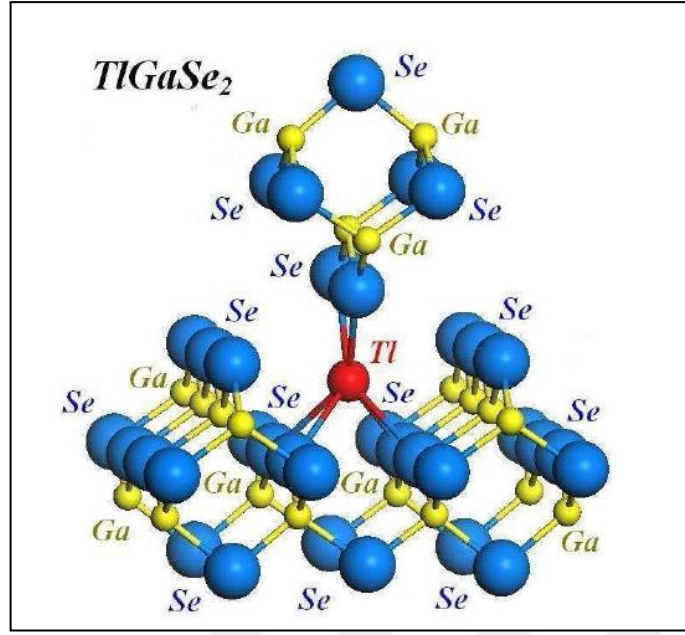
atomları arasındaki bağın uzunluğu 3,45 Å'dur. Tl-Tl atomları arasında ortalama 3,81 Å mesafe bulunmaktadır. Ayrılmış katmanlar D_{2d} point grubu ile ortogonal simetriye sahiptir [Panich, 2008]. $TlBX_2$ birim hücresi D_{4h}^{18} uzay grubuna sahip dört tabaka içerir. Böylece oda sıcaklığında $TlBX_2$ merkeze göre simetrik fazı paraelektriktir. Monoklinik birim hücre $Z=16$ $TlBX_2$ formül birimi barındırır ve 64 atom içermektedir. Katmanlar içerisindeki atomlar birbirleri ile güçlü iyonik bağlar ile bağlanmışlardır. Katmanlar arası bağlar ise zayıf van der Waals tipi bağlardır.

$TlGaSe_2$ kristalindeki ortalama Ga-Se mesafesi 2,39 Å'dur ve aralarında kovalent bağ ile bağlanmaktadır. Kovalent bağın oluşturduğu yarıçap Ga için 1,26 Å Se için 1,17 Å'dur. Se-Ga-Se elementlerinin oluşturduğu bağlar arasında 109,5 derecelik açı bulunmaktadır. Bu açı aynı zamanda Ga-Se elementleri arasındaki sp^3 covalent bağını desteklemektedir [Kashida and Kobayashi, 1999].

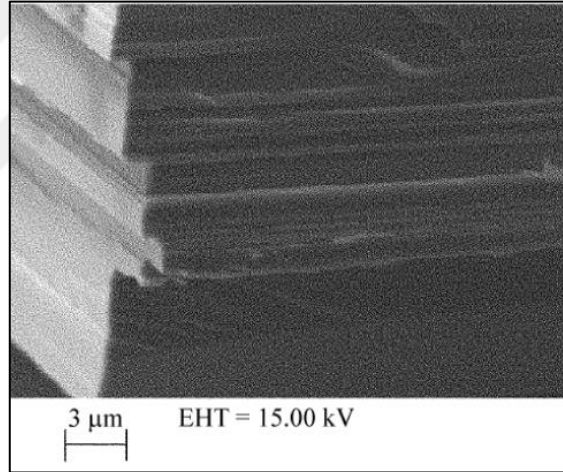
$TlGaSe_2$ kristalinin model yapısı Şekil 2.1'de ve $TlGaSe_2$ 'nin katmanlı yapısının gösterildiği mikroskopik yapı Şekil 2.2'de verilmektedir. $TlGaSe_2$ ve $TlInS_2$ katmanlı kristallerinin belirleyici parametreleri Tablo 2.1'de verilmektedir [Henkel et al., 1982], [Allahverdiyev et al., 2002], [Panich, 2008].

Tablo 2.1: $TlGaSe_2$ ve $TlInS_2$ kristallerinin kristalografik verisi.

Bileşik	Yapı	Uzay Grup	Örgü Sabitleri			β veya		Elastik Sabitler, 10^6 Pa			
			a (Å)	b (Å)	c (Å)	c/a	Z	C_{11}	C_{12}	C_{33}	C_{44}
$TlGaSe_2$	Monoklinik	$C2/c-C_{2h}^6$	10,77	10,77	15,64	100,06°	16	6,42	3,88	4,37	0,5
$TlInS_2$	Monoklinik	$C2/c-C_{2h}^6$	10,95	10,95	15,14	100,00°	16	4,49	3,05	3,99	0,5



Şekil 2.1: $TlBX_2$ kristallerine örnek olarak $TlGaSe_2$ kristal yapısı.



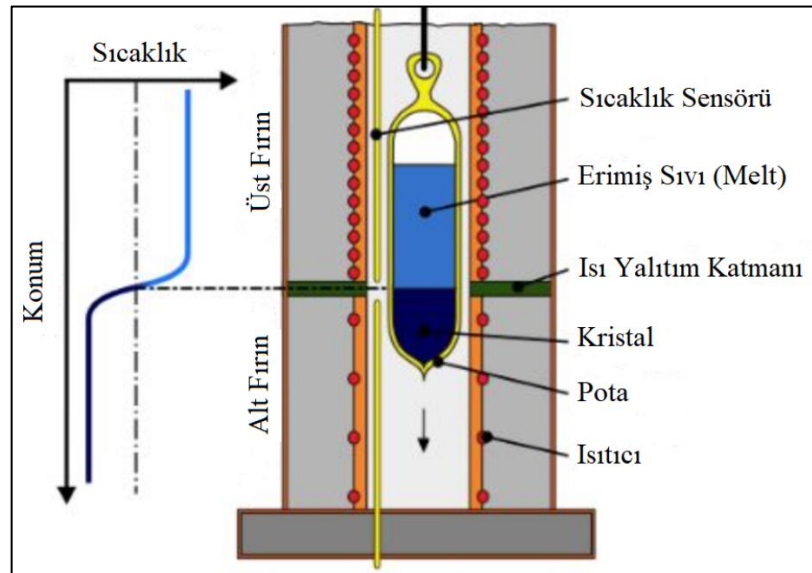
Şekil 2.2: $TlBX_2$ kristallerine örnek olarak $TlGaSe_2$ kristal yapısının mikroskopik görünümü.

2.3. $TlGaSe_2$ ve $TlInS_2$ Kristallerin Üretimi

$TlInS_2$ üretiminde başlangıç polikristal malzemeler, konik ampül içerisinde yüksek saflık derecesindeki ($> \%99,999$) Tl, In, S elementlerinden sentezlenmektedir. Elementlerin kimyasal (stoichiometric) oranı en yüksek doğrulukta gerçekleştirilen ağırlık $\sim 10 - 5$ gram ölçümleri ile elde edilmektedir. İçerisi elementlerle dolu olan ampül 10^{-5} torr basınç değerine kadar vakumlanmakta ve daha sonra dış basınca karşı yalıtım sağlanmaktadır. Daha sonra sentezlenen karışım sabit sıcaklıktaki fırın

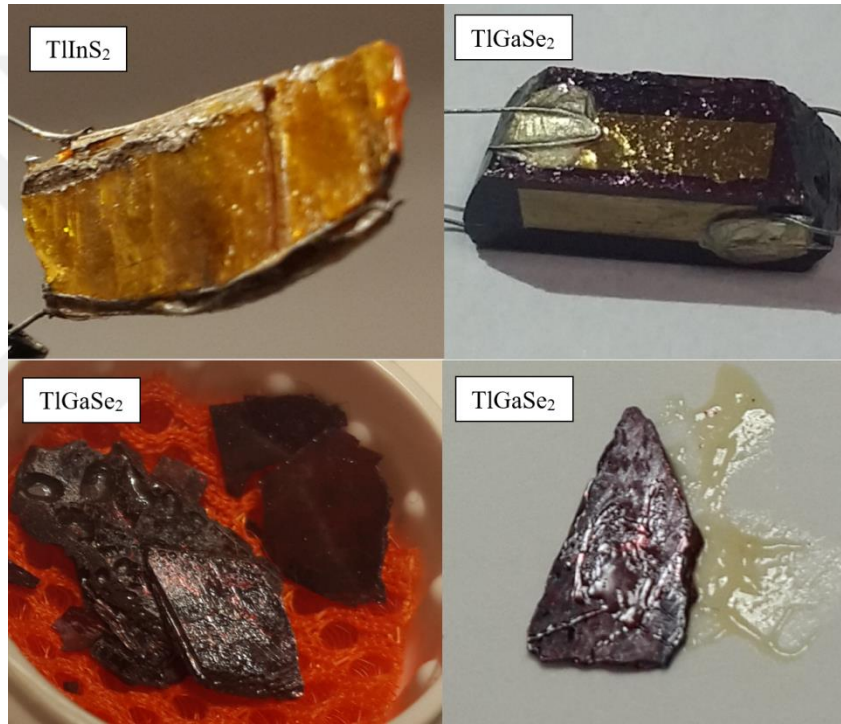
içerisinde kısmi suya daldırma (partial immersion) yöntemi ile 48 saat süre boyunca yaklaşık 900 K sıcaklıktaki fırında fırınlanmaktadır.

TlInS₂ veya TlGaSe₂ tek kristali değiştirilmiş Bridgman-Stockbarger yöntemi kullanılarak büyütülmektedir. Tek kristal büyütme yavaş kristalleşme yöntemiyle ve dikey rezistans fırında (Şekil 2.3), 15 K/mm'lik keskin sıcaklık dağılımı ve yönsel özelliği olan deney düzeneği içerisinde işlem gerçekleştirilmektedir. İçerisinde TlInS₂ veya TlGaSe₂ polikristali olan silika-glass tüp TlInS₂ veya TlGaSe₂ bileşeninin erime sıcaklığının ($\cong 1035$ K) üzerindeki ~ 5 K-10 K sıcaklığında tavlansaktadır. Bu sıcaklıktaki tavlama 2-3 gün süreli uygulanmaktadır. Büyütme işleminin başında, örneklerin iyice erimesi için 18 saat süresi boyunca iki bölüme sahip olan fırının sıcak bölgesinde ampüller bekletilmektedir. Tüp içerisindeki eriyik karışım içerisindeki maddelerin daha iyi reaksiyona girerek homojen bir karışımın elde edilmesi amacıyla titreştirilerek karıştırılmaktadır. Bu işlem sonrası, fırının 1335 K sıcaklık bölgesinde bulunan eriyik (melt) 0,1 mm/saat hızla fırının 673 K sıcaklığına sahip daha soğuk olan bu bölgeye hareket ettirilerek bu bölgede kristal 2-3 hafta süresince yavaş yavaş soğutulmaktadır. Sonuç olarak elde edilen kristal, TlInS₂ için turuncu TlGaSe₂ için kan kırmızı renkte katmanlı yapıya sahip bir kristaldir. Ayrıca temiz ve pürüzsüz bir yüzeye sahiptir, yaprak şeklindeki düzlemler arası da kolayca ayrılabilir.



Şekil 2.3: Kristal büyütmede kullanılan fırın.

Ultrasonik ses hızı ölçümlerinde kullanılacak örnekler üretilen külçenin orta bölgesinde alınmaktadır. Külçeler c-eksenine dik olarak keskin bir bıçak ile tabakalar halinde ayrıştırılabilmektedir. Külçenin elektriksel direnci yaklaşık $5.7 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ olarak oda sıcaklığında ölçülmüştür. TlInS_2 ve TlGaSe_2 kristalleri için ölçümlerde kullanılmak üzere yaklaşık $5 \times 5 \text{ mm}^2$ büyüklüğünde yüzey alanı ve 0,5 mm - 2 mm kalınlığında tek kristal tabakalar elde edilmiştir. TlInS_2 ve TlGaSe_2 örnekleri katmanlar arası zayıf bağların olması nedeniyle kolayca ayrıştırılmaktadır. Ayrıştırılan katmanlar ayna gibi düzgün yüzeye sahip olması nedeniyle kristal yüzeylerde temizlenme ve parlatma işlemleri ayrıca uygulanmamıştır.



Şekil 2.4: Ölçümlerde kullanılan TlInS_2 ve TlGaSe_2 katmanlı kristaller.

2.4. TlGaSe_2 ve TlInS_2 Kristallerin Özellikleri

Talyum dikalgojenler kristallerinin optik ve elektrik özellikleri, yüksek derecede anisotropik yapıya sahip olması, çok sayıda faz geçişinin bulunması bu tip kristaller üzerine olan ilgiyi çekmektedir. Bilim adamları tarafından uzun yıllardır bu kristaller üzerinde çalışmalar devam etmektedir. Literatüre bakıldığında kristallerin optik ve elektrik özellikleri ile ilgili çok sayıda çalışma mevcuttur, fotoiletkenlik, fotoiletkenlik spektrumu, ışık etkisiyle Işıma, yakın band kenar yutumu, gama

iradyasyonu etkisi, ısıyla genleşme, faz geçişleri, IR spektrumu, raman spektrumu, optik özellikler, “Hall” Özellikleri, taşıyıcıların etkin kütleleri, safsızlık düzeyi, yük taşıyıcıların mobilitesi, relaksiyon zamanı, saçılma katsayısı, saçılma uzunluğu, baskın saçılma mekanizması ile ilgili olarak deneysel çalışmalar yapılmıştır [Guseinov et al., 1969], [Suleymanov et al., 1990], [Allakhverdiev et al., 2000], [Abdullaev, 2006], [Karotki et al., 2018], [Seyidov et al., 2009], [Seyidov and Suleymanov, 2010], [Seyidov et al., 2011], [Odrinskii, 2014], [Seyidov et al., 2015], [Seyidov et al., 2016].

Literatürdeki çalışmalarda katmanlı kristallerin özelliklerinin incelenmesi için elektriksel, optik, x-ray difraksiyonu, nötron saçılması gibi yöntemler mevcuttur. Bu yöntemlerden bazıları ise akustik ve opto-akustik yöntemlerdir [Delgado et al., 2007], [McMorrow et al., 1990], [Seyidov et al., 2011], [El-Nahass et al., 2009], [Hanas et al., 1992].

Kristallerin farklı yöndeki elastik sabitleri yapı içerisinde üretilen mekanik dalgaya karşılık gelen ses hızı ile ilişkilidir. Bu sayede kristal içerisinde farklı yönlerde ses oluşturarak ve sesin hızının ölçülmesiyle elastik sabitler hesaplanabilmektedir. Ses hızının sıcaklığa bağımlı olarak ölçülmesiyle de katmanlı kristalin yapısı ve faz geçişleri ile ilgili bilgi edinilebilmektedir. Ultrasonik ses hızı ölçüm yönteminin diğer yöntemlere göre bazı avantajları da vardır, x-difraksiyon ve nötron saçılma yöntemleri kullanılarak elastik sabitler ile ilgili bilgi alınabilir fakat bu sistemler pahalı ve sıcaklıkla kombine edilmesi zordur. Buna karşı ses hızı yöntemi elastik sabitlerin belirlenmesi için ucuz ve sıcaklıkla diğer yöntemlere göre daha kolay kombine edilebilmektedir.

Bir diğer yöntem ise fotoakustik yöntemdir. Fotoakustik yöntemin temeli kristal üzerine ışık gönderip kristal üzerinden açığa çıkan sesin ölçülmesi prensibine dayanmaktadır. Bu yönteminde bazı durumlarda avantajı vardır. Optik iletkenlik, geçirgenlik veya soğrulma gibi ölçümlerde saydam olmayan kristallerden akustik bilgi alınarak bu parametreler belirlenebilmektedir. Diğer taraftan bu tip ölçümlerin yapılabilmesi en azından diğer yöntemler kullanılarak elde edilen sonuçların doğrulanması ve karşılaştırması imkân sağlamaktadır [Ingenier, 2007], [Grivickas et al., 2008].

2.4.1. TlGaSe₂ Kristalleri

TlGaSe₂ kristali talyum dikalgojenler arasında en çok çalışılan kristal özelliğine sahiptir. Bunun nedeni, küçük boyutlarda olması, yarıiletkenlik, fotoiletkenlik, I-V grafiğindeki negatif diferansiyel direnç özelliği, hafıza etkisinin olması, optik özellikleri ve çok sayıda faz geçişinin olmasıdır. Düşük sıcaklıklardaki faz geçişleri ferroelektrik faz, yüksek sıcaklıklardaki faz geçişleri paraelektik faz olarak tanımlanmaktadır.

İlk olarak Volkov tarafından TlGaSe₂ kristalinin dielektrik ölçümleri ile faz geçişleri incelenmiş ve 107 K ile 120 K sıcaklıklarında faz geçişlerinin olduğu tespit edilmiştir [Volkov et al., 1992]. Daha sonra x-ray deneyleriyle TlGaSe₂ kristalinin 117 K - 120 K sıcaklık bölgesinde düzensiz (incommensurate) faz geçişi olduğu raporlanmıştır [McMorrow et al., 1990]. Bu faz geçişi $q(\delta, \delta, 1/4)$, $\delta \approx 0,02$ modülasyon vektörü ile karakterize edilmiştir. Nötron-saçılması deneyleri ise 107 K - 110 K sıcaklıkları arasında orantısız faz durumu olduğunu $q(\delta, 0, 1/4)$, $\delta \approx 0,04$ modülasyon vektörü ile tanımlayarak göstermiştir. Yüksek sıcaklıktaki faz geçişlerine göre düşük sıcaklıklardaki ferroelektrik faz geçişlerinde birim hücrenin c parametresinin dört kat arttığı belirtilmiştir. Daha sonra yapılan araştırmalarda başka bilim otoriterleri tarafından da 107 K - 110 K ve 117 K - 120 K sıcaklıklarında faz geçişlerinin olduğu doğrulanmıştır. Bu sıcaklıktaki faz geçişlerinin yanı sıra 100 K - 103 K, 200 K - 215 K, 240 K - 250 K sıcaklıklarında da faz geçişlerinin olduğu farklı çalışmalarda raporlanmıştır [Aydinli et al., 1993]. Literatüre bakıldığında uzun yıllardır faz geçişleri ile ilgili çalışmaların devam etmesine rağmen hala tam olarak 4,2 K - 294 K sıcaklığı arasında kaç adet faz geçişi olduğu netlik kazanmamıştır. Aynı zamanda faz sayısının, yanında faz dönüşümlerindeki fiziksel mekanizmalarda halen tam olarak çözülememiştir [Seyidov et al., 2009], [Panich and Kashida, 2008].

2.4.2. TlInS₂ Kristalleri

TlInS₂ $Tl^+(M^{3+}X_2^{2-})^-$ ailesine ait olan katmanlı ferroelektrik yarı iletken olan TlGaSe₂ ile benzerdir ve yaklaşık benzer özellikleri taşımaktadır. TlInS₂ ferroelektik yarı iletkeninde $T_i \sim 216$ K sıcaklığında var olan düzensiz (incommensurate(INC)) hazırlık fazı ile birlikte $T_c \sim 200$ K sıcaklığında ferroelektrik faz geçişi meydana gelmektedir [Ilisavskii et al., 1991], [Allakhverdiev et al., 2000], [Seyidov et al.,

2009]. INC faz geiři brilyon sınır ierisinde $k = (\delta; \delta; 0,25)$ noktası yakınlarındaki modlasyon vektr ile bozulmalardan modlasyon yapısının oluřması olarak tanımlanmaktadır. δ burada yaklaşık 0,012 deęerini alan dzensizlik parametresidir. Bozulmaların dalga boyları, dzensiz yksek sıcaklık faz latis sabitiyle kristal ierisindeki c-ekseni boyunca ynelmiřtir. Literatrde kristalin modle edilmiř INC-fazının btnyle tanımlaması henz tam olarak yapılamamıřtır.

Kristalin daha dřk sıcaklıklara soęutulmasıyla, modlasyon periyodlu birim hcrenin $q = (\delta; \delta; 0,25)$ 'de modlasyon periyodunu drde katlayarak T_c sıcaklığında ferroelektrik faza dzenli (commensurate (C)) faz geiři meydana gelir. Dięer bir ifadeyle, daha fazla soęutularak T_c sıcaklığındaki δ deęeri doęrusal olarak 0,012 deęerinden sıfıra dřer. TlInS₂'nin dzensizlik parametresi δ olduka kktr. Drt birim hcre veya 60 Å c-ekseni boyunca dzensiz faz geiři periyodunun uzun olduęu anlamına gelmektedir. Dřk sıcaklık C-fazı ferroelektrik yapıya uymayan zellikler gsterebilmektedir. T_c sıcaklığındaki faz geiřleri ve paraelektriklik yumuřak optik fononların varlığıyla karakterize edilebilir ki optik yumuřak fononlar dzenli ferroelektrięin karakteristik zellięidir. Dřk sıcaklıklardaki ferroelektrik fazda, kendilięinden polarizasyon ikiye katlanmış b-ekseni boyunca ynelmektedir. T_c sıcaklığı altında kristalin uzay simetrisi henz bilinmemektedir.

Kristal ierisindeki ferroelektrik faz geiřinin dzenli (order) veya dzensiz (disorder) olduęu ile ilgili olarak belirsizlik vardır. Fakat bazı alıřmalarda [Vakhrushev et al., 1984], [Mikailov et al., 2003], milimetre - dalga boyu dielektrik spektroskopisi sonularının analizlerinden elde edilen verilerle TlInS₂ kristalindeki ferroelektrik faz geiřinin dzenli (order) - dzensiz (disorder) tipte olduęu iddia edilmektedir.

2.5. TlInS₂ Kristali İerisindeki Kusurlar

Kristalin retimi sırasında meydana gelen kirlilik (impurity) ve latis yapısındaki kusurlardan dolayı TlInS₂ kristalinin elektronik zellikleri sınırlıdır. TlInS₂'deki kusurlar bu malzemenin sadece elektrik ve optik zelliklerini etkilemez aynı zamanda kendine zg olan ilgin fizięini de aıęa ıkarmaktadır [Babaev et al., 2005], [Isik et al., 2009], [Odrinskii, 2014], [Seyidov et al., 2015], [Seyidov et al., 2011], [Seyidov et al., 2017]. TlInS₂ kristali zerinde uzun yıllardır alıřılmasına raęmen, kristal ierisinde var olan atlak (interstitial), bořluklar (vacancies), karbon,

oksijen ve silikon grubu benzer hafif atom kirliliği ve komşu atomlarla olan karışık yapı gibi kusurlar ve bu kusurların nasıl kontrol altına alınacağı tam olarak çözülememiştir.

TlInS₂ kristali içerisindeki derin düzey tuzaklar hakkındaki bilgiler Işık uyarımlı Akım Spektroskopisi (Photo Induced Current Spectroscopy (PICTS)) yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. TlInS₂ kristali içerisinde beş adet temel derin düzey tuzak saptanmıştır. Bu tuzaklar TE2, BT23, B5, B7 ve DO olarak bilinmektedir [Odrinskii, 2014], [Seyidov et al., 2015], [Seyidov et al., 2011]. PICTS yöntemi kullanılarak tuzakların işaretleri yani ana (Major) veya ara (minör) taşıyıcı tuzağı olduğu belirlenememektedir. Sadece p-tip TlInS₂ yarı iletkeni bulunduğu için, derin düzey yakalayıcıların (acceptors) TE2, BT23, B5, B7, DO olduğu düşünülmektedir. TE2, BT23, B5 ve B7 derin düzey tuzakları Tb, Er, La ve B atomları ile katkılanmış TlInS₂ kristali içerisinde Seyidov tarafından yapılan çalışmayla tespit edilmiştir [Odrinskii, 2014], [Seyidov et al., 2015], [Seyidov et al., 2011]. Bu sonuç TlInS₂ kristalinin kendiliğinden doğal derin düzey tuzakları bulunduğunu gösteren diğer bir sonuçtur.

TlInS₂ üçlü grup (ternary) bileşeni içerisinde tespit edilen derin düzey tuzaklar arasındaki anahtar düzey kusuru B5 derin düzey kusurudur. B5 derin düzey kusuru için ölçülen aktivasyon enerjisi (E_{B5}) 0,3 eV.'dur. PICTS yöntemi tuzakların işaretini belirleyemediğinden dolayı ölçülen aktivasyon enerjisinin değerlik (valence) ya da iletken (conduction) bantlarının hesaplanacağı ile ilgili bir şey ifade etmek oldukça zordur. Tuzağın aktivasyon sıcaklığı ve yakalama-geçiş (capture-cross) kesiti sırasıyla $\Delta T = 190-240$ K ve $T = 1,8 \times 10^{-16} \text{cm}^2$ 'dir [Odrinskii, 2014], [Seyidov et al., 2015]. B5 derin düzey tuzağının aktif durumu T_c sıcaklığında TlInS₂ kristalinin ferroelektrik faz sıcaklık bölgesi ile uyuşmaktadır.

Katkılanmamış TlInS₂ kristalinde B7 kusuru olarak bilinen derin düzey kusur diğer temel düzey kusurudur [Odrinskii, 2014], [Seyidov et al., 2015]. B7 derin düzey, $\Delta T \sim 240-300$ K sıcaklık bölgesindeki TlInS₂ kristalinin taşıyıcı (carrier transport) ve yük emisyonu tarafından kontrol edilir. $\Delta T \sim 240-300$ K sıcaklığı INC-faz geçiş sıcaklığının hemen üzerindedir. Bu faz bölgesi altında katkılanmış TlInS₂ kristali içerisindeki doğal derin merkezleri üzerine odaklanılmıştır. Aynı zamanda düşük sıcaklık ($T < 240$ K) kristal faz geçiş bölgelerinde iyonize olur ve bu da TlInS₂ kristalinin elastik özelliklerini etkiler. Dolayısıyla doğal derin düzey

merkezlerinden olan B5 ve B7 bizim esas olarak bu tez çalışmasında ilgilendiğimiz kusurlardır.

2.6. TlGaSe₂ ve TlInS₂ Kristallerindeki Hafıza Etkisi

Hafıza (Memory) etkisi bir numunenin daha önceki zamanlardaki davranışların hatırlanması olarak tanımlanmaktadır [Lederer et al., 1986], [Jamet, 1988]. Hafıza etkisi INC-fazına sahip sistemlerin özel karakteristiğidir ve INC-faza sahip ferroelektriklerin hafıza etkisi gösterdiği çok iyi bilinmektedir. Hafıza etkisinin uyarılması numunenin INC- faz sıcaklık bölgesi içerisindeki tavlama sıcaklığında, T_{ann} , belirli bir süre bekletilmesi ile gözlemlenir. Hafıza etkisi fiziksel olayı kristal içerisindeki doğal hareketli kusurların uzaysal düzeni ile ilişkilidir. Doğal hareketli kusurlar INC-modülasyon etkisi altında dağılır ve numunenin tavlama sırasında kusurlar belirgin bir düzen şeklini alırlar. Tavlanmış hareketli kusurlar periyodik kusur yoğunluk dalgası (defect density wave (DDW)) meydana getirirler. DDW, T_{ann} sıcaklığında INC-modülasyonu ile aynı periyoda sahip olan düzen şeklinin geçici olarak donmasıdır. Dış şartların değiştirilerek, yarıkararlı (metastable) faza kitlenmesine neden olacak etkinin oluşturulmasıyla, DDW, INC- yapı üzerinde ciddi anlamda perçinlenir [Lederer et al., 1986], [Jamet, 1988]. Kusurların dağılımının hareketliliği tarafından belirlenen hareketli kusurların rahatlama (relaxation) süresi, ölçümler için gerekli zamanı aştığı için INC- faz bölgesi dışındaki sıcaklıkta DDW'nun korunması mümkündür.

2.7. Katılarda Elastiklik

2.7.1. Katılar İçerisinde Elastik Sabitler ve Ses Hızı Arasındaki İlişkinin Türetilmesi

Elastik özellik malzemenin deformasyon etkisine olan direncidir. Diğer bir ifadeyle malzemeye bir kuvvet veya stres uygulandığında malzemenin yapısında bir deformasyon oluşur, uygulanan stres malzemedan kaldırıldığında malzemenin eski haline dönme kabiliyetini veren katsayıdır. Her katının bir elastik özelliği vardır ve bu elastik özelliği sayesinde katıya bir stres uygulandığında belli bir limit noktasına kadar deformasyon veya atomlar arası yerdeğiştirme hareketi yapabilir. Elastik limit

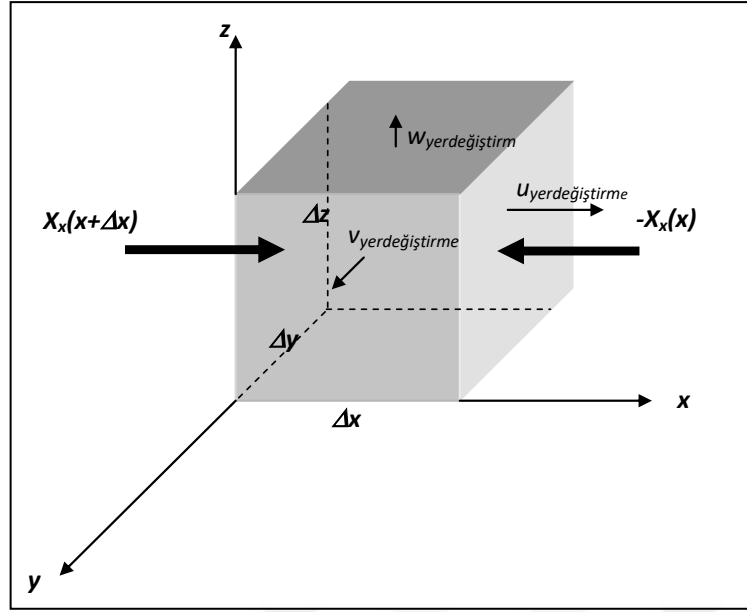
değerden sonra katı içerisinde daimi deformasyonlar meydana gelir ve şekil değişiklikleri gerçekleşebilir. Elastik limit sınırları içerisinde uygulanan kuvvete karşılık bir yerdeğiştirme vardır, bu ilişki Hook's yasası olarak bilinir. Uygulanan gerilme (stress) ile gerinim (strain) arasında doğrusal ilişki bulunmaktadır bu ilişkinin katsıyısı ise yay sabiti veya mikroskalada elastik sabit olarak tanımlanır ve aşağıdaki Denklem 2.1 ile verilmektedir.

$$F = -sx_s \quad (2.1)$$

Burada F : kuvvet (Gerilim), x_s : yerdeğiştirme (Gerinim), s : yay sabitidir (elastik sabit).

Elastik sabiti malzeme içerisindeki serbest enerjinin gerinime (Gerinim) olan ikinci türevidir ve atomlar arası bağ ve Debye Teorisi içerisinde katıların termal özellikleri ile ilişkilidir. Özgül ısı (specific heat) ve ısısal (thermal) genleşme ile birlikte elastik sabitinin kullanılmasıyla farklı termodinamik fonksiyonların durum denklemi yazılabilir. Bu anlamda katıların elastik sabitlerinin belirlenmesi önemli ve bazı hesaplamalar ve sonuçların elde edilmesi için gereklidir.

Katı kristal malzemeler için oluşturulan Hook Yasası'nın uygulandığı model aşağıda Şekil 2-5'de verilmektedir [Kittle, 1996]. Şekil 2-5'de gösterildiği üzere X, Y ve Z sırasıyla x, y ve z eksenlerine uygulanan kuvvetlerdir. X, Y ve Z kuvvetleri alt indisleri ise kuvvetlerin yönlerini belirtmektedir. Örnek olarak; X_x : x ekseninde kuvvet uygulandığında x eksenini dik kesen düzlem üzerindeki (yz düzlemi) deformasyon, Y_z : y ekseninde kuvvet uygulanması sonucu z eksenini dik kesen düzlem üzerindeki (xy düzlemi) deformasyonu, Z_y : y ekseninde kuvvet uygulandığında y eksenini dik kesen düzlem üzerindeki (xz düzlemi) deformasyonu ifade etmektedir.



Şekil 2.5: Küp modele uygulanan kuvvetler ve yerdeğistirmeler.

Uygulanan kuvvetler sonucundaki yerdeğistirme hareketlerinin lineer olmamasından dolayı u , v ve w yerdeğistirmeleri bölgesel yerdeğistirme olarak tanımlanmaktadır. Modele göre kristalin her bir yönüne kuvvet uygulandığında kristal üzerinde oluşacak gerinimler Denklem 2.2, 2.3'te tanımlanmaktadır. e gerinimi, alt indislerdeki birinci indeks uygulanan gerilim yönünü ikinci indeks gerinim yönünü ifade etmektedir.

$$e_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x}, \quad e_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y}, \quad e_{zz} = \frac{\partial w}{\partial z} \quad (2.2)$$

$$e_{xy} = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x}, \quad e_{yz} = \frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y}, \quad e_{zx} = \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} \quad (2.3)$$

Şekil 2-5'deki model üzerinde farklı yönlerde kuvvetler uygulandığında toplamda dokuz farklı yönde kuvvet oluşmaktadır. Belirlenen modelin küp şeklinde seçilmesi nedeniyle ve küp modelin merkeze göre dönmesini engellemek için bazı yöndeki kuvvetlerin birbirine eşit olarak seçilmesi ($Y_z=Z_y$, $Z_x=X_z$, $X_y=Y_x$) sebebiyle deformasyona neden olan kuvvet sayısı dokuzdan altıya düşmektedir. Model küp üzerine uygulanan kuvvetler hook yasası gereği, farklı yönlerde küçük deformasyonlara (gerinimlere) neden olurlar. Denklem 2.1'de verilen temel tanıma göre kuvvetlerin oluşturduğu gerinimler ve kristalin yönüne göre farklılık gösteren elastik sabitler arasındaki ilişkiler Denklem 2.4'te verilmektedir. Denklem 2.4'te

verilen C_{ij} ilgili yöndeki elastik sabitleri tanımlamaktadır. Denklem 2.4'te verildiği üzere küp şeklindeki bir kristal üzerinde farklı yönlerde 36 farklı elastik sabit tanımlanmaktadır.

$$\begin{aligned}
X_x &= C_{11}e_{xx} + C_{12}e_{yy} + C_{13}e_{zz} + C_{14}e_{yz} + C_{15}e_{zx} + C_{16}e_{xy} \\
Y_y &= C_{21}e_{xx} + C_{22}e_{yy} + C_{23}e_{zz} + C_{24}e_{yz} + C_{25}e_{zx} + C_{26}e_{xy} \\
Z_z &= C_{31}e_{xx} + C_{32}e_{yy} + C_{33}e_{zz} + C_{34}e_{yz} + C_{35}e_{zx} + C_{36}e_{xy} \\
Y_z &= C_{41}e_{xx} + C_{42}e_{yy} + C_{43}e_{zz} + C_{44}e_{yz} + C_{45}e_{zx} + C_{46}e_{xy} \\
Z_x &= C_{51}e_{xx} + C_{52}e_{yy} + C_{53}e_{zz} + C_{54}e_{yz} + C_{55}e_{zx} + C_{56}e_{xy} \\
X_y &= C_{61}e_{xx} + C_{62}e_{yy} + C_{63}e_{zz} + C_{64}e_{yz} + C_{65}e_{zx} + C_{66}e_{xy}
\end{aligned} \tag{2.4}$$

X, Y, Z ve alt indisleri ile ifade edilen terimler kuvvet tensörü olarak adlandırılır. X_x : x eksenine normal olan yüzeye dik olan kuvvet olarak tanımlanır. Aynı tanım diğer kuvvet tensörleri için de geçerlidir. e_{ab} : gerinim tensörleridir. İndisleri aynı olduğunda uzunlukların değişmesini ifade ederken, farklı olduğunda açılarının değişmesini de ifade eder. e_{xx} , e_{yy} , e_{zz} gerinim tensörleri x, y ve z yönündeki yerdeğiştirmeyi ifade ederken, e_{xy} , e_{yz} , e_{zx} tensörleri indisler arasındaki açılardaki yerdeğiştirmeyi ifade eder.

Fakat küp şeklindeki bir kristal yapı üzerindeki elastik sabitlerin bazılarının simetrik olması nedeniyle Denklem 2.4'te verilen 36 elastik sabit 21 adete düşmektedir. Şekil 2-5'deki model küp şeklindeki kristal içerisinde bazı yönlerdeki elastik sabitlerinde sıfıra eşit olması nedeniyle, elastik sabiti sayısı üçe düşmektedir. Denklem 2.4'teki sadeleştirmeler sonucunda Denklem 2.5'deki ifadeye ulaşılabilir. Denklem 2.5'de verildiği üzere model bir küp yapıdaki kristal için C_{11} , C_{12} ve C_{44} elastik sabitleri mevcuttur, diğer 18 adet sabit ya gösterilen sabitlere eşittir ya da sıfırdır. Elastik sabitlerin değerlerini kristal diziliş yapısına göre aşağıdaki gibi gruplandırabiliriz.

İzotropik yapıya sahip kristaller için; $C_{11}=C_{22}=C_{33}$, $C_{12}=C_{13}=C_{23}$ ve $C_{44}=C_{55}=C_{66}=1/2(C_{11}-C_{12})$ 'tür. Kübik yapıya sahip kristaller için; $C_{11}=C_{22}=C_{33}$, $C_{12}=C_{13}=C_{23}$, ve $C_{44}=C_{55}=C_{66}$ 'dır. Hexogonal yapıya sahip kristaller için, koordinat sistemi eksenler boyunca seçildiğinde; $C_{11}=C_{22}$, $C_{13}=C_{23}$, $C_{44}=C_{55}$, $C_{66}=1/2(C_{11}-C_{12})$ 'dır. Tetragonal yapıya sahip kristaller için, koordinat sistemi eksenler boyunca seçildiğinde; $C_{11}=C_{22}$, $C_{13}=C_{23}$, $C_{44}=C_{55}$ ve C_{66} 'dır.

Bizim modelimizdeki kübik kristal kullanıldığında kristal yönlerine göre Gerilme, Gerinim ve elastik sabitlerini gösteren ilişki Denklem 2.5'te son hali ile verilmektedir.

$$\begin{aligned}
X_x &= C_{11}e_{xx} + C_{12}e_{yy} + C_{12}e_{zz} + 0 + 0 + 0 \\
Y_y &= C_{12}e_{xx} + C_{11}e_{yy} + C_{12}e_{zz} + 0 + 0 + 0 \\
Z_z &= C_{12}e_{xx} + C_{12}e_{yy} + C_{11}e_{zz} + 0 + 0 + 0 \\
Y_z &= 0 + 0 + 0 + C_{44}e_{yz} + 0 + 0 \\
Z_x &= 0 + 0 + 0 + 0 + C_{44}e_{zx} + 0 \\
X_y &= 0 + 0 + 0 + 0 + 0 + C_{44}e_{xy}
\end{aligned} \tag{2.5}$$

Şekil 2.1'de verilen model $\Delta x \Delta y \Delta z$ hacim büyüklüğündeki bir küpün normal x eksenini olan düzleminin her iki tarafında birbirine zıt yönde iki kuvvet etkiğini düşünerek ($F_1 = -X_x(x)$, $F_2 = X_x(x + \Delta x)$), newton hareket denklemi Denklem 2.5 ile yazılarak,

$$F_{net} = ma = X_x(x + \Delta x) - X_x(x) \tag{2.6}$$

aşağıda Denklem 2.7'de verilen ifadeye ulaşılır.

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = \frac{\partial X_x}{\partial x} + \frac{\partial X_y}{\partial y} + \frac{\partial X_z}{\partial z} \tag{2.7}$$

Denklem 2.7'de verilen X_x , Y_y ve X_z ifadelerindeki gerinimler e_{xx} , e_{yy} , e_{zz} , e_{xy} ve e_{zx} x, y ve z eksenlerinde olan u, v ve z yerdeğiştirmeleri cinsinden Denklem 2.8'deki gibi tanımlanarak ve türevleri alınarak Denklem 2.7'de yerine koyduğumuzda Denklem 2.9'u elde ederiz.

$$\begin{aligned}
e_{xx} &= \frac{\partial u}{\partial x}, \quad e_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y}, \quad e_{zz} = \frac{\partial w}{\partial z}, \\
e_{xy} &= \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x}, \quad e_{zx} = \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x}
\end{aligned} \tag{2.8}$$

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = C_{11} \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + C_{44} \left(\frac{\partial^2 u}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} \right) + (C_{12} + C_{44}) \left(\frac{\partial^2 v}{\partial x \partial y} + \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial z} \right) \quad (2.9)$$

$\Delta x \Delta y \Delta z$ hacim büyüklüğündeki bir küpün normalı x eksenine olan düzleminin her iki tarafına da birbirine zıt yönde iki kuvvet uygulandığında elde edilen diferansiyel Denklem 2.9 katı malzeme içerisinde yayılan dalga denkleminin karşılığı gelmektedir.

Bu denklemin anlamı ise, bir küpün veya kristalin X, Y veya Z yönünde boyuna dalga üretilmesiyle ve üretilen dalga hızının ölçülmesi ile C_{11} elastik katsayısının bulunabileceği anlamına gelmektedir. Boyuna dalga sadece, dalga yönü ile aynı yönde yer değiştirme meydana getirdiği için, Denklem 2.9'a göre x yönünde bir boyuna dalga oluşturulursa sadece x yönünde u yer değiştirme meydana gelecektir v ve w yer değiştirmeleri sıfır olacaktır. Sonuç olarak Denklem 2.10'daki sadeleşmiş ifade elde edilir. Denklem 2.10'un çözümü sonucunda kristal içerisinde x-yönünde gerilme hareketi yapmaya neden olan boyuna ses dalgası üretildiğinde C_{11} elastik sabiti ile boyuna ses dalgası hızı arasındaki ilişki Denklem 2.10'da olduğu gibi elde edilir.

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = C_{11} \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (2.10)$$

$$C_{11} = \rho (v_{boyuna})^2 \text{ veya } v_{boyuna} = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}} \quad (2.11)$$

Denklem 2.9'da bu sefer x yönünde bir enine dalga oluşturulursa sadece y yönünde v yer değiştirme meydana gelecektir ve u ve w yer değiştirmeleri sıfır olacaktır. Enine dalga sadece, dalga yönüne dik yönde yer değiştirme meydana getirdiği için, yukarıdaki denkleme göre C_{44} elastik sabiti bir küpün veya kristalin X, Y veya Z yönünde enine dalga üretilmesiyle ve üretilen dalga hızının ölçülmesi ile C_{44} elastik katsayısı bulunabilir. Denklem 2.9 içerisindeki birinci ve üçüncü terimlerdeki türev ifadelerinin sıfıra eşit olması nedeniyle sadeleşmiş olarak Denklem 2.12 elde edilir. Denklem 2.12'nin çözümü sonucunda kristal içerisinde y veya z -yönünde gerilme hareketi yapmaya neden olan enine ses dalgası üretildiğinde

C_{44} elastik sabiti ile enine ses hızı arasındaki ilişki Denklem 2.13'te olduğu gibi elde edilir.

$$\frac{\partial^2 v}{\partial t^2} = C_{44} \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} \quad (2.12)$$

$$C_{44} = \rho(v_{enine})^2 \text{ veya } v_{enine} = \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}} \quad (2.13)$$

C_{12} 'nin bulunabilmesi için ses dalgasını sadece bir yönde göndermek yeterli olmamaktadır. Dolayısıyla ses dalgasının x, y ve z yönlerinin bileşiminde göndermek gerekmektedir. xy düzleminde ses dalgası üreterek C_{12} katsayısı hesaplanabilir. Bu yönde enine bir ses dalgası üretirsek z yönünde w yerdeğiştirme meydana gelecektir. Boyuna dalga üretilirse, x yönünde u ve y yönünde v yerdeğiştirme meydana gelecektir. Bunlara göre diferansiyel denklemlerin çözülmesi sonucunda, her bir katsayı tek tek hesaplanabilir. Denklem 2.9'un sadeleştirilmesiyle Denklem 2.14 ve Denklem 2.15 ifadeleri elde edilir.

$$v_{enine} = \sqrt{\frac{C_{44}}{\rho}} \quad \text{ve} \quad v_{enine} = \sqrt{\frac{(C_{11}-C_{12})}{2\rho}} \quad (2.14)$$

$$v_{boyuna} = \sqrt{\frac{(C_{11}+C_{12}+2C_{44})}{2\rho}} \quad (2.15)$$

Yukarıda verilen ifadeler, katılar içerisinde yayılan ses dalgası hızının katı malzemenin yöne bağlı olarak değişen elastik sabitleri arasındaki ilişkileri vermektedir ve bu ifadeler sadece kübik kristal özelliğine sahip yapılar için türetilmiştir. Bu ifadeler, kübik yapıya sahip kristal yapılar için, kristal içerisinde ses hızı ölçülerek kristalin farklı yöndeki elastik sabitlerini belirlenebileceği sonucunu vermektedir. Kübik yapıya sahip bir kristal için var olan elastik sabitleri ve ses hızları arasındaki ilişki Tablo 2.2'de verilmektedir.

Tablo 2.2: Kübik bir kristal yapı içerisindeki elastik sabitler ve ses hızlarının yayılım yönlerine göre ilişkileri.

Mod	Yayılım Yönü	Polarizasyon	Elastik Sabit	Ses Hızı
Boyuna	(100)	(100)	c_{11}	$v_b = \sqrt{\frac{c_{11}}{\rho}}$
Enine	(100)	(100)	c_{44}	$v_e = \sqrt{\frac{c_{44}}{\rho}}$
Boyuna	(110)	(110)	$c_B = \frac{c_{11} + c_{12} + 2c_{44}}{2}$	$v_b = \sqrt{\frac{c_b}{\rho}}$
Enine 1	(110)	($1\bar{1}0$)	$c_E = \frac{c_{11} - c_{12}}{2}$	$v_e = \sqrt{\frac{c_E}{\rho}}$
Enine 2	(110)	(001)	c_{44}	$v_e = \sqrt{\frac{c_{44}}{\rho}}$
Boyuna	(111)	(111)	$c_B = \frac{c_{11} + 2c_{12} + 4c_{44}}{3}$	$v_b = \sqrt{\frac{c_b}{\rho}}$
Enine	(111)	(111)	$c_E = \frac{c_{11} - 2c_{12}}{3}$	$v_e = \sqrt{\frac{c_E}{\rho}}$

2.7.2. Elastik Sabitlerin Ses Hızı Ölçümleri Üzerinden Belirlenmesinde Kullanılan Yöntemler

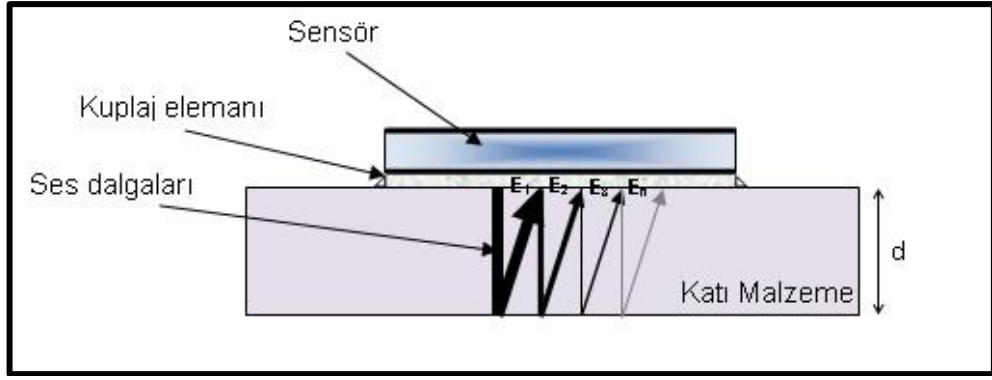
Bir önceki 2.7.1. bölümünde açıklanan teorik hesaplamalara göre katı malzeme içerisinde enine ve boyuna ses dalgalarının hızları ölçülerek katıların latis (lattice) titreşimleri ile ilgili özelliği veren elastik sabitleri belirlenebilmektedir. Dolayısıyla elastik sabiti parametrelerinin belirlenebilmesi için yüksek doğrulukla ses hızı ölçümlerine gerek duyulmaktadır. Ses hızı ölçümleri iki farklı şekilde değerlendirilebilir. Birincisi malzemelerin ayırt edici özelliği olan mutlak ses hızı ölçümü diğeri ise malzeme içerisindeki iki durum arasındaki değişimin gözlemlenebilmesi için ses hızındaki değişimin ölçümüdür. Tez çalışması içerisinde, kristallerdeki ses hızının mutlak olarak belirlenmesinden ziyade, kristal içerisindeki durum değişimlerinin yüksek hassasiyetle algılanmasına yönelik ses hızındaki

değişimler belirlenmiştir. Farklı durumlar için (örneğin sıcaklık değişimi) ses hızı ölçümleri yapılarak oda sıcaklığında ölçülen ses hızı değerine göre normalize edilmiştir.

Ses hızlarının katı malzemeler içerisinde ölçülmesiyle ilgili farklı yöntemler mevcuttur. Bu yöntemler optik, darbe yankı sinyali veya sürekli sinyaller (rezonans yöntemi) temelinde veya bunların bileşimi olarak kullanılmaktadır [Walter and Hidemann, 1956], [Truell et al., 1969], [Skumiel and Kaczmarek, 1993], [Migliori and Maynard, 2005]. Kullanılacak ekipmana ve ölçüm hassasiyetine bağlı olarak bu yöntemlerden biri ses hızı ölçümlerinde kullanılmaktadır. Darbe yankı yöntemlerinde kullanılan ses dalgalarının frekansı 1 MHz ve üzeri frekanslardır. Darbe yankı yöntemlerinde ses dalgasının malzeme içerisindeki uçuş süresinin ve malzeme kalınlığının bilinmesi gerekmektedir. Rezonans yöntemlerinde ise kHz mertebesindeki ses sinyalleri kullanılmaktadır ve malzeme içerisinde oluşan durağan ses dalgasının genlik ve frekansının yüksek doğruluk ile ölçümünü gerekmektedir. Ses hızının ölçülmesinde kullanılan yöntemler bir sonraki bölümde başlıklar halinde verilmektedir.

2.7.2.1. Darbe Yöntemleri

Darbe yankı yöntemlerinin genel çalışma prensibi Şekil 2.6'da açıklanmaktadır. Yüzeyleri birbirine paralel katı malzeme içerisine çok kısa süreli darbe ses dalgaları üretebilen quartz, lithium niobate (LiNbO_3), (BaTiO_3) vb. piezoelektrik özelliğe sahip ultrasonik dönüştürücüler kullanılarak çok kısa süreli yüksek frekanslı (>1 MHz) ses dalgaları darbe sinyali olarak gönderilir. Gönderilen darbe sinyali malzeme içerisinde paralel yüzeyler arasında yansımalar yaparak zamanla sönümlenir. Yansımalar arasındaki zaman farkları, t , ölçülerek ve Denklem 2.16 kullanılarak ses hızı bilgisine ulaşılmaktadır.



Şekil 2.6: Darbe yankı yönteminin çalışma prensibini gösteren şematik çizim.

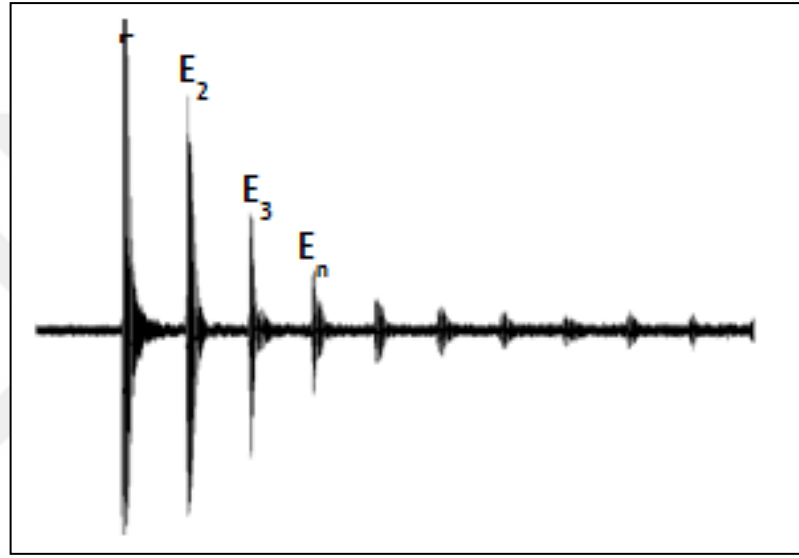
$$v = \frac{2d}{t} \quad (2.16)$$

- d : malzeme boyutu
- t : uçuş süresi
- v : ses Hızı

Şekil 2.6’da gösterildiği gibi malzeme içerisinde ses üretmek amacıyla piezoelektrik özellikte farklı sensörler kullanılmaktadır [www.olympus.com, 2012]. Bu tip sensörler piezoelektrik yapı gereği kendi rezonans frekanslarında ses üretme kabiliyetine sahiptirler. Dolayısıyla sensör üzerine, sensörün rezonans frekansına karşılık gelecek elektronik bir darbe sinyali uygulanarak sensör kendi rezonans frekansında ses dalgası üretmektedir ve üretilen bu ses dalgası sensörden malzeme üzerine kuplajını sağlayan eleman içinden geçerek malzeme içerisine gönderilir. Burada kullanılan kuplaj elemanları sensör ile malzeme arasında ses aktarımını sağlamak amacıyla kullanılan ve empedans uyumu sağlayan yüksek akıcılığa sahip malzemelerdir. Şekil 2.6’da verilen örnekte tek sensör hem verici hem alıcı olarak kullanılmıştır. Bunun yerine malzemenin diğer yüzeyine de bir alıcı sensör yerleştirilerek verici ve alıcı sensörler ayrı olarak kullanılabilir. Bu gibi seçenekler yapılacak deneye göre değişiklik göstermektedir.

Sensör üzerinden malzeme içerisine başlangıç darbe ses paketi gönderilir, bu dalga paketi malzemenin diğer yüzeyinden yansıyarak sensörün malzeme ile kontak olduğu yüzeye geri döner, sensör bu noktada alıcı moduna geçerek gelen ses sinyalini elektronik sinyale çevirir ve bu sinyal uygun yükselteçler ile yükseltilerek osiloskop ekranında gösterilir. Aynı zamanda sensör tarafından algılanan ses

paketinin bir bölümü, malzeme içerisine geri dönerek diğer yüzeyden yansiyarak sensör tarafından tekrar algılanır, fakat bu sefer algılanan ses paketi ilk seferdeki ses paketine göre enerjisinin bir bölümünü kaybetmiş ve genlik olarak azalmış olarak osiloskop ekranında gösterilir. Bu süreç malzeme içerisinde oluşturulan ses paketinin toplam enerjisini kaybedesiye kadar devam eder. Sensör tarafından algılanan yansıma sinyalleri osiloskop ekranında zamanla genliğini kaybeden darbe treni şeklinde gösterilir. Şekil 2.6’da verilen örneğin, osiloskop üzerinde gösterilen darbe treni Şekil 2.7’de gösterilmektedir.



Şekil 2.7: Şekil 2’deki örneğin osiloskop üzerinde gösterilen darbe treni sinyali.

Şekil 2.7’de gösterildiği üzere yansıma sinyalleri arasındaki zaman ölçümleri ve darbe trenindeki genliklerin azalmasıyla da ses yutumu (attenuation) ölçümleri gerçekleştirilebilmektedir [Garland and Novotny, 1969].

Yukarıda bahsedildiği üzere darbe yankı yöntemi temel alınarak ve ölçüm doğruluğunun ve hassasiyetinin daha yüksek düzeylere çıkarılması amacıyla geliştirilmiş farklı ölçüm yöntemleri aşağıda maddeler halinde verilmektedir.

- Darbeleri üst üste çakıştırma ölçümü (Pulse superposition method)
- Faz karşılaştırma yöntemi (Phase comparison method)
- “Sing Around” yöntemi
- Uzun darbe yöntemi (Long pulse)
- Darbe yankı çakıştırma yöntemi (Pulse Echo Overlap)

Bu başlıklarda verilen ölçüm yöntemleri aşağıda özetle anlatılmaktadır.

2.7.2.1.1. Darbeleri Üst Üste Çakıştırma Yöntemi

Bu yöntem ilk olarak Mc. Skimin tarafından önerilmiştir ve malzemeler içerisindeki ses hızı bu yöntem kullanılarak yüksek doğrulukla ölçülebilmektedir [McSkimin, 1961]. Bu yöntemde ölçümü yapılacak katı malzeme üzerinde sadece bir adet dönüştürücü kullanılır. Katı malzeme içerisinde sesin diğer yüzeyden yansıtılarak dönüştürücüye gelme süresi yaklaşık katına (p_c) karşılık gelen T periyodu süresince darbe dizileri üretilir. Darbe üretim frekansı, T periyoduna gelecek şekilde ayarlandığında darbe sinyallerinin üst üste çakışması sağlanır. Ölçülen T süresi Denklem 2.17’de verilmektedir.

$$T = p_c \delta_v - \frac{p\gamma_{cp}}{2\pi f_o} + \frac{n_k}{f_o} \quad (2.17)$$

- T : Darbe üretim frekansının periyodu,
- δ_v : Sesin malzeme içerisindeki uçuş süresi,
- γ_{cp} : Dönüştürücü ile katı malzeme arasında kullanılan kuplaj elemanından kaynaklanan gecikme süresi,
- f_o : CW osilatörünün frekansı,
- n_k : Uygulanan darbe ile algılanan darbe arasındaki ilişkiyi gösteren tam sayıdır.

Sesin malzeme içerisindeki uçuş süresinden ses hızı belirlenebilir. Bu yöntemde difraksiyon etkilerinden ve yansıma sinyalinin uç noktasındaki distorsiyondan, ölçümün çözünürlüğünün kötü olmasından, dönüştürücü ile malzeme arasında kullanılan kuplaj kalınlığının bilinmemesinden vb. bazı etkilerden kaynaklı hatalar bulunmaktadır.

2.7.2.1.2. Faz Karşılaştırma Yöntemi

Faz karşılaştırma yönteminde [Papadakis, 1966], osilatör sinyalinin kapılanması ile koherent dalga paketleri üretilir ve yansıma sinyallerinden birinin

üzerine karşılaştırma sinyali bindirilir, osilatörün frekansı karşılaştırma sinyali ile yansıma sinyali üst üste çakışınca kadar ayarlanır ve böylece ayarlanan frekans malzeme içerisinde oluşan dalga boyunun yarısına karşılık gelen tamsayıya eşitlenmiş olur. Karşılaştırma sinyalinin faz ve genlik ayarı oluşan iki yansıma sinyalinin birbirini götürmesine neden olur. Bu yöntem kullanılarak elde edilen ölçüm doğruluğu 1/10000 seviyesindedir.

2.7.2.1.3. “Sign Around” Yöntemi

Bu yöntem hız değişimlerine karşı oldukça hassas bir yöntemdir [Cedrone and Curran, 1954]. Bu yöntemde iki adet dönüştürücü kullanılır. Dönüştürücülerden biri malzeme içerisine ses göndermek için verici olarak kullanılırken diğeri alıcı olarak kullanılır. Alıcı dönüştürücü tarafından algılanan sinyal algılandığı anda verici konumundaki dönüştürücüyü tetikleyerek bu döngünün sürekli oluşmasını sağlar. Sonuçta tetikleme frekansı sesin malzeme içerisinde kat ettiği yolun süresine karşılık gelir.

Göreceli ses hızı ölçümleri veya ses hızı değişimlerindeki ölçümler için bu yöntem çok kullanışlı olmasına rağmen mutlak ses hızı ölçümleri için yüksek doğruluk sağlamamaktadır. Bunun nedeni ise tetikleme frekansının sesin malzeme içerisinde gerçek uçuş süresinden daha büyük olarak ölçülmesinden kaynaklanmaktadır.

2.7.2.1.4. Uzun Darbe Sinyali Yöntemi

Bu yöntemde [McScimin, 1950] ise verici dönüştürücüye uygulanan sinyal, yansıma sinyali ile çakışacak şekilde geciktirilmesiyle ses hızı Denklem 2.18’de verilen formüle göre bulunabilir.

$$v = \frac{2d(f_{n+1} - f_n)}{1 + (\varphi_n - \varphi_{n+1})} \quad (2.18)$$

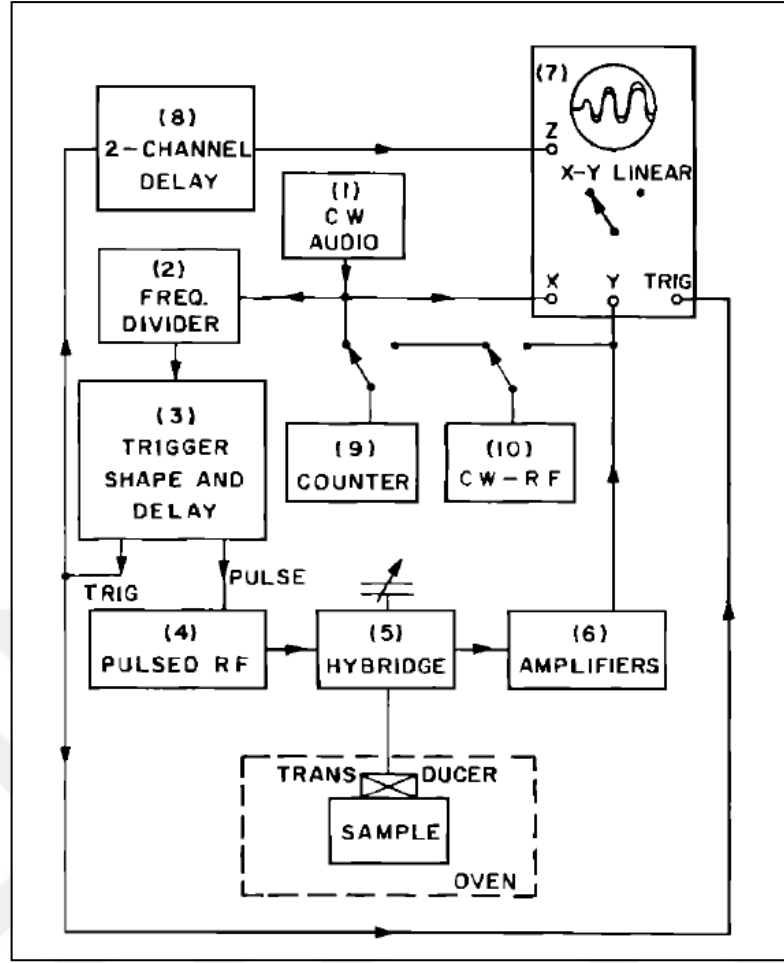
d : malzeme kalınlığı, f : frekans ve φ : yansıma sonucunda meydana gelen faz değişimidir.

2.7.2.1.5. Darbe Yankı Çakışması Yöntemi

Darbe Yankı çakışması yöntemi katı malzemeler içerisindeki ses hızının ölçülmesine yönelik yüksek doğruluğa sahip bir yöntemdir. Bu tez çalışmasında kullanılan yöntemdir. Bu yöntem ilk olarak 1958 yılında John Mayer [Walter and Hidemann, 1956] tarafından geliştirilmiş daha sonra E. Papadakis tarafından 1967 yılında modifiye edilerek günümüzdeki kullanım şekline getirilmiştir [Papadakis, 1967], [Papadakis, 1972]. Literatür bilgisine göre bu yöntem içerisinde darbe ve yankı çakışması sağlanarak ses hızının malzeme içerisindeki uçuş süresi % 0,001 doğrulukla ölçülebilmektedir.

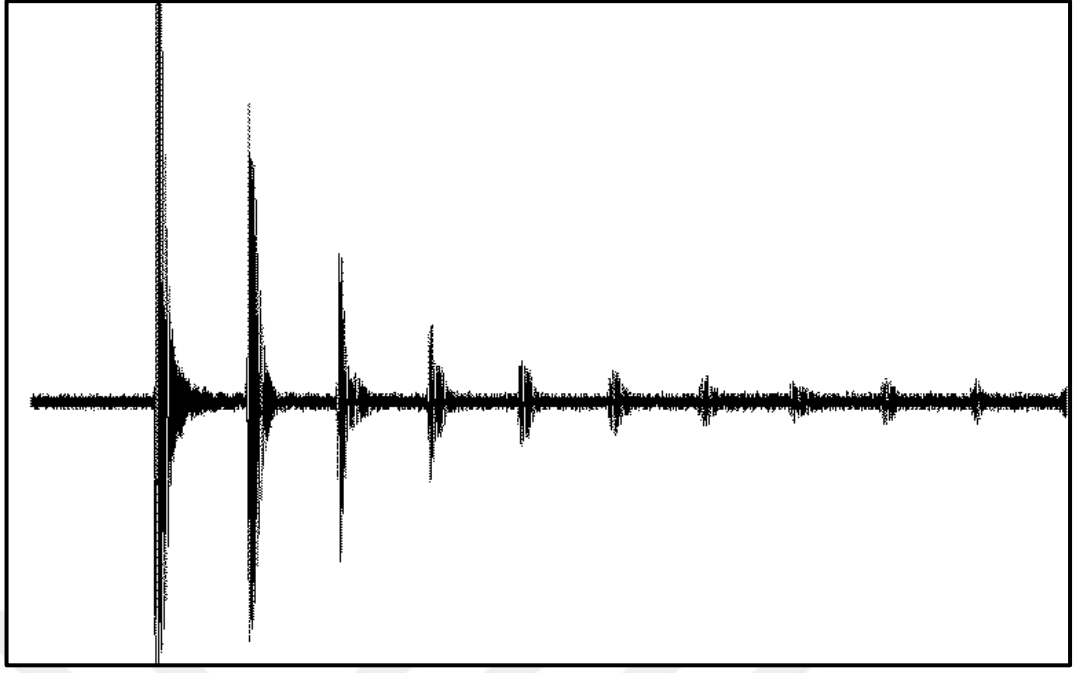
PEO yöntemi diğer yöntemler ile karşılaştırıldığında bazı avantajlara sahiptir. Bu yöntemde dönüştürücü numune üzerine direk kontak yapılabilmesine rağmen aynı zamanda araya başka bir aparat kullanılmasına da olanak sağlamaktadır. Verici dönüştürücü üzerinde oluşturulan ses, vericiye genişbant veya darbe sinyali verilerek oluşturulabilir. PEO yöntemi ile eş zamanlı olarak ses hızı ve sönümleme (attenuation) ölçümleri gerçekleştirilebilir. Ayrıca bu yöntem kullanılarak grup ve faz ölçümleri de gerçekleştirilebilmektedir. E. Papadakis tarafından 1967 yılında oluşturulan ölçüm sistemi Şekil 2.8'de verilmektedir.

Ölçüm düzeneğindeki sinyal üretici (1- CW Audio) osiloskop üzerinde oluşan iki yankı sinyali arasındaki zaman (sesin malzeme içerisindeki uçuş süresi) değerinin tersi olan frekansı sağlayan temel ekipmandır. Sinyal üretici çıkışı osiloskobun X kanalı girişine verilir. Bu sinyal osiloskobun X-Y modundaki X tarama sinyaline karşılık gelmektedir. Frekans sayıcı (9-counter) sinyal üreticinin sağladığı frekansı ölçmek için kullanılmaktadır. Frekans bölücü (2- Freq. Divider), sinyal üreticiden çıkan frekansı bölerek geciktirici üreteci (3- Trigger Shape and Delay) ve RF Darbe üreteci (4-Pulsed RF) tetik sinyali sağlamaktadır. Sistemdeki geciktirici üreteçler (8-Channel Delay), iki adet senkronize olmuş genişliği ve zamanı ayarlanabilir darbe sinyalleri üretir, bu sinyaller osiloskopun Z kanalına girilir ve darbe trenindeki iki yankı sinyalinin seçimine olanak sağlar. Darbe üretici cihazı (4-Pulsed RF) sensörü elektronik olarak sürmek için kullanılır. Piezoelektrik sensör ise malzeme içerisine ultrasonik ses gönderen verici ve yankıları algılayan alıcı görevi görmektedir.



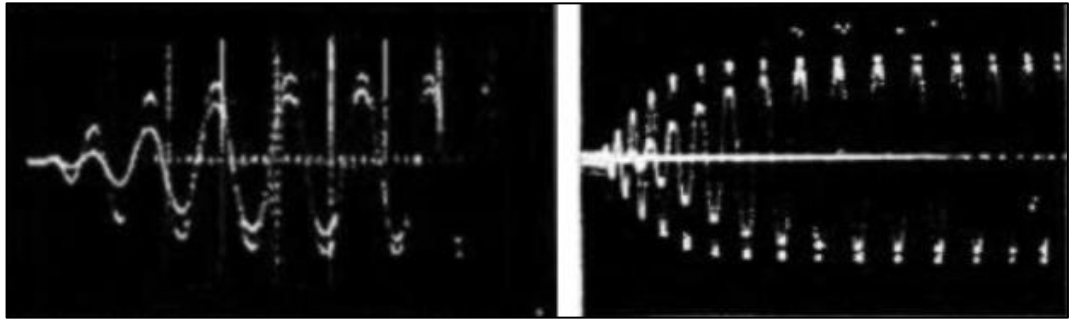
Şekil 2.8: E. Papadakis tarafından kurulan PEO ölçüm düzeneği.

Osiloskopun normal ekran görüntüsünde, uygun “time base” ayarıyla Şekil 2.9’da gösterilen genlikleri zamanla azalan darbe treni sinyali gözlemlenir. Darbe sinyalleri arasındaki zaman farkı ölçülecek iki yankı sinyali Z kanalına girilen sinyalin ışık şiddeti ayarı değiştirilerek darbe sinyallerinin genişlikleri ve zaman ayarları seçilerek ve darbe sinyalleri üzerine getirilerek iki yankı sinyali seçilir. İlk olarak osiloskop ekranı üzerinden darbe treni sinyalindeki darbe sinyalleri arasındaki zaman farkı ölçülür. Ölçülen bu değer tersi sinyal üreticine başlangıç frekans olarak girilir. Daha sonra osiloskop X-Y moduna (Lisagues Figures) getirildiğinde seçilen iki yankı sinyalinin Şekil 2-10’da gösterildiği gibi üst üste çakışmış şekilde olduğu gözlemlenir.



Şekil 2.9: Darbe Tren sinyali.

Sinyal üreticinin frekansı hassas bir şekilde değiştirilerek iki yankı sinyalinin tam olarak üst üste çakışması sağlanır. Frekans sayıcıdan okunan sinyal üreticinin frekansının tersi seçilen iki yankı darbe sinyali arasındaki sesin uçuş süresini verir. Malzeme kalınlığı bilindiği için buradan ses hızı Denklem 2.16'dan hesaplanabilir. Mutlak ses hızı değerlerinin belirlenmesine yönelik dönüştürücünün katı malzeme ile olan kuplaj elemanı içerisinde alınan zaman ve yol bilgisinden kaynaklı ve ses dalgasının katı malzeme içerisindeki saçılımından kaynaklı düzeltmeler kullanılmaktadır. Darbe – Yankı Çakışması ölçümlerinde 5-20 μ s aralığında yapılan zaman ölçümlerinde yaklaşık 0,2 ns'lik bir standart sapma değeri rapor edilmiştir. Rapor edilen bu standart sapma hatası 20 μ s'lik bir zaman ölçümünde 1/10000'lik bir belirsizlik değerine karşılık gelmektedir.



Şekil 2.10: Darbe tren sinyalinden seçilmiş ve üstüste çakıştırılmış darbe sinyalleri.

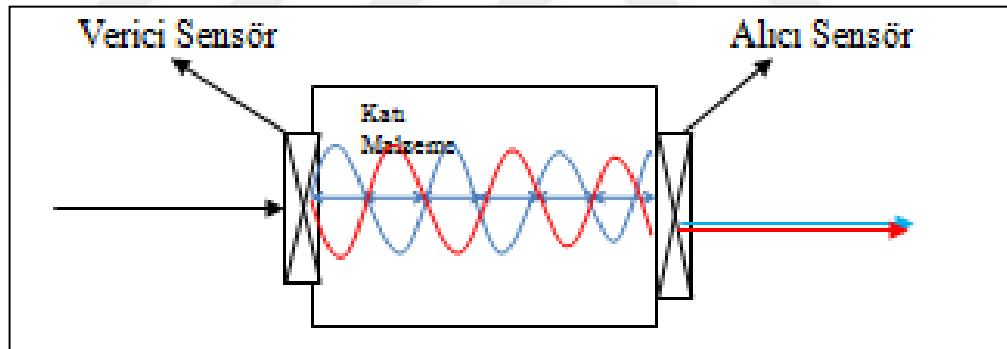
2.7.2.2. Sürekli Sinyaller Kullanılarak Rezonans Yöntemleri

2.7.2.2.1. Sürekli Dalga

Bu yöntemde [Skumiel and Kaczmarek, 1993] malzeme içerisinde durağan dalga (standing wave) (Şekil 2.11) üretilerek ses hızı hesaplanır. Aşağıda şekilde gösterildiği gibi l uzunluğuna sahip bir malzeme içerisinde oluşan f frekansındaki dalga boyu sayısı Denklem 2.19 ile hesaplanır.

$$n = \frac{2lf}{v} \quad (2.19)$$

Bu ifadeden ses hızı v çekilerek hesaplanmaktadır. Örneğin 10 MHz frekansa sahip ses için dalga boyu sayısı 102 mertebesindedir. Frekans modülasyon teknikleri kullanılarak ses hızı ve ses yutumundaki değişimlerde yüksek doğrulukla ölçülebilmektedir.



Şekil 2.11: Malzeme içerisinde oluşmuş durağan ses dalgası.

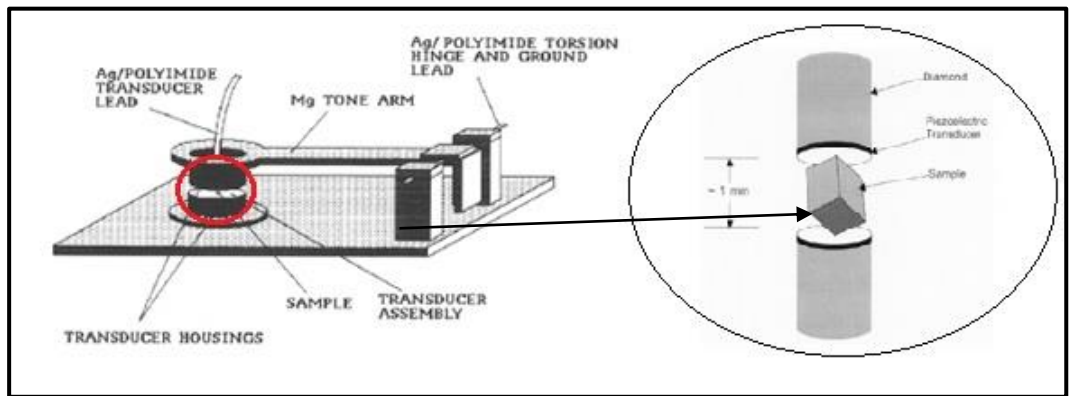
2.7.2.2.2. Kompozit Osilatör (Composite Oscillator) Yöntemi

Bu yöntem içerisinde [Truell et al., 1969] sensör ve numune iki terminalli elektriksel ağ olarak davranır, oluşan bu elektriksel ağın karakteristik yapısı sistemin her bir akustik rezonansdaki empedans değişimine bağlıdır. Sistemin empedansı bir köprü üzerinden ölçülür. Eğer malzeme içerisindeki ses hızında bir değişim olursa, rezonans frekansında bir değişimin olması veya köprü kapasitans üzerindeki değişim üzerinden ölçülebilmektedir. Ölçüm sisteminin doğruluğu $\pm 0,1$ ppm civarındadır.

2.7.2.2.3. Rezonans Ultrasonik Spektroskopisi

Bu yöntem [Migliori et al., 1993], [Migliori and Maynard, 2005] diğerlerinden farklı bir teoriye sahiptir. Diğer yöntemlerde düzlemsel ses dalgasının yayılımı göz önüne alınmaktaydı. Bu yöntem ise tamamen farklıdır. Bu yöntemde ölçülecek malzemenin şekli küp veya küre gibi tam olarak belirlenir. Daha sonra verici sensör üzerinden, malzemenin öz (eigen) frekanslarını içeren bölge kapsanacak şekilde frekans taraması yapılarak alıcı sensör tarafından malzemenin rezonans cevabı belirlenir. Verici üzerine uygulanan tarama frekansı malzemenin öz frekansına karşılık geldiğinde alıcı sensör üzerindeki cevap genliğinde hissedilir bir artma ölçülür.

Öz frekansları elastik sabitine, numunenin şekline, kristal yapının dizilimine, malzemenin yoğunluğuna bağlıdır. Malzemenin şekli, kristal yapının dizilimi ve yoğunluk gibi parametreler önceden hesaplanarak malzeme ile ilgili bütün elastik sabitler tek bir numune üzerinde yapılan ölçümler ile ölçülebilir. Bu yöntem diğer yöntemlerden daha avantajlıdır. Ölçümü yapılacak malzemenin boyutlarının büyük olmasına gerek yoktur. Tek bir kristal yapı ile bütün elastik sabitler belirlenebilmektedir. Elde edilen sonuçların belirsizliği daha düşüktür. Katı içerisinde sesin azalması değerleri daha doğru ölçülebilmektedir. Malzeme ile sensör arasında bir montaj yoktur. Şekil 2.12’de Rezonans Ultrasonik Spektroskopi yönteminin uygulandığı düzenek verilmektedir.



Şekil 2.12: Rezonans Ultrasonik Spektroskopi ölçüm düzeneği.

2.8. Kristal Kusurları

Kristaller katı içerisindeki atomların belirli bir düzen içerisinde dizilmesiyle oluşan yapılardır. Fakat bu tanım ideal bir tanımdır ve hiç bir kristalin içerisindeki atomların hatasız bir düzen içerisinde olması pek mümkün değildir. Kristal yapı içerisindeki düzeni bozan yapıya kusur adı verilmektedir. Kusurlar kristallerin mekanik, elektrik, optik ve manyetik özelliklerini değiştirebilmektedirler. Bu nedenle kusurlar üzerinde çalışılan önemli bir konu olmuştur. Kusurlar sayesinde kristaller yönetilerek mühendislik uygulamalarında istenilen yapılar (cihazlar) elde edilebilmektedir. Bunlar için en iyi örnekler günümüzde elektronikte kullanılan diyotlar, transistörler; ışıkların, kapıların ve hatta çeşmelerin otomatik olarak açılıp kapatılmasını sağlayan günlük hayatımızdaki uygulamalarıdır. Buna ilaveten yine günümüzde çok sık kullandığımız akıllı piller, gösterge ekranları, hafıza kartları, iletişim teknoloji araçları, uzayda çok düşük sıcaklıklarda çalışabilen ve bir uyduyu yönetebilen sensörler veya anahtarlar gibi cihazları sıralayabiliriz.

Katılardaki kristal yapıların ideal olduğunu varsaydığımız zaman, yapı içerisindeki yüksek simetriden dolayı modellerin oluşturulması ve çözülmesi kolaylaşmaktadır. Kusurlar kristaller içerisindeki simetriyi bozmasından dolayı modellerde karmaşık hale gelmektedir ve çözülmesi zorlaşmaktadır. Fakat geçmiş yüz yıl içerisindeki yarıiletken teknolojindeki gelişmelerin hızlı ilerlemesinden kaynaklı olarak kristal yapılar içerisindeki kusurlar ile ilgili teorik modellemeler oluşturulmuştur ve kusurların neden olduğu etkiler teorik olarak açıklanmaya çalışılmıştır. Bununla paralel olarak deneysel çalışmalarda son yıllarda aynı hızda devam etmektedir. Kristaller üzerindeki kusurların çözülmesine yönelik birçok çalışma literatürde bulunmaktadır ve bunlar ile ilgili araştırmalar halen devam etmektedir. Kristal yapı içerisindeki kusurlar çok farklı mekanizmalarda olabilmektedir ve bu kusurların nedeni nano boyuttaki atomik dizilişlerin bireysel veya bütünsel yanlış diziliminden kaylanabilmektedir. Yapılan araştırmalar sayesinde kusurların oluşturduğu mekanizmalar atomik boyutta çözümlenmiş olmaktadır ve böylece nanoteknoloji konusuna katkıları sunulmaktadır [David, 2007].

Kristal yapı içerisinde kusurların oluşma nedeni, kristal içerisinde olması gereken atomun yerinin boş kalması, kristali oluşturan atomdan farklı atomların kristal içerisinde bulunması (impurity) veya sıcaklık, basınç vb. dış etkenlerin kristal içerisinde oluşturduğu etkilerdir. Kristaller içerisindeki kusurlar, noktasal, çizgisel,

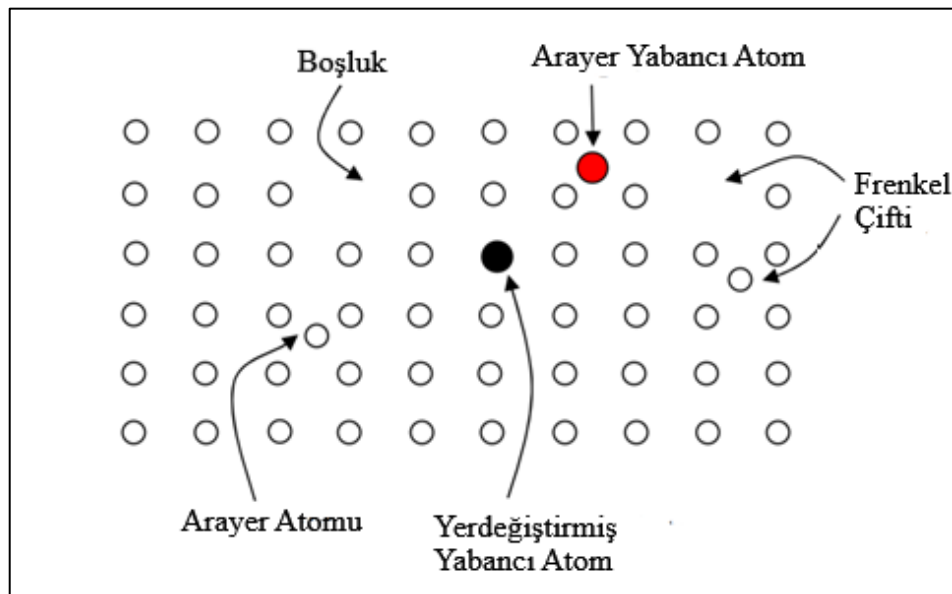
düzlemsel ve hacimsel olmak üzere farklı sınıfa ayrılmaktadır. Bu kusurlar ile ilgili bilgiler aşağıda başlıklar altında verilmektedir.

2.8.1. Noktasal (Point) Kusurlar

Kristal içerisindeki noktasal hata kristal diziliminde kesintiye neden olmaktadır. Noktasal kusurlar; atomların doğal olarak bulunması gereken yerde (vacancy) bulunmaması ve kristal diziliminde atomların bulunması gereken yerden farklı bir noktada bulunmasıdır. Bu tür kusurların oluşumundaki atomlar kristal yapısını oluşturan atomların kendisinden (self interstitial) veya farklı bir atomun bulunmasından (interstitial) meydana gelebilir. Diğer bir noktasal kusur ise kristali oluşturan atomun olduğu yerde yabancı bir atomun bulunmasıdır (impurity). Kusur tiplerinin atom dizilişi içerisindeki gösterimi Şekil 2.13'te verilmektedir. Noktasal kusurlar boyutsuz kusur olarak da bilinmektedir. Noktasal kusur oranı Denklem 2.20 ifadesi ile verilmektedir.

$$\frac{n}{N} = Se^{-E_f/kT} \quad (2.20)$$

n: Atom başına boşluk sayısı, N: Atom sayısı, S Entropi, E_f Boşluk oluşumu için gerekli enerjidir.



Şekil 2.13: Noktasal Kusur tipleri.

2.8.2. Çizgisel (Line) Kusurlar

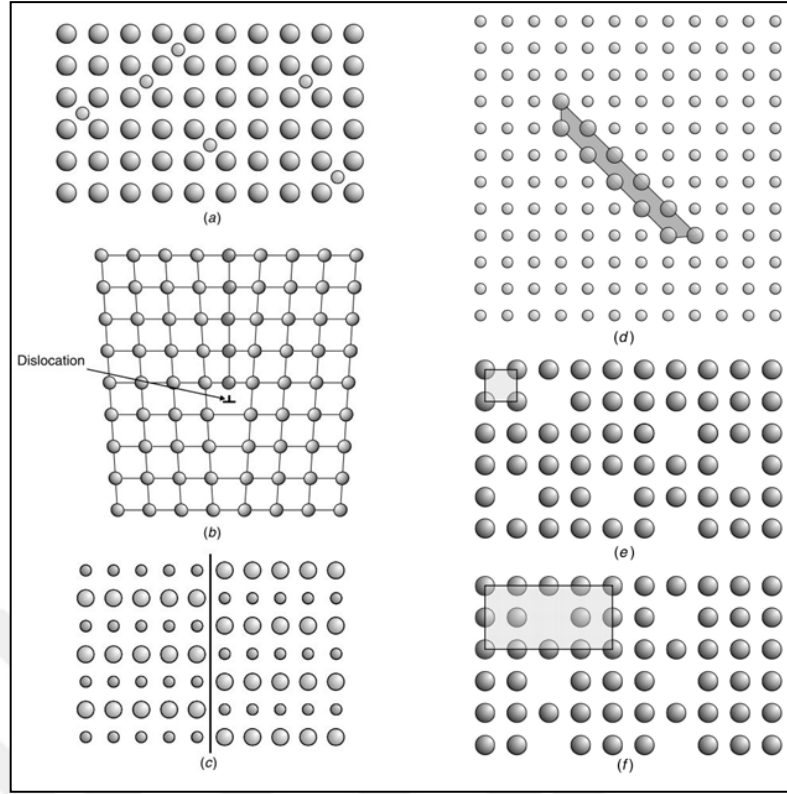
Çizgisel kusurlar (Dislokasyon), belirli bir hat boyunca olan bozukluklardır. “Burgers” vektörü diye ifade edilen fiziksel büyüklük ile oluşum özelliği tayin edilmektedir. Burgers vektörü eğer oluşan çizgisel kusur hattına dik ise kenar tipi, paralel ise vida tipi olarak sınıflandırılmaktadır. Çizgisel hataların yapı içerisinde ortaya çıktığı bölgeler yüksek enerjili yerlerdir ve bu enerji Denklem 2.21’de verilmektedir.

$$E_b = \mu_k b^2 \quad (2.21)$$

Burada μ : Kristal kesme modülü, E: Çizgisel Bölgenin Enerjisi, b:Burger vektörüdür.

2.8.3. Hacimsel (Volume) Kusurlar

Hacimsel kusur diğer bir kusur tipidir. Bu kusurlar ise ikizlenmeler ve slip kaymalar olmak üzere kendi içerisinde iki farklı sınıftadırlar. Kayma şeklinde olanlar kristal içerisindeki düzenin belirgin bir noktadan sonra kayarak devam etmesi, ikizlenme ise yapı hacminin belirli bir açı altında dönerek devam etmesiyle oluşan kusurdur.



Şekil 2.14: Kusur tipleri a) Noktasal b) Çizgisel c) Düzlemsel d) Hacimsel e) İçerisinde fazla atom olan birim hücre kusuru f) İçinde eksik atom olan birim hücre kusuru.

2.8.4. Kusurların Kristalin Elektronik Özellikleri Üzerine Olan Etkileri

Kristal yapı içerisinde var olan kusurlar kristalin elektronik özellikleri üzerinde etkiler oluşturmaktadır. Yarıiletken yapılardaki modele göre elektronların sahip olacakları enerji değerleri iletkenlik (conduction) veya değerlik (valance) bantları olarak tanımlanan enerji düzeylerindedir. Bunların arasındaki bölge yasak bölge olarak bilinmektedir. Fakat kristal yapı içerisindeki kusurlar bu yasak bölgede tuzak (trap) diye ifade edilen ve elektronların bu enerji düzeyinde sıkıştığı yarı kararlı enerji düzeyleri oluşturmaktadırlar. Yine kusurlar kristal yapı içerisindeki serbest taşıyıcıların yoğunluğu (Donor veya Acceptor) üzerinde etkiler oluşturmaktadır ve bu sayede kristalin iletkenlik özelliğini Denklem 2.22’de verildiği üzere değiştirmektedir. Kusurlar tuzak enerji düzeyleri oluşturması sebebiyle serbest elektronların bu tuzak enerji düzeylerine yakalanmaları kristalin iletkenliğinin bozulmasının normal iletkenlik durumuna göre daha kötü olmasına neden olmaktadır.

$$\sigma = ne(\mu_e + \mu_h) \quad (2.22)$$

σ : İletkenlik, μ_e : Elektron Mobiliti, μ_h : Boşluk Mobiliti, n : Boşluk Yoğunluğu, e : Elektron Yüğü ($1,602 \times 10^{-19}$ C)

Yapılan araştırmalardan elde edilen sonuçlar her zaman yukarıda bahsedilen davranışa göre çalışmamaktadır. Bunun için bilim adamları yeni modeller öne sürmektedir. Fakat malzeme yapılarının ve incelenen fiziksel özelliklerin çeşitliliği elde edilen sonuçları tam olarak net kılmamaktadır ve bir sürü bilinmeyen halen çözülmek için beklemektedir. Bu amaçla kusurların daha iyi anlaşılması için kristal yapı üzerine dış etkenler uygulanarak yapı içerisindeki kusurların nedenleri ile ilgili çalışmalar yapılmaktadır. Fotoetki bu dış etkenlerden biridir, diğer bir ifadeyle kristal üzerine ışık düşürülerek kristalin davranışı incelenmektedir. Önce kristalin davranışı karanlık durumunda ölçülmekte daha sonra ise ışık etkisinde belirli bir süre ışığa maruz bırakılarak ölçümler tekrarlanmaktadır. Bu sayede malzemenin fotoiletkenliğinin sürekliliği belirlenmektedir. Fosfor özelliği buna örnek olarak verilebilir, ışık varken malzeme üzerine düşen ışığın karanlık durumunda kaybolması bayağı bir uzun sürmektedir. Kristalin iletkenliği de aynı şekilde malzeme üzerine ışık düşürülmekle değişebilmektedir (photoconductivity). Buna benzer içerisinde kusur bulunduran kristallerin farklı elektronik özellikleri ışık etkisi ile değişim gösterebilmektedir. Kusurların özellikleri daha çok direnci yüksek olan yarıiletken malzemeler için ısı uyarımıyla iletkenliğin ölçülmesi sonucu açığa çıkarılmaktadır. İletkenlikteki bu olağanüstü değişimlerin nedeni de yapı içerisindeki kusur yapılanmasından kaynaklandığı sonucuna varılmaktadır. Elektron spin rezonans, kapasitans, fotokapasitans spektroskopisi veya derin düzey spektroskopisi yarıiletken kristallerin fotoiletkenliğinin kaynaklarıdır ve bu büyüklüklerin ölçülmesiyle kristalin elektronik özellikleri ortaya çıkarılmaktadır [Tilley, 2008].

Noktasal kusurların yaptığı etkileri sınırlı bölgede çizgisel ve hacimsel kusuru olan kristal yapıları için yapmak mümkün olmamaktadır. Çünkü çizgisel ve hacimsel kusurların içerisinde sadece elektron yapısında değil, normal mekanik yapıda da değişimler olmaktadır ve buna göre bir değerlendirilme yapılması gerekmektedir.

Yasak bant aralığında kusurlar geçici bir enerji durumu oluşturmaktadır. Bu yasak bölgede olan olaylar elektronik özellikleri ortaya çıkarmaktadır. Birbirinden farklı atomların ortaya çıkardığı kusurlar için yasak bant enerji aralığında yüzeysel

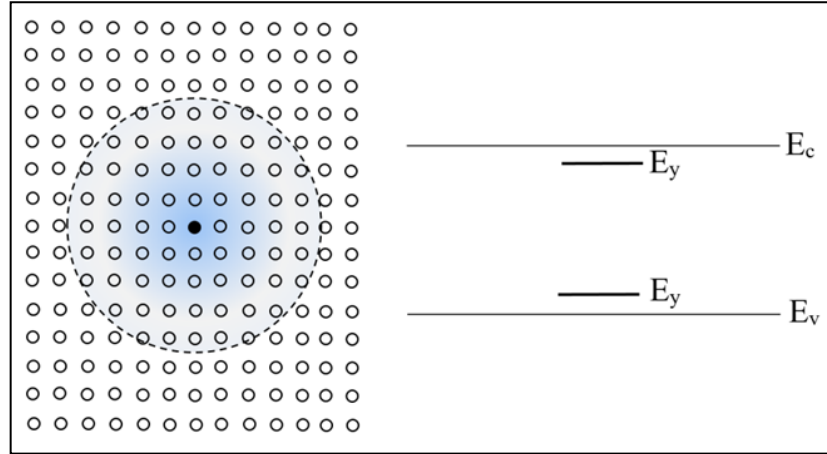
ve derin enerji düzeyleri oluşturan kusurlar olmak üzere iki farklı sınıflandırma yapılmaktadır. Dışarıdan katkılanırılmış atomlar katkı (dopant) olarak tanımlanmaktadır ve bu tip atomların enerji düzeylerinin sığ (shallow) olduđu yani yasak bant aralığında valans ya da iletkenlik bandına yakın bir noktada enerji düzeyine sahiptirler. Sığ enerji düzeyine sahip kusurlar tuzaklama bölgeleri olarak da bilinmektedirler. Sığ düzeylerin ionizasyon enerjisi oldukça düşüktür ve oda sıcaklığında kolaylıkla ionize olabilirler. Sığ düzeylerin ionizasyon enerjisi çekirdeğe bağılı bir elektron olan hidrojen modeli ile açıklanabilmektedir. Kristal içerisinde farklı bir katkı varsa bu katkılar donörler tarafından kullanılarak oda sıcaklığında ionize olan sığ enerji düzeyleri yaratarak, taşıyıcıların serbest kalmasını sağlarlar ve p-tip veya n-tip yarıiletkenleri oluştururlar. Bunların dışındaki durumlar için, elektronların yasak bant aralığında alt ve üst bantlara uzak olmasından kaynaklı olarak elektronların serbest olabilmesi için gerekli enerjinin çok yüksek olması gerekliliğinin ifade eden derin (deep) enerji düzeylerine sahiptirler. Yasak enerji bant aralığında derin enerji düzeyine sahip kusurlar, tuzak (trap), birleşme merkezi (recombination center) veya üretim merkezi (generation center) olarak sınıflandırılmaktadırlar. Derin düzeyler yarıiletkenler için oldukça önemlidirler, çünkü bu tip yapılar yarıiletkene önemli özellikler kazandırır. Örnek olarak hızlı olarak açılıp kapanabilen anahtarlar bu özellik sayesinde olmaktadır. Fotovoltaik uygulamalarda kullanılan yarıiletkenlerde derin düzeylerin olması probleme neden olmakta ve enerji depolayan hücrelerin etkinliğini düşürmektedir. Sonuç olarak kristal içerisindeki derin düzey etkisinin bilinmesi yarıiletken endüstrisinde olağanüstü bir önem oluşturmaktadır ve bu özellik sayesinde kullanılacak alana göre faydalı veya faydasız kristaller ayıklanabilmektedir.

2.8.5. Yarıiletkenlerde Sığ ve Derin Kusurlar (Shallow and Deep Defects)

Kusurlar yarıiletken malzemeler içerisinde enerji bantları oluşturulabilirler. Bu kusurlar yarıiletkenin yasak bandı içerisinde oluşturdukları enerji düzeyine göre sığ (shallow) veya derin (deep level) düzey olarak adlandırılmaktadır.

Sığ düzeyler yarıiletkenin yasak bant aralığını oluşturan iletken ve valans bantlarına yakın bulunan enerji düzeyleridir. İlgili enerji düzeylerinin çok küçük miktarda olması nedeniyle ısı vererek oda sıcaklığında ionize olabilirler. Kristal

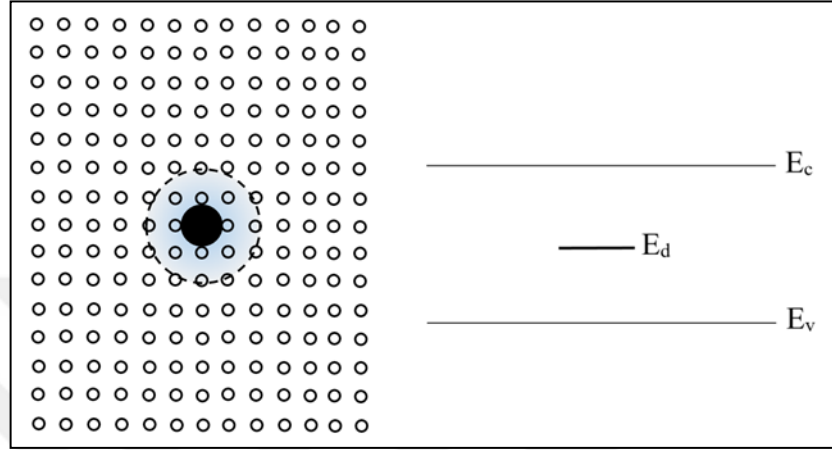
içerisindeki yabancı katkılanmış atomların kristali oluşturan atomlardan bir fazla valans elektronu veya bir az valans elektronu olduğu durumlar sırasıyla verici (donör) veya n-tip katkı, alıcı (acceptor) veya p-tip katkı olarak ifade edilir. Elektron fazlalığı ve eksikliği katkılı atomla Elektriksel (Coulomb) bağ oluşturur. Elektriksel bağlar atomun merkezinde bulunan proton ile elektron arasındaki bağ şeklindedir. Sığ katkıların kristal atomları ile oluşturduğu bağlarda buna benzer fakat modifiye edilmiş bağ şeklindedir. Sığ düzeyler yasak enerji bölgesi içerisinde iletken veya yalıtkan bantlarla yakın bölgelerde bulunurlar. Vericilik durumlarında iletken bant yakın olurken alıcılık durumlarında valans bant kenarına yakın dururlar. Sığ düzeylere bağlı elektron ve boşlukların momentum uzayında oluşturduğu orbitallerin büyük olması nedeniyle, oluşan enerji düzeyi zayıf olmaktadır. Sığ düzeyler oda sıcaklığında kolayca ionize olabilmektedirler ve bu sayede kristal içerisinde serbest taşıyıcılar kolayca oluşabilmektedir. Eğer malzeme içerisinde verici ve alıcı bulunuyorsa serbest taşıyıcı sayısı alıcı sayısı ile verici sayısı farkı ile belirlenmektedir. Yarıiletken malzeme p-tip veya n-tip olması katkılanan atomla belirlenmektedir. Şekil 2.15'deki şematik çizimle yüzeysel düzey kusurların kristal yapı içerisinde oluşturduğu orbitali veya etki alanı gösterilmekte ve yasak bant bölgesi içerisinde bulunduğu enerji düzeyleri örnek bant modeli ile verilmektedir.



Şekil 2.15: Sığ kusurun (E_y) kristal içerisindeki şematiği ve örnek bant modeli.

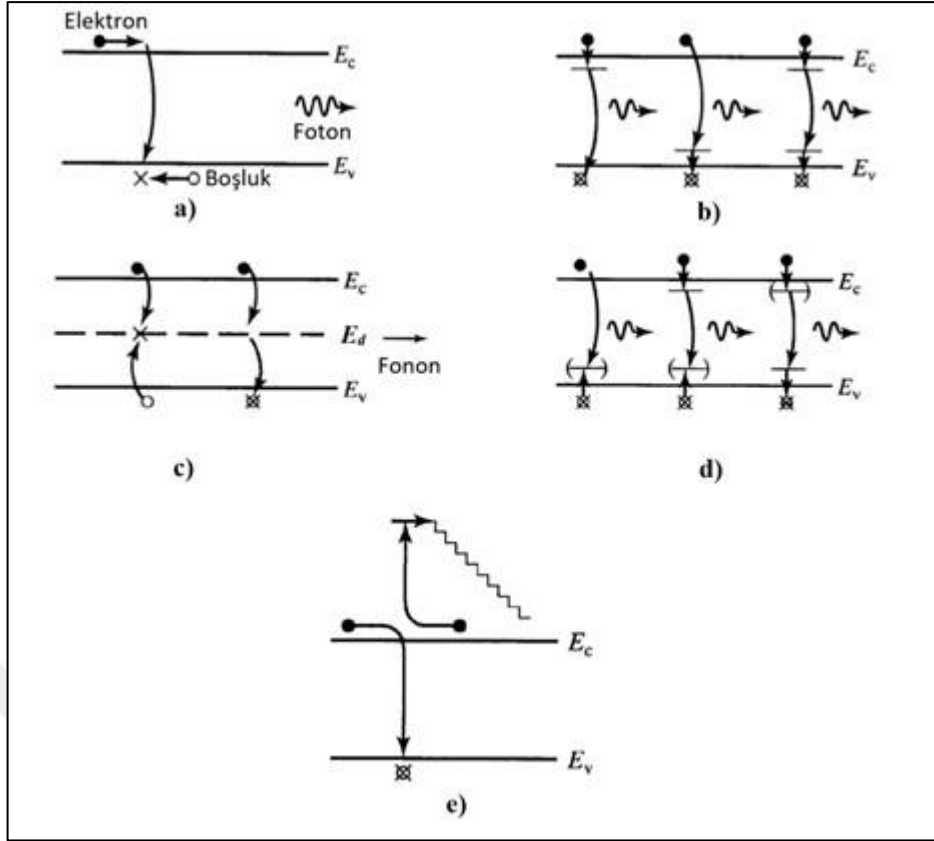
Derin düzeylerin elektriksel potansiyelinin kapsam bölgesi oldukça dardır ve dalga fonksiyonu kristal yapı içerisinde sınırlandırılmış (localized) bölgeler oluşturarak, taşıyıcıların bu bölgelerden çıkmasını daha zor kılmaktadır. Bu nedenle derin düzeylerin yarıiletkenlerin yasak bant bölgesi içerisindeki enerji düzeyleri bant

merkezinine yakın bulunurlar. Derin düzeylere ulaşmak sık düzeylere ulaşmaktan daha zordur ve bu nedenle derin düzeylerin bağ modelleri sık düzeylerin bağ modellerinden daha karmaşıktır. Şekil 2.16'daki şematik çizimle derin düzey kusurların kristal yapı içerisinde oluşturduğu orbitali ve yasak bant bölgesi içerisinde bulunduğu enerji düzeyini gösteren örnek bant modeli verilmektedir.



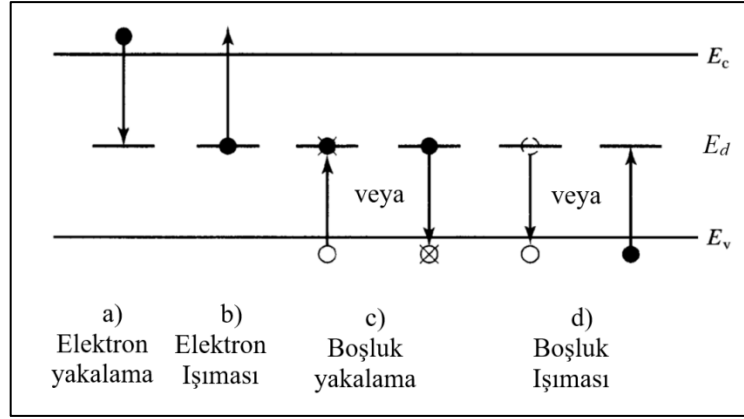
Şekil 2.16: Derin düzey kusurun (E_d) kristal içerisindeki şematiki ve örnek bant modeli.

Derin düzeylere neden olan kusurların yarıiletken içerisinde oluşturduğu serbest taşıyıcı oranı sadece yarıiletken içerisinde bulunan kusur yoğunluğuna bağlı değildir aynı zamanda derin düzeylerin yasak bant içerisinde bulunan enerji düzeylerine, elektron ve boşlukların karşılıklı yakalama kesitine, kristal içerisindeki katkı (dopant) taşıyıcı tip ve yoğunluğuna ve sıcaklığa bağlılık göstermektedir. Derin düzeyler yasak bant bölgesi içerisinde serbest taşıyıcıların tuzaklanması, elektron ve boşlukların birleşim merkezi (recombination) ve serbest taşıyıcı üretim merkezi olarak görev yapmaktadır. Statik ısı denge durumunda olmayan ve bir şekilde uyarılan taşıyıcılar, yasak bant aralığı içerisinde farklı şekillerde tekrar birleşebilirler (recombination). Tekrar birleşmeler ışımaya (radiative) veya ışımaya olmadan (nonradiative) meydana gelebilir. Tekrar birleşmelerin farklı modelleri Şekil 2.17'de gösterilmektedir.



Şekil 2.17: Tekrar birleşme modelleri a) bantlar arası b) yüzeysel düzeyler üzerinden c) Tekrar birleşme merkeziyle d) exciton mekanizmasıyla e) Auger tip.

Örneğin derin düzeyin iletken bant üzerinden elektron yakalaması (Şekil 2.17 a)) sonucunda elektron iletken bantta tekrar ışıma yaparak geri dönebilir (Şekil 2.17 b)) veya derin düzey üzerinden valans bantta (Şekil 2.17 c)) geçebilir. Elektronun valans bantta geçmesi sonucunda tuzaklanmış elektron kayıp edilir ve düzeydeki elektron yerinde boşluk oluşur bu işleme birleşim merkezi denir. Elektronun iletken bantta geri dönmesi işlemi ışıma olarak tanımlanır. Eğer kusurun olduğu bölgede serbest taşıyıcı bulunmuyorsa, valans banttan elektron derin düzeye geçer ve sonrasında elektronun iletken bantta geçmesi işlemi ise üretim merkezi olarak ifade edilir.



Şekil 2.18: Elektron ve Boşlukların yasak bant içerisindeki olası durumlar birleşme modelleri a) bantlar arası b) yüzeysel düzeyler üzerinden.

Sığ ve derin düzeylerin bu davranışları cihaz yapmak amacıyla kullanılmaktadır. Bu cihazlara bir kaç örnek verecek olursak, hızlı anahtarlama cihazları, Işık yayın diyotlar ve devre elemanları üretiminde derin düzey kusurların bu davranış özellikleri kullanılmaktadır.

Bu çalışma içerisinde derin düzey kusurlar olduğu kabul edilen TlGaSe₂ ve TlInS₂ yarıiletkenler üzerindeki etkileri PICTS yöntemi kullanılarak karakterize edilmiştir.

2.8.6. Kusurların Belirlenmesinde Kullanılan Yöntemler

Kristal içerisindeki kusurlar hakkındaki bilgiler optiksel, elektriksel ve manyetik ölçümler yapılması sonucu elde edilmektedir ve bu ölçümler birçok farklı yöntem adı altında bilinmektedir [Eicke, 1993], [Stavola, 1999]. Işıma (Lüminescence), manyetik algılama (EPR) yöntemleri kusurların analiz edilmesinde kullanılan temel yöntemlerdendir. Elektriksel verilerin elde edilmesi kapasitans ölçüm tekniğini temel alan Derin Düzey Geçiş Spektroskopisi (Deep Level Transient Spectropisi, (DLTS) ile yapılmaktadır. Fakat tek başına bu deneyden elde edilen veriler temel ve yapısal bilgi ile ilgili kesin cevabı vermemekte ve kusurların tam olarak tanımlanmasında yeterli olmamaktadır. Bölgesel titreşim mode spektroskopisi (Local vibrational mode spectroscopy), Raman ve Foriyer Dönüşüm Infrared Yutum Spektroskopisi (Fourier Transform Infrared Absorption) gibi yöntemler kusurlar ile ilgili tanımlayıcı bilgiler verebilmektedir. Dolayısıyla kusurların tam bir karakterizasyonun yapılabilmesi için bu deneysel yöntemler ile alınan bilgiler DLTS

sonuçlarıyla koralasyona tabi tutulmaktadır. Işık uyarımlı geçici akım spektroskopisi yöntemi derin düzey kusurların karakterizasyonunda kullanılan DLTS yönteminin bir varyasyonudur. DLTS yöntemi, yalıtkanlık değeri yüksek olan yarıiletkenlerin karakterizasyonunda eklem bölgesinde oluşan düşük kapasitans nedeniyle uygun değildir ve bu nedenle PICTS yöntemi geliştirilmiştir [Hurtes et al., 1978].

2.8.6.1. Işıma (Luminescence) ve Optik Yutum Yöntemleri

Işıma (Lümünescence) ve optik yutum, yarıiletken malzemelerdeki kusurlarla ilgili mikroskobik veri elde etmede kullanılan güçlü yöntemlerdendir. Işıma yöntemiyle kusurların kimyası, kusurların yapısı ve kusurların oluşturduğu yasak bant aralığındaki enerji düzeyleri ile oldukça fazla bilgi toplanabilir. Bu yöntemin temelinde kristal içerisindeki kusurlar ile ilgili bilgi alınabilmesi için kristal içerisine enerji gönderilir ve kristalin yaptığı ışıma ölçülerek kusurlar hakkında bilgi elde edilir. Kristal tarafından ışımanın gerçekleşebilmesi için kristal farklı enerji türleri ile uyarılır ve uyarılan enerji türü yöntem başlığında ışımanın önüne gelerek yöntemin adını oluşturmaktadır. Bu tekniklerin birkaçını sayacak olursak sürtünme enerjisi ile uyarım tribolüminans (triboluminescence), yük enjeksiyonu ile uyarım elektrolüminans (electroluminescence), foton gönderilmesi ile uyarım fotolüminans (photoluminescence), elektron demeti ile uyarım katotlümünans (cathodoluminescence) olarak bilinmektedir. Bunlara benzer farklı uyarımlarla gerçekleştirilen fakat uygulamada çok fazla ilgi görmeyen teknikler mevcuttur [Stavola, 1999].

2.8.6.2. Kapasitans Ölçüm Yöntemleri

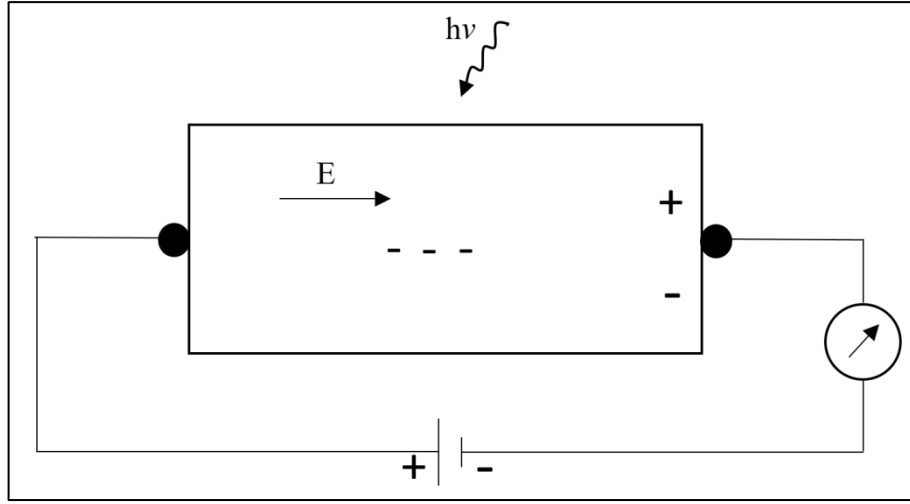
Yarıiletkenlerde temelde eklem (Junction) tekniği olarak bilinen, derin düzeylerin optik ve elektriksel uyarılması sonucu eklemler arasındaki boşalım (depletion) bölgesindeki kapasitans veya akım cevaplarının ölçülmesiyle derin düzeylerin belirlendiği farklı yöntemler vardır [Stavola, 1999]. Bu yöntemler ısı uyarımıyla akım veya kapasitansın ölçüldüğü ve literatürde sıkça kullanılan sırasıyla termal uyarımlı akım (TSC) ve termal uyarımlı kapasitans olarak bilinmektedir. Derin Düzey Geçiş Spektroskopisi yöntemi ise en popüler yöntemdir. DLTS yöntemi kullanılarak kusurun termal aktivasyon enerjisi, yakalama geçiş kesiti (capture cross

section), düzeyin taşıyıcı konsantrasyonu ve dağılımı bilgileri elde edilebilmektedir. Bu bilgiler derin düzey ile ilgili hemen hemen bütün özellikleri verdiği için DLTS spektrumu derin düzey kusurlarının imzası olarak literatürde kabul edilmektedir.

DLTS tekniği derin düzey kusurların belirlenmesinde etkin kullanılan bir tekniktir ve derin düzeylerin belirlenmesinde kullanılan diğer teknikler (Işıklı Uyarılan Geçiş Spektroskopisi, TSC) içerisinde yüksek hassasiyette, ölçümlerin hızlı olarak gerçekleştirilebilmesi ve kristal içerisindeki bütün derin düzeyleri tespit edebilmesi yönünden en yaygın kullanıma sahiptir. 1974 yılında D.V Lang tarafından ilk defa uygulanmıştır [Lang, 1974]. DLTS tekniği kullanılarak, tuzakların azınlık ve çoğunluk taşıyıcı olduğunu, serbest taşıyıcıların konsantrasyonunu, tuzakların aktivasyon enerjisini ve tuzakların yakalama oranları bulunabilmektedir. DLTS tekniğinde yarıiletken kristal içerisindeki derin düzeyler elektriksel veya optik etkiler kullanılarak serbest taşıyıcılarla doldurulur ve etki kaldırıldıktan sonra termal ışıma ile meydana gelen kapasitans değişimleri ölçülerek derin düzeyler hesaplanır. Sabit sıcaklık değişim oranı ile sıcaklık değiştirilerek kristalin sıcaklığa göre tuzakları belirlenerek tuzakların sıcaklığa göre aktivasyon enerjileri belirlenebilmektedir. DLTS tekniği ile yarıiletkenin p^+-n birleşimi ile oluşan boşalma bölgesi içerisinde bulunan derin düzeylerin değişimleri sonucunda kapasitans değişimlerinin ölçülmesiyle derin düzeyler tespit belirlenmektedir. $p-n$ birleşimi oluşturulduktan sonra her iki uç noktadan gerilim uygulandığında, $p-n$ birleşiminin merkezindeki boşalma bölgesinin genişliğinde değişim meydana gelir. Bu değişim boşalma bölgesi içerisinde bulunan birleşim noktasının her iki tarafındaki serbest taşıyıcı sayısında değişime ve dolayısıyla kapasitans değişimine neden olur. Böylece, $p-n$ birleşiminin oluşturduğu birleşim kapasitans ve azınlık yüklerinin yoğunluktaki değişimin oluşturduğu difüzyon kapasitans değerleri bulunabilmektedir.

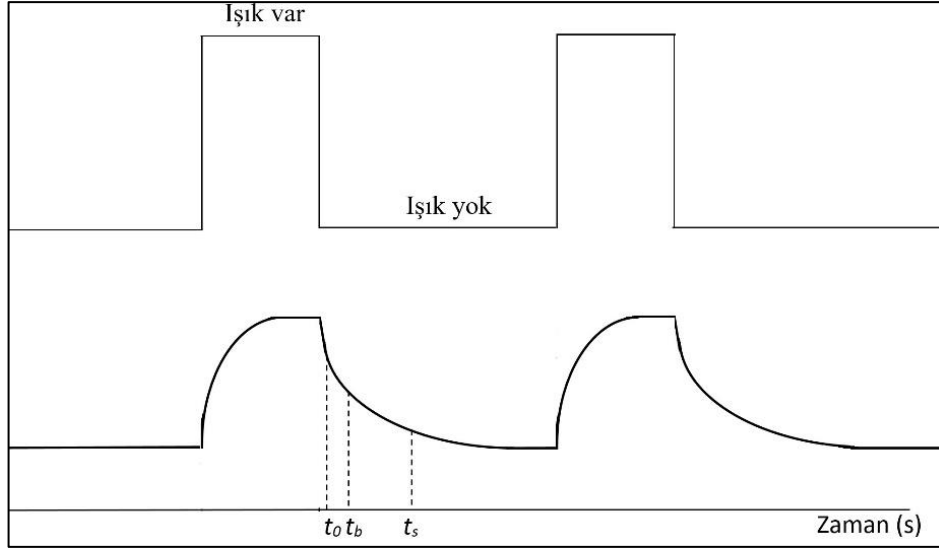
2.8.6.3. Işık Uyarımlı Akım Geçiş Spektroskopi Yöntemi

PICTS yönteminde her iki ucu omik kontakla bağlanmış numunenin periyodik ışık darbeleri ile uyarılarak fotoakım geçişlerinin ısıya göre davranışını temel almaktadır. Işık darbelerine maruz kalan numune içerisinde ışık etkisiyle uyarılan elektronlar iletkenlik bandında elektron hole çiftleri oluşturur. PICTS yönteminin bir numune üzerine uygulanması Şekil 2.19'da gösterilmektedir.



Şekil 2.19: PICTS yöntemiyle kristal içerisinde oluşan elektrik alan ve akım.

Kontaklar arasında bias gerilim uygulandığında elektron yada boşluklar uygulanan gerilimin polarizasyonuna göre derin düzey seviyelerindeki tuzaklara hapsolurlar. Işık kapatıldığında kusur seviyeleri eski durumlarına geri döner, elektron yada boşlukların iletken banda geçişleri numune içerisinde geçen akımına neden olurlar. PICTS yönteminde uygulanan ve darbe ışık aralıklarının ve ölçülen akımın zaman göre şematik modeli Şekil 2.20’de gösterilmektedir. Işık kaynağı kesildikten sonra oluşan geçiş akım bölgesi tuzak seviyeleri hakkında bilgi içeren bölgedir. t_b ve t_s zaman aralığı sinyal kapı aralığı olarak tanımlanmaktadır. Yasak bant aralığında bulunan derin düzey enerji seviyelerindeki ışımlar belirli sıcaklıklarda daha baskın olmaktadır. Bunun belirlenmesi içinde farklı sıcaklıklarda PICTS yöntemi uygulanarak geçiş akım sinyalleri tanımlı kapı aralığı bölgesinde ölçülerek sıcaklığa karşı PICTS sinyalleri elde edilerek numunenin derin tuzak seviyelerinin belirlenmesine yönelik ölçümler yapılır.



Şekil 2.20: Kristal içerisinde oluşan akım hareketinin şematik gösterimi.

Derin düzey aktivasyon enerjisi ve yakalama geçiş kesitinin hesaplanmasında geçiş akımı analiz edilerek sonuca ulaşılmaktadır. Bunun içinde Şekil 2.20’de gösterilen azalan geçiş akımında iki farklı süre seçilir (t_b ve t_s $t_b > t_s$). PICTS sinyali cevabı aşağıdaki Denklem 2.23 ile verilir.

$$S(t) = I(t_b) - I(t_s) \quad (2.23)$$

$I(t)$: Geçiş akımıdır. Darbe sinyalinin kapatılması sonrası oluşan geçiş akımı aşağıdaki Denklem 2.24 ifadesi ile verilir.

$$I(t) = Ae_i e^{-e_i t} \quad (2.24)$$

Burada e_i , E_T enerjisine sahip tuzaklar için ışıma katsayısı, A uygulanan bias sinyali ile ilgili katsayıdır. e_i , ışıma katsayısı Denklem 2.25’te verilmektedir.

$$e_i = N_e g v_{th} \sigma_T e^{\frac{-E_T}{kT}} \quad (2.25)$$

Denklem 2.25 ifadesi içerisinde N_e enerji durumu sayısı, v_{th} taşıyıcıların termal hızı, g tuzak dejenerasyon katsayısı, σ_T : tuzağın yakalama geçiş kesiti (capture cross section), ve T sıcaklığı göstermektedir. Denklem 2.25 daha sade ifadeyle Denklem 2.26’da verilmektedir.

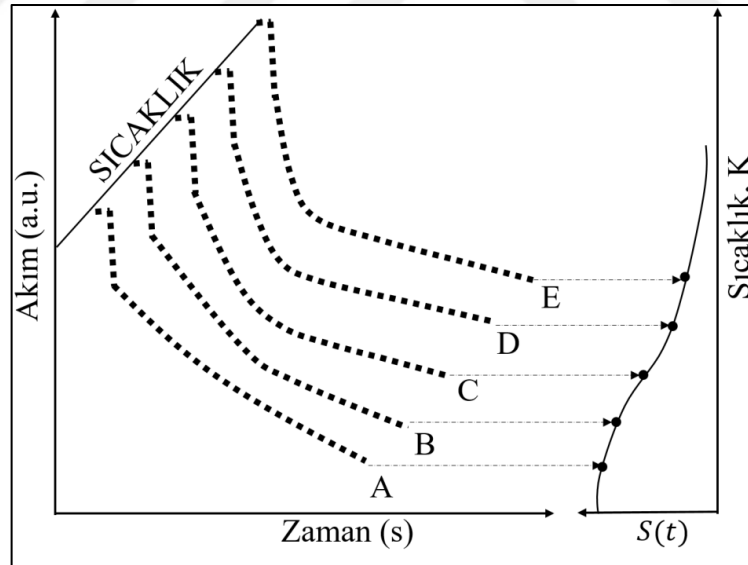
$$e_i = CT^2 \sigma_T e^{\frac{-E_T}{kT}} \quad (2.26)$$

Denklem 2.26’da verilen ifade içerisindeki $C = 2 \left(\frac{2\pi m^* k}{h^2} \right)^{3/2} \sqrt{\left(\frac{3k}{m^*} \right)}$, m^* elektron yada boşluğun etkin kütesini ifade etmektedir, k boltzmann, h plank sabitidir. PICTS sinyali Denklem 2.27 ilişkisinde maksimum değere ulaşmaktadır.

$$\frac{dS}{de_T} \times \frac{de_i}{dT} = 0 \quad (2.27)$$

Yukarıdaki ifadeyi Denklem 2.23 ve Denklem 2.26’daki ifadelerin türevini alarak elde ettiğimizde t_m ve t_n anındaki PICTS sinyalinin tepesi aşağıda Denklem 2.28 ile verilmektedir.

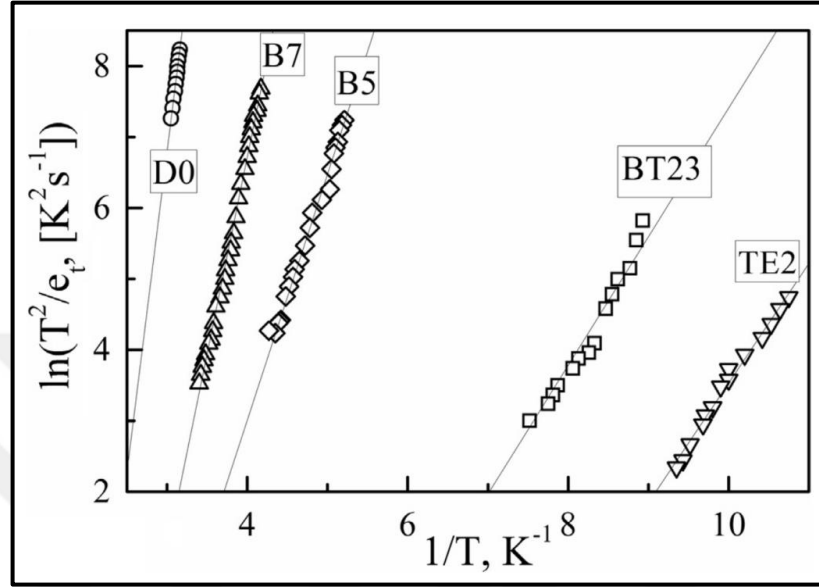
$$\left(t_n - \frac{1}{e_T} \right) = \left(t_m - \frac{1}{e_T} \right) e^{(t_n - t_m) e_T} \quad (2.28)$$



Şekil 2.21: Sıcaklık değişimine göre PICTS sinyalinin elde edilmesi.

Denklem 2.28 ile ışıma katsayıları e_i elde edilmiş olunur. Belirli bir kusur düzeyi için $\log(e_T/T^2)$ 'ye karşılık $1/T$ grafiği (Arrhenius Grafiği) çizildiğinde, T ölçülen sıcaklık olmak üzere Denklem 2.21'deki ifadeden görüldüğü üzere $\log(e_T/T^2)$ 'ye karşılık $1/T$ grafiği çizildiğinde, $-E_a/k$ grafikteki eğime karşılık

gelmektedir. Eğilim hasaplanarak Derin Düzey Enerji seviyesi hesaplanabilmektedir. Eğrinin dikey ekseni olan $\log(e_T/T^2)$ kestiği nokta $\ln(C\sigma_T)$ değerine karşılık gelir ve buradan da yakalama geçiş kesitini hesaplanabilir. TlInS₂ kristali için elde edilen örnek Arrhenius grafiği Şekil 2.22’de verilmektedir.



Şekil 2.22: Örnek Arrhenius Grafiği.

TlInS₂ ve TlGaSe₂ kristalleri de yalıtkanlık değeri ($E_{gap} = 2,3 \text{ eV}$) yüksek olan yarıiletkenler sınıfına girmesi nedeniyle bu tez çalışması içerisinde tuzak ve derin düzey enerji düzeylerinin analizinde PICTS yöntemi [Odrinskii, 2014], [Odrinskii et al., 2014], [Seyidov et al., 2011] kullanılmıştır.

3. DENEYSEL YÖNTEM

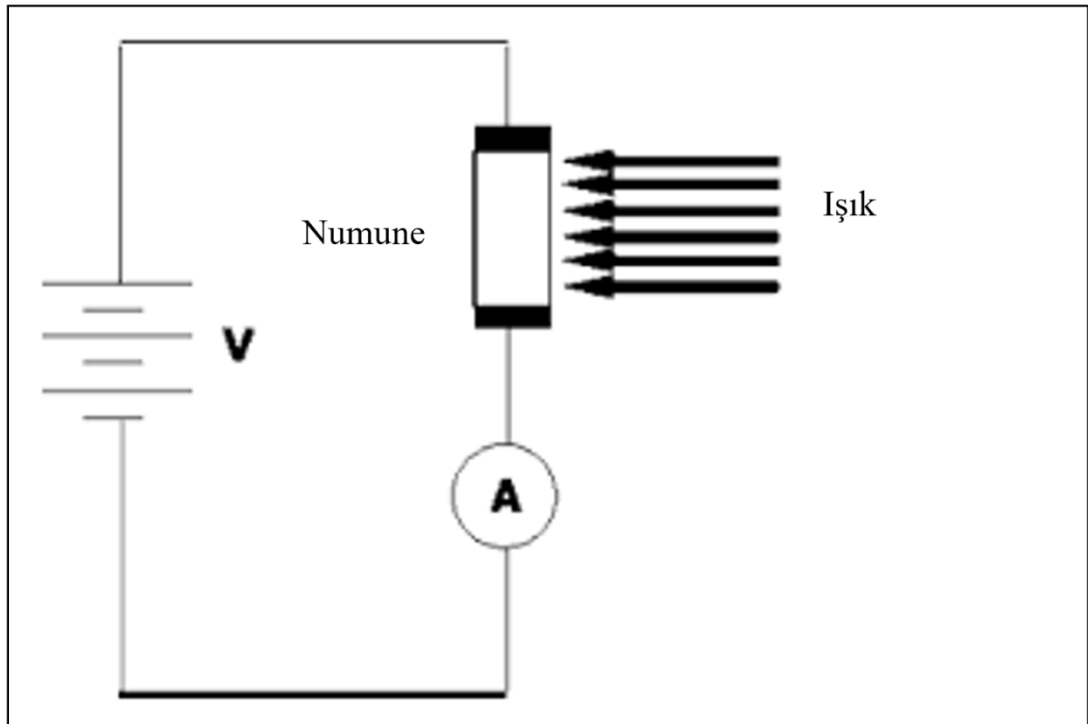
3.1. Işık Uyarımlı Akım Geçiş Spektroskopisi Yöntemi Deneyi

TlInS₂ katmanlı kristal yapısına sahiptir. Birbirlerine güçlü ion-kovalent bağları ile bağlanmış atomlar ve zayıf van der Waals bağları ile bağlanmış katmanlardan oluşmaktadır. TlInS₂ genelde p tip iletkenliğe sahiptir. n tip katkılama yapmak şu anda çok zordur. Bu nedenle TlInS₂ kristalinin optoelektronik cihaz uygulamalarında kullanımını engellenmektedir. TlInS₂ kristalinin katkılanma zorluğu yapı içerisinde varolan bozukluktan kaynaklandığı düşünülmektedir. Düzensizlik yüksek derecede kompanse edilmiş yarıiletkenlerde bulunmaktadır. Birkaç sayıda deneysel özellikleri TlInS₂'nin as grown amorf yapıya sahip katıların gösterdiği özelliklere sahip kompanse edilmiş yarıiletken olduğunu göstermektedir. Kompanse edilmiş yarı iletkenlerin fiziksel karakteristiği TlInS₂ yapısı içerisinde bulunan yüklenmiş doğal derin düzey bozulmaların (native deep level defects (NDLD)) uzaysal elektostatik potansiyeline bağlıdır. TlInS₂ ile uzun yıllardır çalışılmasına rağmen içerisindeki NDLD'lerin mekanizması tam olarak anlaşılmış ve çözülebilmemiş değildir. Literatürde TlInS₂ yapısı içerisindeki tuzaklanma üzerine sadece birkaç çalışma mevcuttur. Yapı içerisindeki boşluklarda varolan NDLD'leri belirlemek için farklı metotlar kullanılmaktadır. Bu yöntemlerle ilgili literatür bilgisi Bölüm 2.8.6'da özet olarak verilmiştir. Bunlardan biriside Bölüm 2.8.6.2'de verilen DLTS yöntemidir fakat bu yöntem yüksek direnç sahip TlInS₂ kristalini incelemede başarısız olmaktadır. Diğer bilinen teknik ise Bölüm 2.8.6.3'de yöntemin literatür bilgisi verilen Işık Uyarımlı Akım Geçiş Spektroskopisi yöntemidir ve bu yöntem bu tez çalışmasında TlInS₂ kristali içerisindeki tuzakları incelemede kullanılmak amacıyla seçilmiştir.

PICTS yöntemi yarıiletkenlerde çok derinlerde bulunan tuzakların (deep level traps) bulunması amacıyla yaygın olarak kullanılmaktadır. Böylece bant aralığı içerisindeki kusurun enerji düzeyinin konumu belirlenmiş olmaktadır. PICTS yöntemi DLTS yönteminden farklıdır. DLTS yönteminde dengede olmayan yük taşıyıcılarının kusurları doldurması, ışık verilmesi ile gerçekleştirilir. PICTS yönteminde ise numune üzerinde bulunan iki adet omik kontak üzerinden gerilim uygulanır ve elektron-boşluk çiftleri numune içerisine tamamen ilgili dalga boyunda ışık darbeleri üretilerek oluşturulur. Bu aydınlatma sırasında kusurlar ışığın ürettiği

yük taşıyıcı elektronlar tarafından doldurulur ve bu işleme tuzakların elektronla doldurulması denir. Optik sinyalin hemen kaybolması sonucunda $t=0$ iken tuzaklanmış elektron ve hole çiftleri bir elektrik alan oluşturur, $t>0$ olduğu durum yük taşıyıcıların tuzaktan kurtulması anlamına gelmektedir. Elektron ve boşluk çiftlerinin birleşmesiyle numune üzerinden akan akımdaki ani düşme gözlemlenir ve hemen arkasından tuzaktan kurtulan taşıyıcıların serbest kalması sonucu açığa çıkan daha yavaş bir akım geçişi izlenir. Bu yavaş akan akım PICTS sinyalinin esas kaynağıdır.

PICTS yöntemiyle yüksek dirence sahip yarıiletken malzemeler içerisindeki, kusurların elektriksel aktivitelerinin araştırılması mümkün olmaktadır. Ferroelektrik özelliklere sahip yarıiletkenler üzerine olan çalışmalarda, yeterli enerjiye sahip ışık sinyalinin kristalin yapısını bozmaksızın yük durumu hatalarının kusurları değiştirebilir. Kusurların elektrik alanla veya akım darbeleri tarafından doldurulması geleneksel olan DLTS tekniğidir fakat bizim çalışmamız için uygun olmadığı için uygulanmamıştır. PICTS deney düzeneği şematik olarak Şekil 3.1’de gösterilmektedir.



Şekil 3.1: PICTS Deney Düzeneğinin Şematik Gösterimi.

Bölüm 2.8.6.3’te ifade edildiği üzere yarıiletkenin PICTS yöntemi ile derin düzeyleri hakkında bilgi edinilmek istenirse, ısı gevşeme (relaxation) zamanı

hesalanmalıdır. Zamana bağımlı ışık uyarımlı akım geçişleri Denklem 3.1’de ifade edilmektedir.

$$I(t) = I_0 + \sum_{i=1}^n \gamma_i \frac{e^{-t/\tau_i}}{\tau_i} \quad (3.1)$$

Burada n farklı derin düzey sayısını ifade etmektedir. I_0 karanlık akımı γ_i katsayısı ise her bir düzeyin ışıkla uyarılmış akım düzeyine olan katkılarını tanımlamaktadır.

Işık kaynağını kapattığımız zaman, kusurda bulunan yük taşıyıcıların ısı genleşmesi sıcaklık parametresine bağımlılığı çok yüksek olan karakteristik zaman sabitleri ile birlikte ısı etkisiyle tuzaktan kurtulma (thermal detrapping) fiziksel işlemi ile yönetilmektedir. Isısal olarak gevşemesinin sıcaklığa olan bağımlılığı emisyon oranı e_t ile ters orantılıdır ve aşağıdaki Denklem 3.2 ile verilmektedir.

$$e_t(T) = \frac{1}{g} \sigma_t v_{th} N_c \exp\left(-E_t/kT\right) = \sigma_t T^2 B \exp(-E_t/kT) \quad (3.2)$$

Burada g degeneracy faktördür; v_{th} ısısal hız; N_c iletken bandındaki durumların yoğunluğu; σ_t gözükten tuzak düzeylerin kesit büyüklükleri; B sıcaklık bağımsızlık faktörü; E_t kusurdaki boşalma enerjisi, k boltman sabitidir. T mutlak sıcaklıktır. $v_{th} N_c$ büyüklüğü T^2 ile doğru orantılıdır ve eğer e_t sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülürse Arrhenius grafiği olarak ifade edilen e_t/T^2 karşı $1/T$ grafiği çizilir. E_t (Arrhenius grafiğinin eğimi) ve σ_t , $T^{-1}=0$ ’da kesiştiği yerdir. Hesaplanan tuzağın kesit alanı tuzağın görünen kesit alanıdır çünkü elektron ve boşluk tuzak kesit alanları sıcaklık bağımlıdır.

PICTS TlInS₂ gibi yüksek dirence sahip malzemelerdeki kusur düzeylerinin bulunmasında kullanılan bir yöntemdir. TlInS₂ kristaline ait içerdeki kusur düzeyleri ile ilgili bilgi edinmek için ışıkla uyarılan akım değerleri 70 K ve 350 K aralığında 1 K değişimlerle kayıt altına alınmıştır.

Deneyde 2x4x1 mm³ boyutlarında ve birbirine paralel yüzleri olan TlInS₂ örneği kullanılmıştır. Örnek üzerinde her iki kontak yanlamasına olan taraflara yapılmıştır. Kontaklar arasındaki bölge fotoiletkenlik cevabı üretebilmesi için

aydınlatılmıştır. Örneğin yanlamasına olan tarafları indiyum kontak ile kaplanmıştır. Metalik kontaklar omik (ohmic) yapıda ve indiyum kontaklar arasındaki mesafe 2 mm uzunluğundadır. Ölçüm devresi tipik olarak fotoakım araştırması için tasarlanmıştır. 50 V'luk besleme gerilimi (bias voltage) kontaklar arasına uygulanmıştır. Böylece, katmanlar arasındaki yön geçiş fotoakım ölçümleri için kullanılmıştır.

Fotoakım cevabı eğrileri için ölçümler 77 K – 330 K sıcaklığı aralığında yapılmıştır. Örnek numune elektriksel açıdan yalıtkan ısı açısından iletken pasta aracılığı ile sıvı nitrojen kriostatının ağır alüminyum tutucusuna yapıştırılmıştır. Kriostat üzerinde küçük bir pencere bulunmaktadır. Hell-700 sıcaklık sensörü örnek numunenin yakınına sıcaklığı izlemek amacıyla yerleştirilmiş ve sıcaklık kontrolcüye bağlanmıştır. Aynı zamanda ortamın sıcaklığının 77 K – 330 K aralığında değişiminin ayarlanması amacıyla örnek tutucuya ısıtıcı konulmuştur. Isıtıcıya 1 K/dak hızı ile sıcaklık değişimleri üretmek amacıyla kontrolcü tarafından sağlanmıştır. Ölçümlerin temel mantığı olarak; ışık sinyali kısa süreli numune üzerine düşürüldükten sonra, boş taşıyıcı tuzaklar ışık ile üretilmiş foto taşıyıcılar ile doldurulur, böylece taşıyıcı konsantrasyonunda bir artış olur buda iletkenliğin artmasına neden olmaktadır. Sonrasında, ısı ile uyarılmış işlem sayesinde tuzaklanmış azınlık yük taşıyıcıların açığa çıkmasına neden olmaktadır. Bu azınlık yük taşıyıcıları da fotoakımda azalmaya neden olurlar. Farklı sıcaklıklarda kısa süreli akım kayıt edilmiştir ve aynı şekilde tuzaktan ayrılma kinetik enerjilerinin bulunması amacıyla DLTS kullanılmıştır.

Işık kaynağı olarak 2.15 -2.30 eV büyüklüğünde low pass filtreden geçen xenon (Xenon) ışık kaynağı kullanılmıştır. Ölçümler kesikli ışıklandırma altında gerçekleştirilmiştir.

Bant-bant uyarımı ile üretilen fotoakım TlInS_2 kristalinin özellikle düşük sıcaklıklarda akımın devam etmesi üzerine, deneyler bant-bant uyarımı yerine, yarı veya yakın bant uyarımını kullanmıştır. Bant-bant uyarımına karşılık gelen büyük fotoakım sinyallerinin geri planı içerisinde, ısı uyarılması ile açığa çıkan derinlerde bulunan tuzaklar (deep level traps) algılanamaz ve derin düzey kusuru karakteristiği de ortaya çıkarılamaz. Böylece, maksimum fotoakım cevabına karşılık gelen fotouyarımlı darbe sinyalleriyle, TlInS_2 'nin örneğinin diklemesi yönü doğrultusunda yönlendirilme gerçekleştirilmiştir. Fotonakım yoğunluğu örnek yüzeyinde $10^{14} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ büyüklüğünde olduğu ölçülmüştür. Darbe uyarımının frekansı 20 Hz'e eşit

ve ışık-karanlık süre 1:5 oranında ayarlanmıştır. Uyarım darbesinin süresi 30 ms olarak seçilmiştir.

Karanlık aralık esnasında numune'den gelen anlık sinyal, her bir seçilen sıcaklıkta ölçülmüş ve veri işleme sistemi kullanılarak kontrol yazılımı tarafından analiz edilmiştir. Anlık ölçülen fotoakım değerleri darbe ışık kaynağının sonundaki fotoakım genliğine normalize edilmiştir. Ölçümlerde kendimiz tarafından yazdığımız yazılım kullanılmıştır. $\Delta t = 5 \times 10^{-5}$ μs sabit zaman aralıklarında 2000 adet örnekler içeren fotocevap eğrilerinden 64 adet olacak şekilde nokta toplamı ve ortalaması ölçümüştür. Dikdörtgensel lock-in ağırlıklandırılmalı fonksiyon kullanılarak fotovecap anlık analizi için geleneksel DLTS yöntemi uygulanmıştır. Ölçüm sistemi seçilen koşullara bakarak 0,5 ms – 37,7 ms bölgesindeki relaksasyon sürelerinin karakterizasyonunu yapmaya izin vermektedir. Derin düzeylerin karakteristiği olan (deep levels) E_t aktivasyon enerjisi ve σ_t yakalama kesit alanı sıcaklığa bağlı olan ısısal relaksasyon süreleri hesaplanmıştır.

3.2. Ultrasonik Ses Hızı Deney Düzenegi

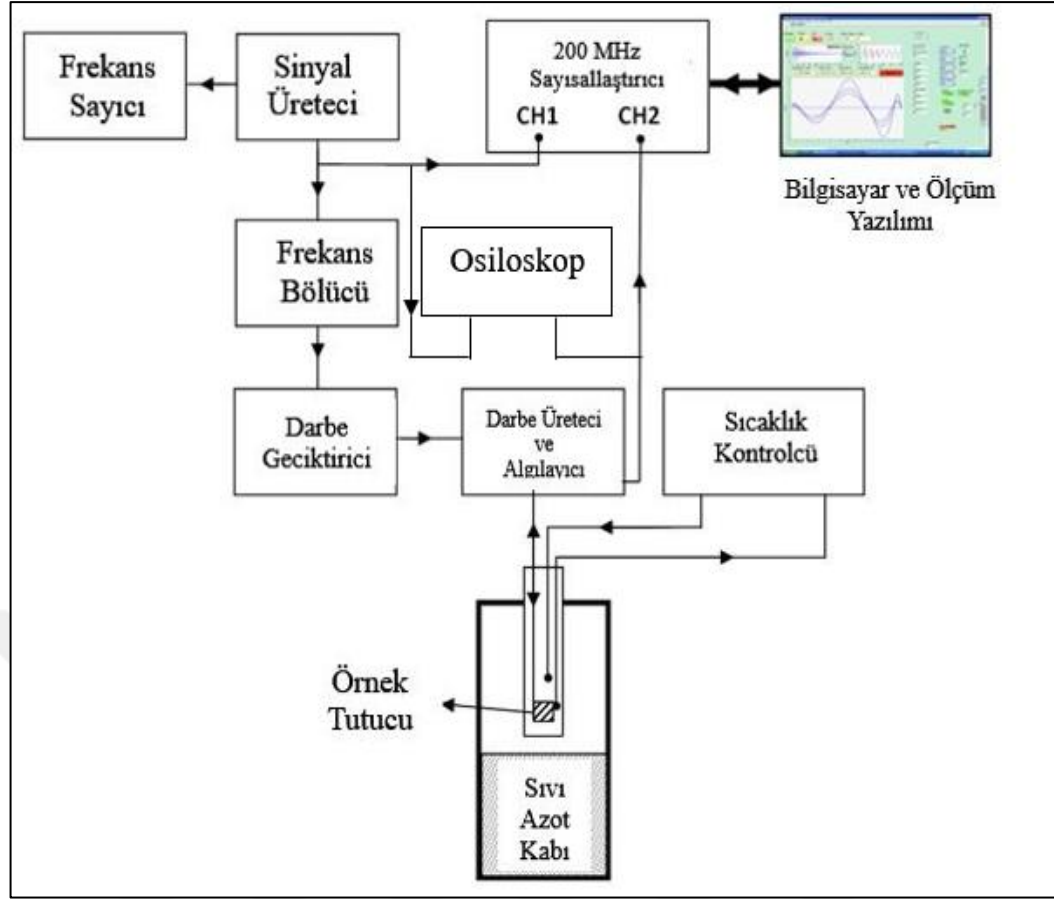
Bölüm 2.7.2.'de katı malzemelerde ses hızı ölçümleri için kullanılan farklı yöntemler hakkında bilgiler verilmişti. Bu bölümde bu tez çalışmasında kullanılan ve Bölüm 2.7.2.1.5'de literatür bilgisi detaylı olarak verilen Darbe-Yankı Çakışması yönteminin kendi deneyimiz içerisindeki kurulumu ve uygulanışı ile ilgili bilgi verilmektedir.

Literatürde verilen ölçüm düzenegi üzerinde bazı değişiklikler yapılmıştır. 2.7.2.1.5'de PEO yöntemi ile ilgili verilen literatür bilgisi eski teknolojik cihazlara dayanmaktadır. Günümüzde sinyal işleme araçları geliştiği için sinyali analog olarak osiloskop üzerinden değil, osiloskoptan GPIB arayüzü kullanılarak ve analog sayısal dönüştürücü üzerinden ölçülerek, veriler bilgisayar ortamına aktarılmış ve aktarılan sinyal, program üzerinde işlenerek ses hızı ve sıcaklık verileri eş zamanlı olarak birlikte toplanmıştır.

3.2.1. Yarıiletkenler İçerisinde PEO Yöntemi Kullanılarak Ses Hızı Ölçüm Düzenegi

PEO yöntemiyle gerçekleştirilen ses hızı ölçümleri için kurulan ölçüm düzenegi Şekil 3.2’de şematik olarak gösterilmektedir. Numune yüzeyine kuplaj edilen ultrasonik sensör radyo frekanslı (RF) Darbe Verici/Algılayıcı (Pulser/Receiver) cihazı ile sürülerek numune içerisinde sensörün rezonans frekansında ultrasonik sinyaller elde edilmiştir. Ayrıca RF Darbe Verici/Algılayıcı, Sinyal üreticinin (Signal Generator) tetik sinyali ile tetiklenmiştir. Sinyal üreticiden alınan tetik sinyali 1000 kat bölünerek malzeme içerisinde üretilen darbe sinyallerinin tekrarlama frekansına düşürülmesiyle Darbe Verici/Algılayıcı cihazının tetik girişine bağlanmıştır. Aynı tetik sinyali osiloskop, sayısal dönüştürücü ve Geciktirici Üreticini (Delay Generator) tetiklemek için kullanılmıştır. Böylece bütün ölçüm sistemi tek bir kaynaktan senkronize edilerek osiloskop üzerinde gözlemlenen darbe trenindeki farklı tepeler arasındaki zaman ölçümleri için başlangıç zamanı bütün cihazlar için senkronize edilmiştir.

Sinyal üretici çıkışı, osilokobun ve Sayısal Dönüştürücünün 1. giriş kanalına (CH1) tarama sinyali olarak girilmiştir. Ultrasonik sensörden gelen darbe treni sinyali osilokobun ve sayısal dönüştürücünün 2.kanalına (CH2) bağlanmıştır.



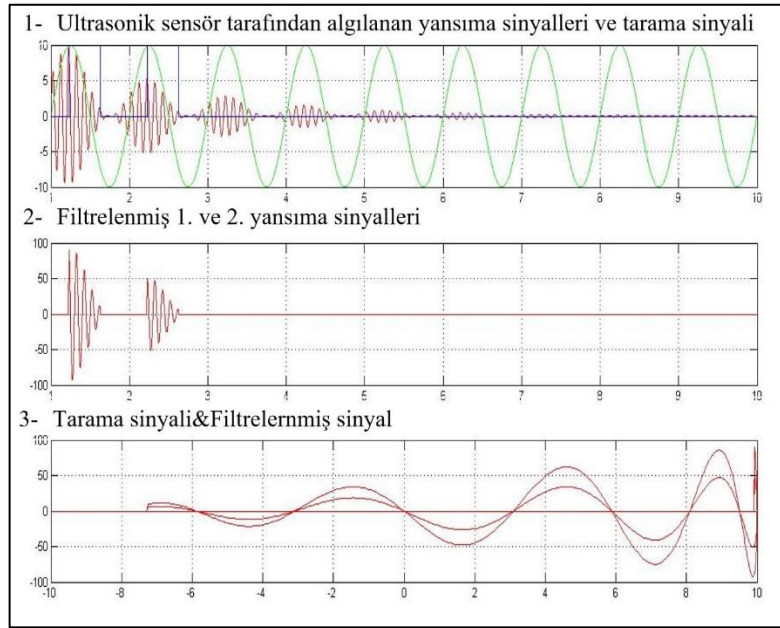
Şekil 3.2: Darbe Yankı Çakışması ölçüm düzeneği.

Osiloskopun X (CH 1) ve Y (CH 2) kanalında ölçülen sinyaller, sayısal dönüştürücünün de X (CH 1) ve Y (CH 2) kanallarına girilerek, tanımlı veri sayısı ile bilgisayara aktarılmıştır. Labview ile yazılan program kullanılarak, sayısal dönüştürücünün Y kanalından gelen darbe treni sinyalindeki istenilen tepeleri filtrelemek için geciktirici üretici sayesinde pencere (kare dalga) sinyalleri oluşturulmuştur. Üretilen pencere sinyalleri ile osiloskopun Y kanalından gelen sinyal çarpılarak istenilen iki tepeden oluşan filtrelenmiş sinyal elde edilmiştir. Elde edilen filtrelenmiş sinyal yazılım üzerinde oluşturulan xy grafik penceresinin y-eksenine, X kanalından gelen tarama sinyali ise xy grafik penceresinin x-eksenine girilmiştir. Elde edilen grafik, darbe treni sinyalinden seçilen iki tepe sinyalinin iç içe geçmesi şeklinde elde edilmiştir. Zamanla sıcaklığa bağlı olarak ses hızının değişimi nedeniyle, filtrelenmiş iki tepe arasındaki zaman farkının değiştiği ve xy grafiğinde gözlemlenen çakışık sinyallerin birbirinden ayrıldığı gözlemlenmiştir. X kanalındaki tarama sinyali, sinyal üretici tarafından beslendiği için sinyal üreticinin frekansı hassas bir şekilde değiştirilerek çakışık sinyallerin tekrar oluşması sağlanmıştır.

Sinyal üreticinin çıkışı frekans sayıcının girişine bağlanmıştır ve frekans sayıcı üzerinden sinyal üreticindeki frekans değerleri okunmuştur. Okunan frekans değeri seçilen iki tepe arasındaki zamana ve bu iki tepe arasında ölçülen zaman, ses dalgasının katı içerisinde oluştuktan sonra diğer yüzeyden yansıtılarak tekrar algılanması süresine yani ses dalgasının katı içerisindeki uçuş süresine karşılık gelmektedir. Burada anlatılan ölçüm yönteminin görsel simülasyonu Şekil 3-3’de gösterildiği gibi elde edilmektedir.

Sinyal üreticinin çıkışı frekans sayıcıdan okunarak frekans değeri ölçülür. Ölçülen frekansın tersi dalga treni üzerinde seçilen darbe sinyalleri arasındaki zaman farkını yüksek doğrulukla belirlememizi sağlamaktadır. Dalga treni sinyali üzerindeki farklı darbe sinyallerinin kombinasyonları seçilerek ölçümler tekrarlanmıştır. Bu sayede ölçümlerdeki standart sapma değeri belirlenebilmiştir. Zaman sinyalinin ölçülmesi sonucunda ses hızı Denklem 3.1’de verilen ifade kullanılarak hesaplanmıştır. Denklem 3.3’te d deneyde kullanılan kristallerin kalınlıklarını vermektedir. Kristallerin d kalınlıkları mikrometre kullanılarak oda koşullarında ölçülmüştür.

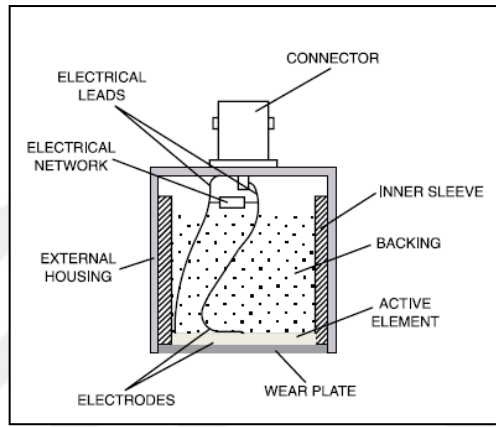
$$v = \frac{2d}{t} \quad (3.3)$$



Şekil 3.3: Darbe Yankı Çakışması sinyal işleme modeli.

3.2.2. Ölçümlerde Kullanılan Ultrasonik Sensörler

Ultrasonik sensörler kontak tiptir. 5, 10 ve 20 MHz rezonans frekanslarına sahiptirler. Sensör içerisinde bulunan dalga üretici ve algılayıcı olarak çalışan kristalin kesimine göre, sensörler boyuna ve enine ses dalgası üretme kabiliyetine sahiptirler. Ultrasonik sensörün yapısını oluşturan şematik gösterim Şekil 3-4’de gösterilmektedir. Katı içerisinde boyuna ses dalgası hız ölçümlerinde, boyuna ses dalgası üreten sensör, enine ses dalgasının hız ölçümlerinde enine ses dalgası üreten sensör kullanılmıştır.



Şekil 3.4: Ultrasonik sensörlerin iç yapısı.

Deneylerde kullanılan ultrasonik sensörler aynı boyutta 0,125 inch çapında ve 0,38 inch derinliğindedir. Olympus marka olan sensörler; model V116 RM ve V129 RM sırasıyla 10 MHz ve 20 MHz rezonans frekansına sahip boyuna dalga sensörleri, model V157 RM 5 MHz frekansına sahip enine dalga sensörüdür. Sensörlerin üretici tarafından beyan edilen minimum çalışma sıcaklığı 230 K olmasına rağmen, 90 K sıcaklığa kadar çalışabildiği yaptığımız çalışmalarda doğrulanmıştır. Ultrasonik sensörler Şekil 3-5’te gösterilmektedir. Genel uygulamalarda ultrasonik sensörlerin katı malzeme yüzeyine kuplaj olabilmesi ve ses dalgasının sensörden katı içerisine aktarılabilmesi için özel jeller kullanılmaktadır. İlk başlarda yapılan ölçümlerde normal oda sıcaklığında kullanılan kuplaj malzemelerinin sıvı nitrojen düşük sıcaklıklarında donması nedeniyle deneyler 250 K sıcaklığı altında gerçekleştirilemiyordu. Yapılan araştırma sonucunda düşük sıcaklıklarda çalışabilen Apiezon Grease N (Şekil 3-6) tip özel kuplaj malzemesi temin edilerek ses hızı

ölçümlerinin 90 K sıcaklığa kadar gerçekleştirilebilmesi sağlanmıştır. Enine ses hızı ölçümlerde viskozitesi Apiezon Grease N kuplaj elemanından daha yüksek olan kuplaj elemanı kullanılmıştır.



Şekil 3.5: Ultrasonik Sensörler.



Şekil 3.6: Düşük sıcaklıklarda çalışabilen kuplaj malzemesi.

3.2.3. Ölçüm Sisteminde Kullanılmak Üzere Frekans Bölücü Devre İmalatı

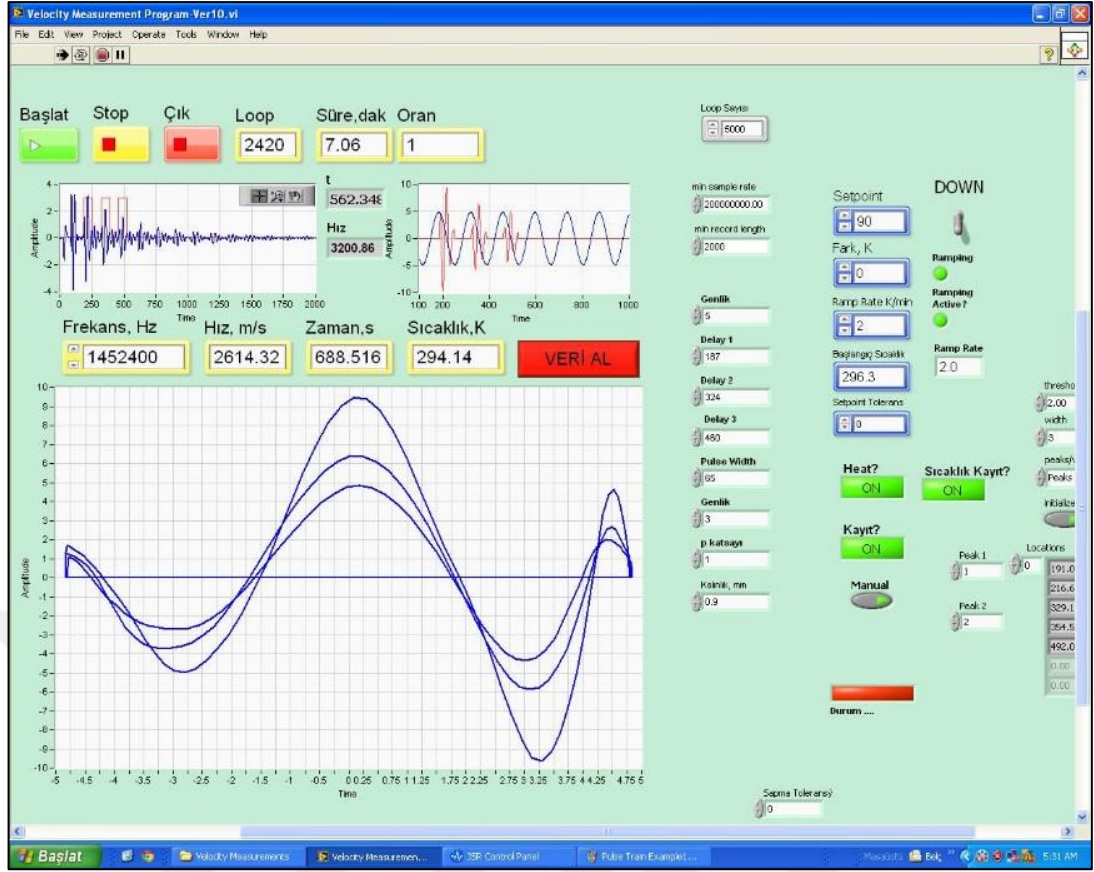
Ölçüm sisteminde gösterildiği üzere RF Pulse Alıcı/Verici, sinyal üreticinin tetik sinyali ile tetiklenmektedir. Fakat sinyal üreticisi üzerinden üretilen frekanslar çok yüksek olduğu için, üretilen tetik sinyali 1000 kat bölünerek malzeme içerisinde üretilen darbe sinyallerinin tekrarlama frekansına karşılık gelecek şekilde düşürülmesi gerekmektedir. Bu amaçla frekans bölücü cihazının tasarımı ve imalatı yapılmıştır. İmal edilen sinyal bölücü Şekil 3-7’de gösterilmektedir.



Şekil 3.7: Ölçüm düzeneğinde kullanılmak üzere imal edilen sinyal bölücü.

3.2.4. Verilerin Sayısal Olarak Bilgisayara Aktarılması ve Ölçümlerin Otomasyonu

Malzeme içerisinden gelen akustik yansıma sinyallerinin sayısal olarak osiloskop üzerinden alınması literatürde bilgisi verilen ölçümlere modifikasyon sağlamıştır. Böylece ölçümlerde analog devrelerin oluşturduğu elektronik gürültüden ve belirsizlik bileşenlerinden kurtulunmuştur. Ölçümlerde kullanılacak olan osiloskop ve sayısallaştırıcı üzerinden bilgilerin aktarılması için literatür taraması ve kullanımı kılavuz dokümanları incelenerek ölçüm sistemine ilgili kabiliyet kazandırılmıştır. Bunun devamı olarak ölçümlerin otomatik olarak gerçekleştirilebilmesi için Labview programı kullanılarak yazılım geliştirilmiştir. Ölçüm sisteminde kullanılan bütün cihazların bilgisayar haberleşme komutları ve bağlantı şekilleri incelenerek otomasyonları yapılmış ve kontrolleri bilgisayar üzerinden gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.8’de yazılımın arayüzü gösterilmektedir.



Şekil 3.8: Ölçümlerde kullanılan yazılımın arayüzü.

3.2.5. Ölçüm Sisteminin Doğrulaması ve Belirsizlik Bütçesinin Oluşturulması

Malzeme yapısı ve içerisinde sesin yayıldığı hız parametresi literatürde bilinen bir referans malzeme üzerinden ölçüm sisteminin doğrulaması gerçekleştirilmiştir. Referans malzeme üzerinden yapılan ölçüm sonuçları kullanılarak ölçüm sisteminin belirsizlik bütçesi oluşturulmuştur.

Belirsizlik bütçesi için oluşturulan model fonksiyonu Denklem 3.4'te verilmektedir. Fonksiyon içerisindeki her bir büyüklüğün belirsizliğe katkısının belirlenmesi için (Hassasiyet Çarpanı) ses hızı fonksiyonunun kısmi türevleri ($\partial v / \partial u_i$) her bir büyüklüğe göre alınmıştır.

$$v = \frac{2d}{t} + h_1 + h_2 \quad (3.4)$$

d : numune kalınlığı, t : ses dalgasının numune içerisindeki gidiş ve geliş uçuş süresi zamanı, ve h_1 : zaman okuma hatası, h_2 : tekrarlanabilirlikten kaynaklı hata terimleridir.

Ses hızı ölçümlerinin belirsizlik hesabı için oluşturulan belirsizlik bütçesi Tablo 3.1’de verilmektedir. Kalınlık değeri ölçüm sertifikasından alındığı için dağılım tipi normal, zaman ölçümü ve cihaz okuma çözünürlüğünde hata dağılım tipi dikdörtgen olarak seçilmiştir. Ölçümlerin tekrarlanabilirliğinin dağılım tipi normal olarak alınmıştır [ISO/IEC Guide 98-3, 2008]. Tablo 3.1’de verildiği üzere ses Hızı ölçümleri için hesaplanan belirsizlik değeri yaklaşık 1 mm kalınlığıdaki numune için oda koşullarında 1/1000’dur.

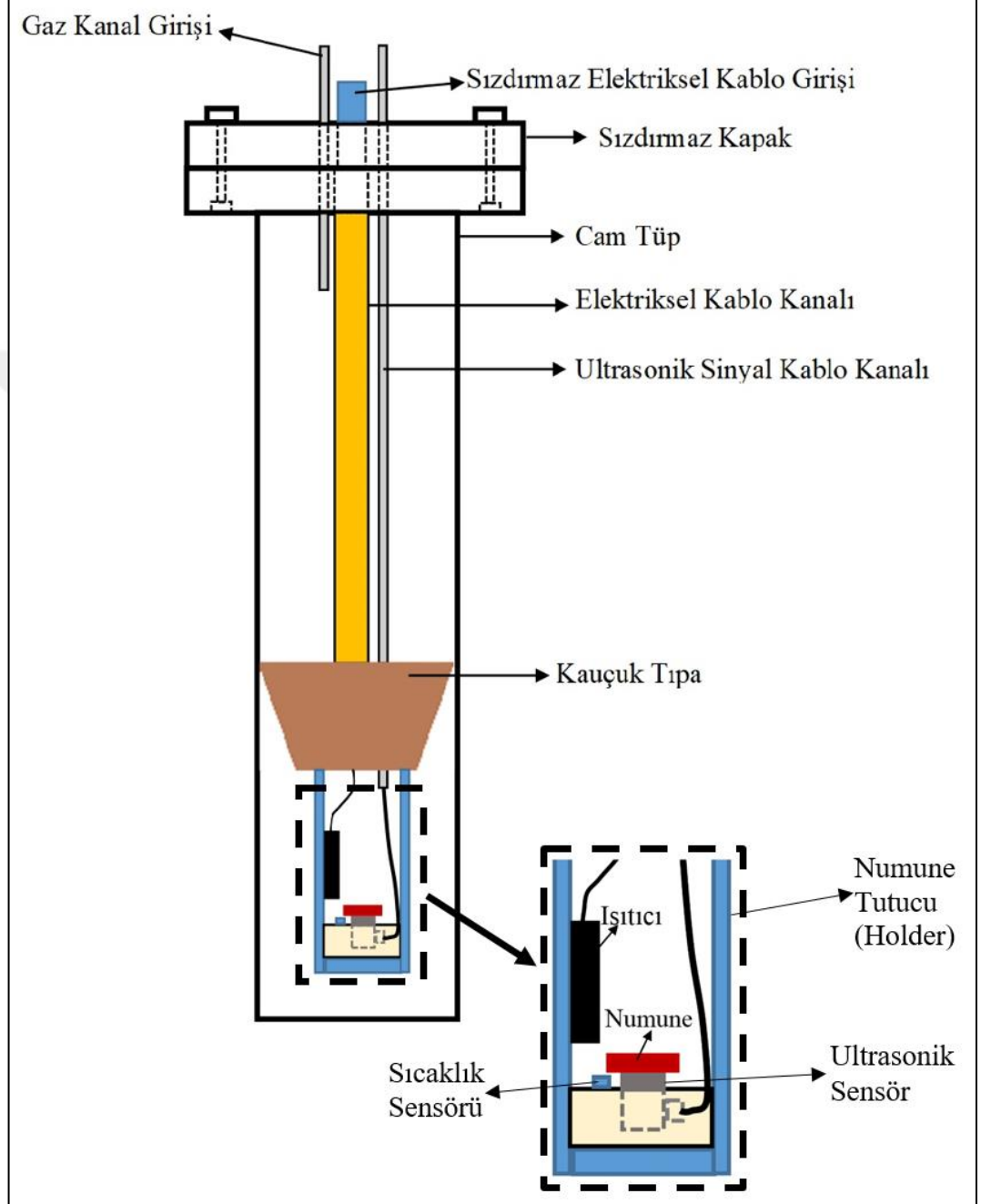
Tablo 3.1: Ses hızı ölçümleri belirsizlik bütçesi tablosu.

Ölçülen Büyüklük	Değer	Birim	Hata	Dağılım Tipi	Çarpanı	Hassasiyet Katsayısı	Birim	Varyans
Kalınlık	4,50E-04	m	6,01E-07	Normal	0,5	5,80E+06	1/s	3,04
Zaman	3,45E-07	s	8,63E-12	Dikdörtgen	0,577	-7,56E+09	m/s ²	0,00
Çözünürlük	-	-	5,00E-07	Dikdörtgen	0,577	1	-	0,00
Tekrarlanabilirlik	-	-	0,35	Normal	1	1	-	0,13
						Eşdeğer Belirsizlik		1,78
Hesaplanan Ses Hızı	2609	±	3,56	Bağıl Hata	0,00136	Birleşik Belirsizlik		3,56

3.2.6. Kriyojenik Sıcaklıklarda Ses Hızındaki Değişimlerin Ölçülmesi

TlGaSe₂ ve TlInS₂ katmanlı yarıiletken malzemelerin sıcaklığa karşı faz geçişleri ses hızındaki değişimler üzerinden belirlenebilmektedir. Bu amaçla tez çalışmasında kriyojenik sıcaklıklarda (90 K – 300 K) katmanlı yarıiletken numuneler üzerinde dinamik ses hızı değişimi ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Kriyojenik sıcaklıklarda ölçümlerin gerçekleştirilebilmesi için yüksek ısı yalıtımlı sıvı kap (Dewar) içerisinde bulunan sıvı azot içerisine daldırılan cam tüp tasarımı ve imalatı gerçekleştirilmiştir. Numunenin, ultrasonik sensörün ve sıcaklık ölçer sensörünün birbirleriyle olan temaslarının sağlanabilmesi için tutucu imalatı yaptırılmıştır. İmal ettirilen bu sistemler kullanılarak ses hızı ölçüm sistemi kriyojenik sıcaklıklarda ölçümler gerçekleştirilecek şekilde düzenlenmiştir.

Ölçümleri gerçekleştirilen numunelerin tutucu içerisindeki montajının çizimleri Şekil 3.9'da şematik olarak verilmektedir. Şekil 3.10'da numunenin tutucu içerisindeki yerleşimini gösteren resim verilmektedir.



Şekil 3.9: Ölçümlerdeki tutucunun konumlandırıldığı cam tüp ve cam tüp içerisine yerleştirilen tutucuyu gösteren şematik çizimler.



Şekil 3.10: Numune Tutucu.

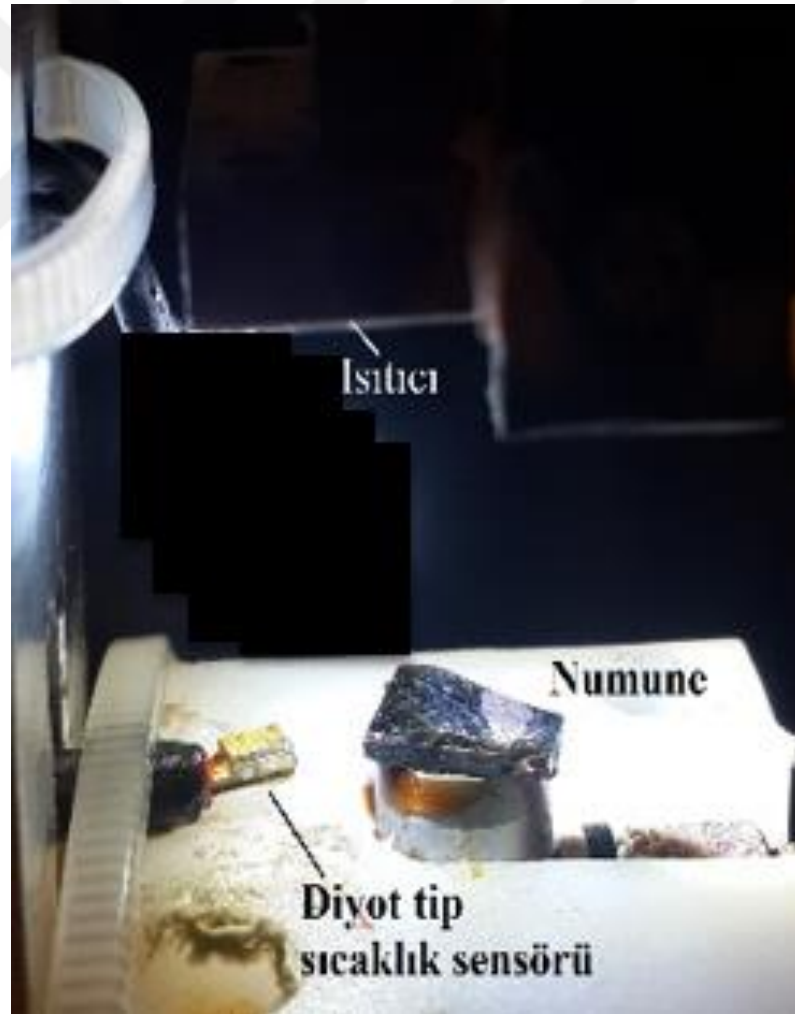
3.3. Deneylerde Kullanılan Numunelerin Soğutulması ve Isıtılması

Bölüm 3.4.9’da numuneleri soğutmak için sıcaklık kontrolcü ve düşük sıcaklıklara inebilmek amacıyla azot kabı kullanıldığı açıklanmaktadır. Bu bölümde deneylerde numuneleri soğutmak için deney düzeneğinde kullanılan ölçüm sisteminin numuneleri soğutma performansı ile ilgili bilgi verilmektedir.

3.3.1. Numunenin Ölçüm Sistemine Yerleştirilmesi

TlGaSe₂ ve TlInS₂ kristalleri ilk olarak Şekil 3.11’de verilen tutucu içerisine yerleştirilmektedir. Numunenin çok yakınında numune üzerinde var olan sıcaklığın ölçülmesi amacıyla sıcaklık sensörü yerleştirilmiştir. Tutucu içerisine sıcaklık sensörü ve numunenin yakınına ısıtıcı yerleştirilmiştir. Sıcaklık sensörü ve ısıtıcıların

numune yakınında olan yerleşimleri Şekil 3.11’de gösterilmektedir. Bütün bu montajlar yapıldıktan sonra sensörlere giden kablo bağlantıları titiz bir şekilde gerçekleştirilmektedir. Kablo bağlantıları sonrasında, numune tutucu yine aynı titizlikte cam tüp içerisine yerleştirilmektedir. Cam tüpe tutucu yerleştirildikten sonra, sensörlere bağlı kablo bağlantılarının cam tüp içerisinden dışarıya çıkmasını sağlayan sızdırmaz kapak kapatılmaktadır ve kapak üzerindeki cihazlara giden bağlantılar gerçekleştirilmektedir. Bu işlem sonrası cam tüpün içerisi, içeride var olan su buharı almak amacıyla vakumlanmaktadır. Su buharı alındıktan sonra yine sızdırmaz kapak üzerinden cam tüp içerisine azot kabı içerisinde bulunan sıvı azot cam tüp içerisine aktarılarak cam tüp içerisinde azot buharı oluşması sağlanmaktadır. Bu işlemler gerçekleştirilirken numune üzerinde ses hızı ölçümleri izlenerek sistemin kurulumu esnasında meydana gelecek sinyal bozulmaları gözlemlenmektedir.

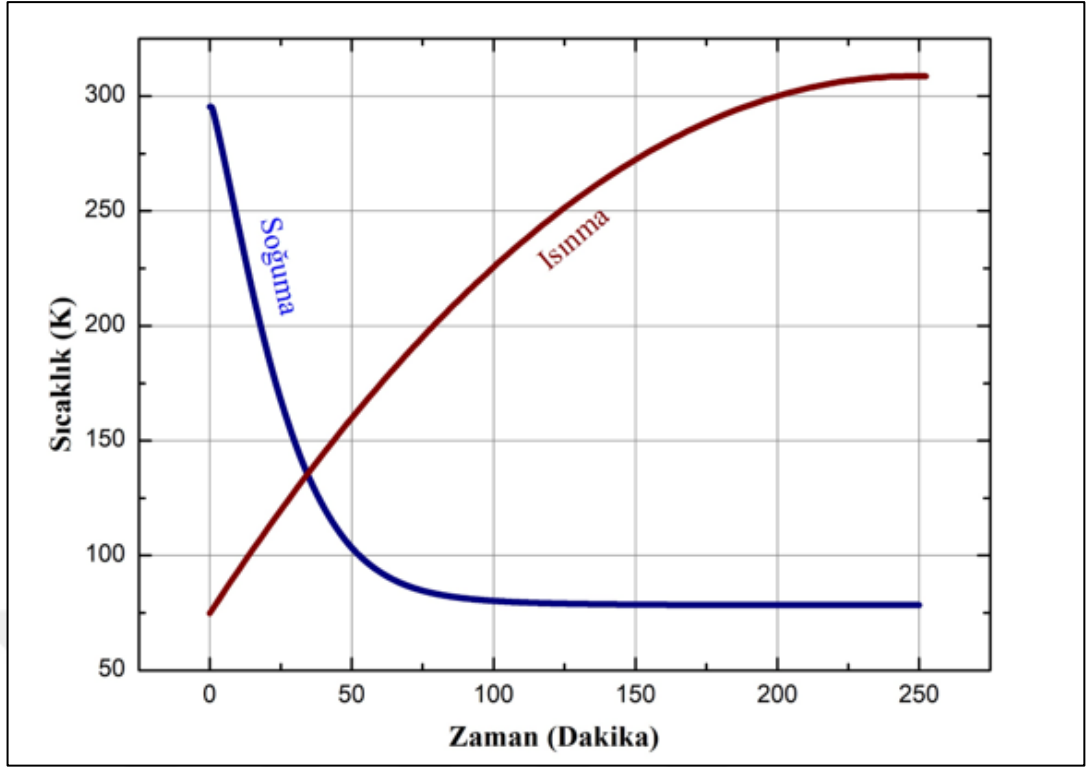


Şekil 3.11: Numune etrafında ısıtıcı ve sensörlerin, tutucu içerisinde konumlandırılması.

3.3.2. Ölçümlerin Gerçekleştirilmesi

Bütün sistemin kurulumu tamamlandıktan sonra numunenin soğutma ve ısıtma performansları incelenmiştir. Numuneler içerisine aktarılabilecek ısıya yavaş ve dengeli olması için 1,5 K/dakika'lık soğutma ve ısıtma oranı seçilmiştir. Bu ısıtma ve soğutma performansı sıcaklık kontrolcüsü üzerinden ayarlanmıştır. Sıcaklık azalması ve artırılması için tutucu üzerinde bulunan ısıtıcı, sıcaklık sensöründen aldığı veri üzerinden numune etrafındaki sıcaklığı kontrol etmek amacıyla ısıtıcı gücünü otomatik olarak ayarlayarak sıcaklığı istenilen 1,5 K/dakikada tutmaktadır. Sıcaklık kontrolcüsünün yanısıra düşük sıcaklıklara ulaşabilmek için cam tüp azot kabı içerisine 1,5 K/dakika oranı bozulmayacak şekilde belirli bir hız oranında daldırılmıştır. Aynı şekilde numuneyi ısıtmak amacıyla da 1K/dakika oranı sıcaklık kontrolcü üzerinden izlenerek cam tüp sıvı azot kabı içerisinde belirli hız oranında çıkartılmıştır.

Şekil 3.12'de numune üzerindeki sıcaklığın zamana bağlı azalması ve artması verilmektedir. Sıcaklık kontrolcü üzerinden ayarlanan yaklaşık 1,5 K/dakika soğuma ve ısınma performansları deney düzeneğinde elde edilmiştir. Şekil 3.12'de sıvı azot sıcaklığı olan 77 K sıcaklığa kadar soğutulabilindiği görülmektedir. 300 K sıcaklığından başlayan soğuma işlemi yaklaşık 90 K sıcaklığa kadar doğrusal azaldığı görülmektedir ve 90 K sıcaklığı altında sistemin soğutulma oranı oldukça azalması nedeniyle 77 K sıcaklığa düşmesi uzunca bir zaman almaktadır. Şekil 3.12'de aynı zamanda sistemin ısınma performansı verilmektedir. Sistemin ısınma performansının azalma performansına göre daha doğrusal olduğu görülmektedir. Çünkü ısıtma işlemi sıcaklık kontrolcüsü tarafından yapay olarak ısıtıcı ile istenilen oranda artırmaya yönelik ayarlanmaktadır. Buna karşın azalma işleminin doğal bir süreç olması nedeniyle belirli bir sıcaklıktan sonra sistemin soğuması uzunca bir zaman almaktadır.



Şekil 3.12: Numunenin zamana bağlı soğuması ve ısınması.

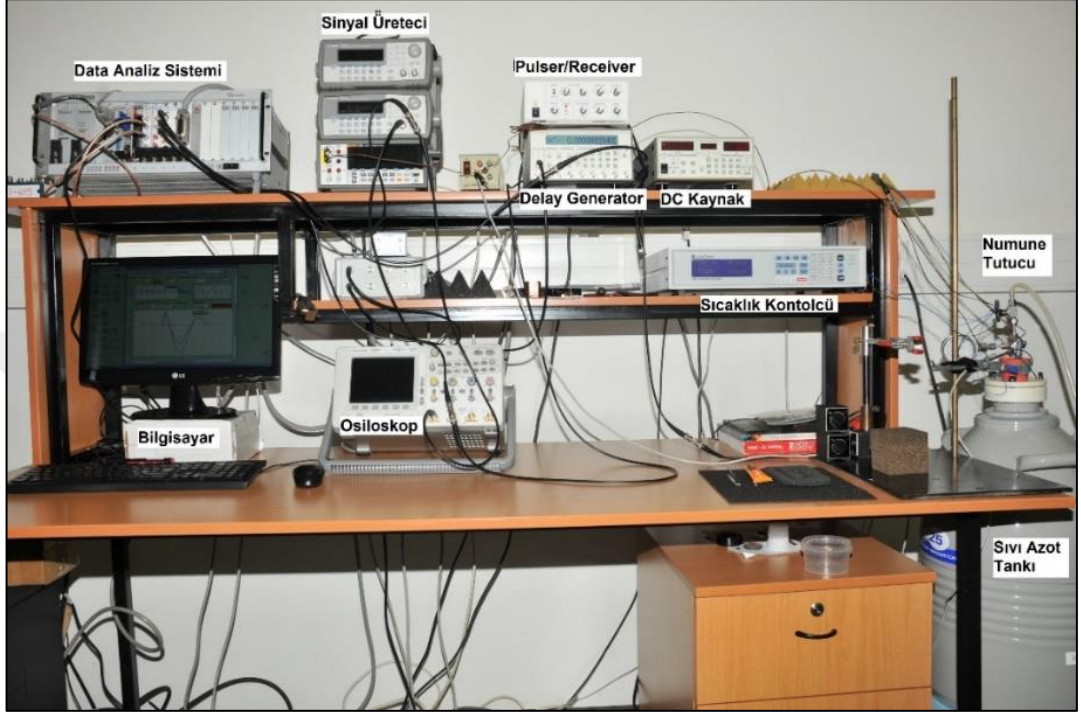
3.4. Deneyde Kullanılan Ölçüm Cihazları

TlGaSe₂ ve TlInS₂ yarıiletkenler içerisinde ultrasonik ses hızının ölçülmesine yönelik kurulan ölçüm düzeneği Şekil 3.13’de verilmektedir. Şekil 3.13 içerisinde deneyde kullanılan cihazlar, cihazların üzerindeki etiketlerle verilmiştir.

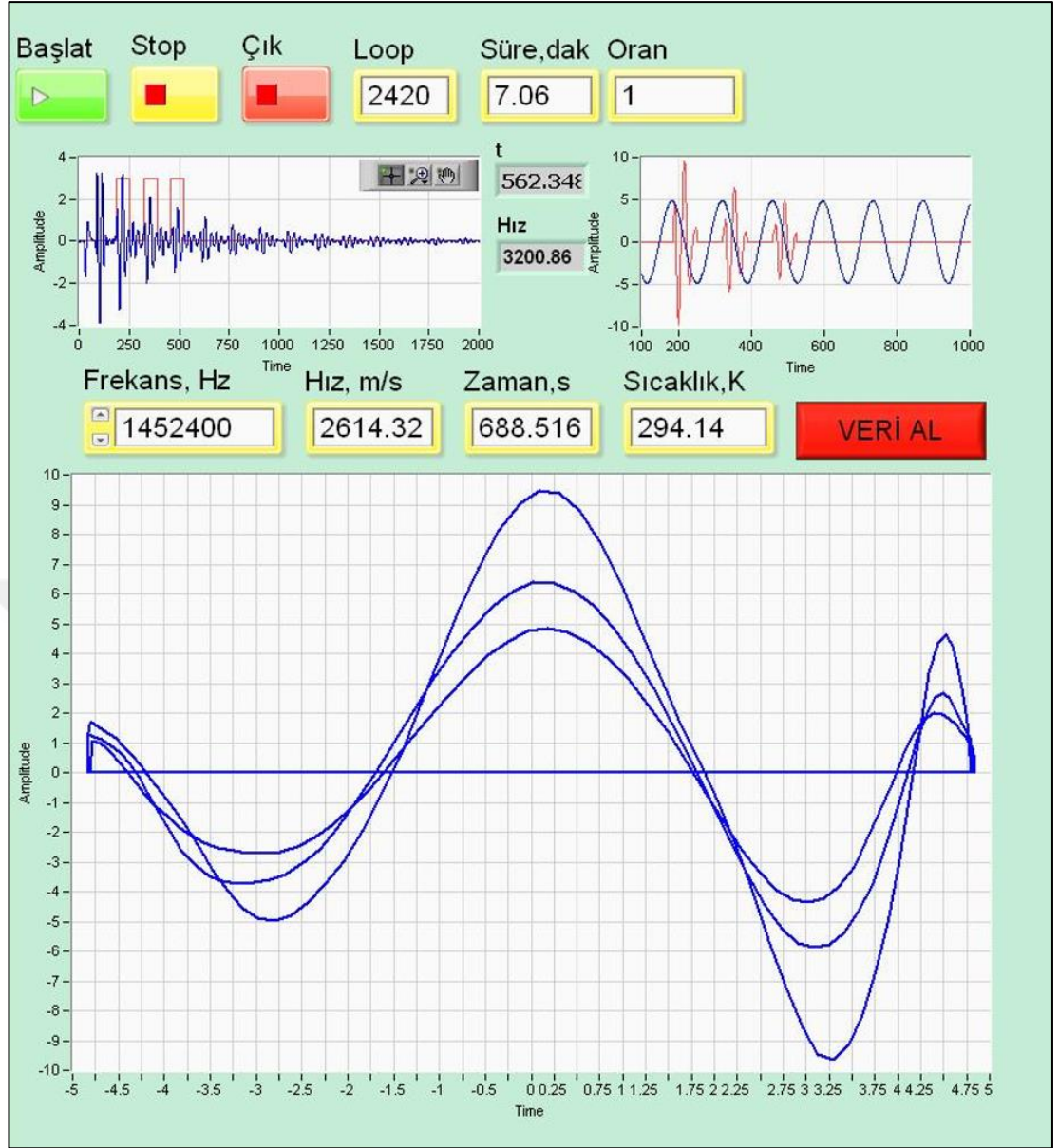
Şekil 3.13’de gösterildiği üzere ölçüm sistemi bilgisayar kontrollüdür. Data Analiz Sistemi, Osiloskop, Pulser/Receiver, Sıcaklık Kontrolcü, Delay Generator Sinyal Üretici tamamıyla Labview yazılımı kullanılarak bilgisayar üzerinden kontrollü hale getirilmiştir. Deneylerde sadece sıcaklık kontrolünde numuneyi ısıtma ve soğutma durumlarında sıcaklığın daha rahat dengeye gelebilmesi için numune tutucu daldırma ve çıkartma yöntemiyle elle kontrollü bir şekilde ölçüm süresi boyunca sıvı azot tankının içerisinde tutulmuştur.

Diğer otomatik kontrol edilemeyen parameter, ultrasonik yansımaların çakışmalarıdır, çakışma kontrolünün otomasyonu yazılımsal olarak çözülemediği için çakışmalar deney boyunca gözlemlenmiş ve sıcaklığa bağlı kayma durumunda, sinyal üretici üzerinden bilgisayar kontrollü olarak ayarlanmıştır. Cihazlardan okunan veriler bilgisayarda yazılım tarafından işlenerek ses hızı verileri deney süresi

boyunca otomatik olarak sıcaklığa bağılı olarak kayıt edilmiştir. Deneylerde sıcaklık çözünürlüğü 0,5 K olarak ayarlanmıştır. Diğer bir değışle her bir 0,5 K sıcaklık değışiminde ses hızları kayıt edilmiştir. Deney sisteminin otomasyonunda kullanılan yazılımın arayüzü Şekil 3.14’de verilmektedir.



Şekil 3.13: Deneylerde kullanılan ultrasonik ses hızı ölçüm düzeneğı.



Şekil 3.14: Ölçüm sisteminin otomasyonu ve veri işleme için yazılan yazılımın arayüzü.

Şekil 3.13’de gösterilen, ölçüm sistemi içerisinde kullanılan cihazların deneylerdeki görevleri ve özellikleri aşağıda maddeler olarak verilmektedir.

3.4.1. Darbe Üretici ve Algılayıcı Cihazı

Darbe Üretici ve Algılayıcı Cihazı (Pulser /Receiver JSR Ultrasonic Model DPR 300) genel amaçlı ultrasonik ölçümler için darbe (pulser) / algılayıcı (receiver) görevini yerine getiren ve geniş kullanım alanları olan bir cihazdır. Cihaz ultrasonik sensör ve osiloskop ile birlikte kullanıldığında basit bir ultrasonik ölçüm sistemi

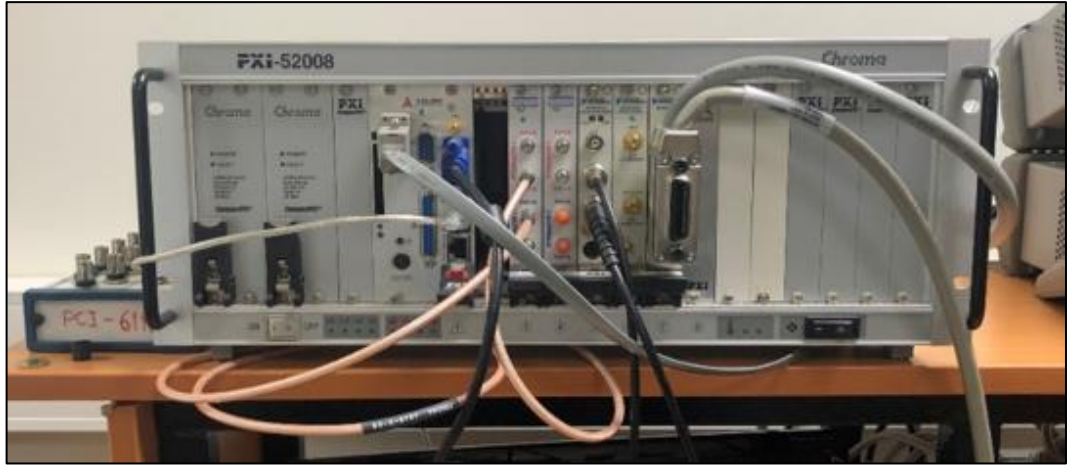
olmaktadır. Bu ölçüm sistemi ile katılar içerisindeki çatlak hatalarının belirlenmesi, katı malzemelerin kalınlıklarının belirlenmesi, katılar içerisindeki elastik sabitlerin belirlenmesine yönelik ses hızı ölçümleri, dönüştürücü karakterizasyonu vb. çok farklı amaçlar için kullanımı bulunmaktadır. Cihazın darbe üretici çıkışı (pulser) dar ve çok yüksek genlikte enerjisi kontrol edilebilir elektrik darbe sinyalleri üretmektedir. Darbe üretici çıkışındaki dar darbe sinyalleri 475 V– 900 V genlikleri arasında üretilmektedir. Cihazın alıcı bölümü sensörden gelen elektriksel sinyallerin algılanmasında kullanılmaktadır. Giriş sinyali bant aralığı 35 MHz ve 50 MHz bant genişliğindedir. Darbe çıkış sinyali cihazın 50 Ω çıkış empedansına sahip T/R konektörü üzerinden aktarılmaktadır. Ultrasonik dönüştürücü Pulser/Receiver cihazının T/R konektörüne koaksiyal kablo kullanılarak bağlanır, cihaz tarafından verilen belirli aralıktaki darbe sinyalleri ultrasonik dönüştürücü üzerine aktarılır ve dönüştürücü bu elektronik sinyaller ile uyarılarak kendi rezonans frekansında titreşim üreterek kontakta olduğu malzeme içerisine ultrasonik dalgaları darbe şeklinde ortama aktarır. Tam tersi olarak ortamdan dönüştürücü üzerine gelen ultrasonik dalgalar ya ortama ultrasonik dalgaları aktaran aynı dönüştürücü veya ayrı bir dönüştürücü ile algılanarak cihaz girişleri üzerinde Darbe/Algılayıcı'ya aktarılır. Eğer aynı dönüştürücü hem verici hem alıcı olarak kullanılıyorsa buna ses atması ve yakalaması (pitch-catch) denir eğer ayrıca alıcı dönüştürücü kullanılıyorsa buna boyunca aktarım (through transmission) denir ve alıcı sensörden gelen sinyal cihazın “through” girişine verilir. Ultrasonik ses dalgaları cihaz içerisinde yükseltilerek, cihazın “receiver output” üzerinden osiloskop veya gösterge üzerine aktarılarak oluşan darbe yankı sinyalleri gözlemlenebilir. Cihaz üzerinde üretilen darbe sinyallerinin enerjilerinin, darbe aralıklarının (frekans) ayarlanması ve algılanan sinyallerin doğrultulması ve yükseltilmesi veya bastırılması amacıyla ayar fonksiyonları bulunmaktadır. Ayrıca darbe/algılayıcı üzerinde algılanan darbe sinyallerinin filtrelenmesi amacıyla “High Pass” ve “Low Pass” filtreler bulunmaktadır. Cihaz bilgisayar üzerinden bir seçenek olarak kendi programı ile yönetilebilmektedir. Cihazın diğer cihazlarla eş zamanlı ölçüm yapabilmesine yönelik “Trig/Sync” çıkışı bulunmaktadır. Cihaz üzerindeki bütün bağlantı giriş ve çıkışlarında BNC tip konektörler bulunmaktadır. Darbe üretici cihazı Şekil 3.15’de gösterilmektedir.



Şekil 3.15: “Pulser / Receiver “ Model DPR 300 cihazı.

3.4.2. Sayısallaştırıcı (National Instrument Model PXI 5124 Digitizer)

PXI 5124 analog sinyali sayısal sinyale çeviren bir cihazdır. Osiloskop gibi görev yapmaktadır. PXI 5124 bilgisayar tarafından kontrol edilmektedir. Analog sinyalin sayısal sinyale çevrilmesinde cihaz üzerinden dönüştürülen sinyalin örnekleme hızı ayarlanabilmektedir. Cihazın maksimum örnekleme hızı saniyede 200M ($\times 10^6$) örnek toplama kapasitesindedir. 150 MHz frekans çözünürlüğüne ve 12 bit sayısal dönüştürme çözünürlüğüne sahiptir. Darbe/Algılayıcı (Pulser/Receiver) cihazı çıkışı üzerinden alınan ultrasonik sinyal PXI 5124 tarafından sayısal sinyale çevrilerek sinyal üzerinde işlem yapılmasına olanak sunmaktadır. PXI 5124 üzerinde bulunan tetikleme girişi ile cihazın diğer cihazlarla eş zamanlı çalışma imkanı bulunmaktadır. Alınan veriler bilgisayarda depolanabilmektedir. PXI 5124 esasında bir işlem kartıdır ve PXI 52008 model şase ile kullanılmaktadır. Bu tip şaselerin üzerinde kendi küçük işlemcileri bulunmaktadır ve ekstra bilgisayara ihtiyaç duyulmaksızın kullanılabilir. PXI 52008 ve PXI 5124 sayısallaştırıcı Şekil 3.16 ve 3.17’de gösterilmektedir.



Şekil 3.16: PXI 512008 şase ve PXI 5124 veri analiz sistemi.



Şekil 3.17: PXI 5124 Yüksek Çözünürlüklü Sayısallaştırıcı.

3.4.3. Sayısal Osiloskop (Keysight Invision Model DSOX3104T)

Osiloskop Darbe-Algılayıcı cihazı çıkışından gelen ultrasonik ve ayrıca sinyal üretici üzerinden beslenen tetik sinyalini gözlemek için kullanılmaktadır. Ölçümlerde kullanılan osiloskop dört giriş kanalına sahiptir. İlk olarak Darbe – Alıcı cihazından gelen ultrasonik sinyal yansımaları arasındaki zaman osiloskop üzerindeki “time base” fonksiyonu kullanılarak ölçülür. Ölçülen zaman değeri frekansa çevrilerek sinyal üreticisine girilir ve sinyal üreticinin çıkışı osiloskopun

birinici kanalına (X girişı) ultrasonik sinyal ikinci kanala (Y girişı) bağlanır. Bu girişı sinyalleri kullanarak osiloskopun X-Y (Lisagueso Figure) fonksiyonu üzerinden yansıma sinyallerinin üst üste çakıştığı gözlemlenebilir. Osiloskop 1,6 GHz çözünürlüğe ve saniyede 5 GSa ($\times 10^9$) örnekleme oranına sahiptir. Osiloskop sayısaldır ve ekrandaki sinyalleri depolama özelliğine sahiptir. Bunun yanı sıra osiloskop bilgisayar bağlantısı ile eş zamanlı olarak verileri bilgisayara aktarma özelliğine sahiptir. Ultrasonik sinyallerin ölçülmesinde osiloskop temel cihaz görevi rolü üstlenmektedir. Sayısal Osiloskop Şekil 3-18'te gösterilmektedir.

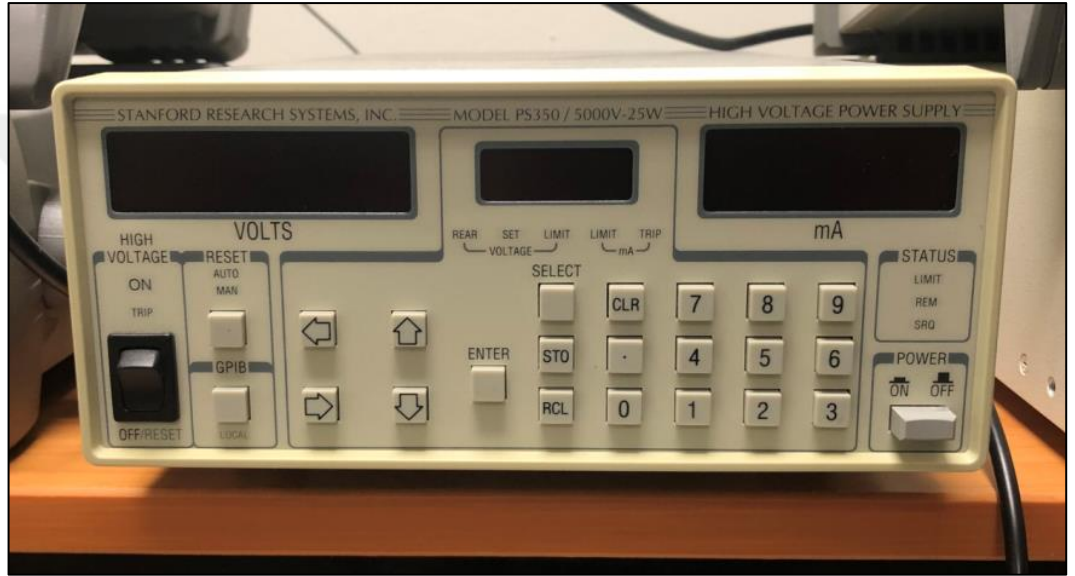


Şekil 3.18: Sayısal Osiloskop.

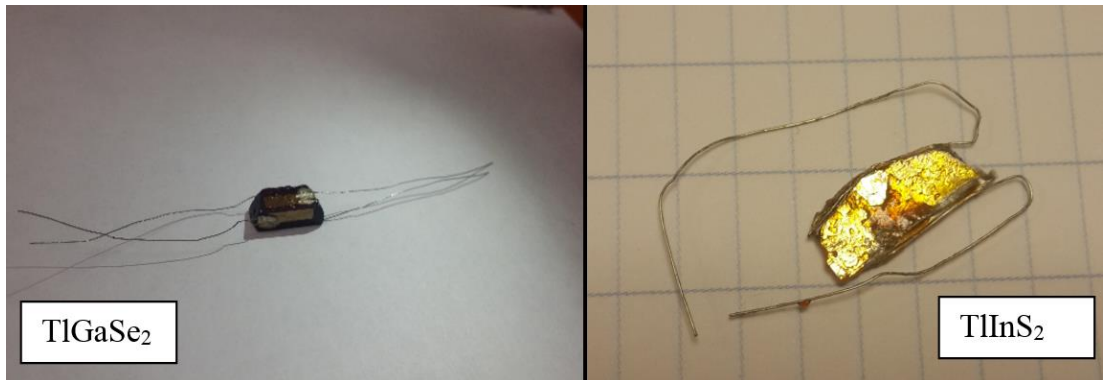
3.4.4. Yüksek Gerilim Kaynağı (SRS PS350)

Tez içerisinde araştırılan konulardan birisi TlInS_2 ve TlGaSe_2 katmanlı yarıiletkenlerin elektrik alan etkisindeyken malzeme içerisindeki ses hızının sıcaklıkla değişiminin incelenmesidir. Bu tip yarıiletkenler yüksek yalıtkan özelliği göstermesi nedeniyle kristal içerisindeki atomların uyarılması için yüksek gerilime ihtiyaç duyulmaktadır. Bu amaçla deneylerde 1 V çözünürlükte yüksek gerilim üretebilen (maksimum 5kV) ve düşük akım çeken (5 mA) SRS PS350 model yüksek

gerilim kaynağı kullanılmıştır. Deneylerde kristal numuneler üzerine hassas omik kontaklar yapılarak uçlar oluşturulmuştur ve gerilim bu uçlar üzerine kontak yapılarak uygulanmıştır. Hassas kontaklar ve yüksek gerilim uygulanması nedeniyle numune ile yapılan bağlantı sonrası gerilim uygulandığında kısa devre ve gerilim atlamaları ihtimali bulunmaktadır. Yüksek gerilim kaynağı bu ihtimallere karşı kısa devre koruması bulunmaktadır. Deneylerde kullanılan cihaz Şekil 3.19’da gösterilmektedir. Ayrıca numuneler üzerine gerilim vermek amacıyla omik kontakla yapılan bağlantılar Şekil 3.20’de örnek olarak gösterilmektedir.



Şekil 3.19: Yüksek Gerilim Kaynağı.



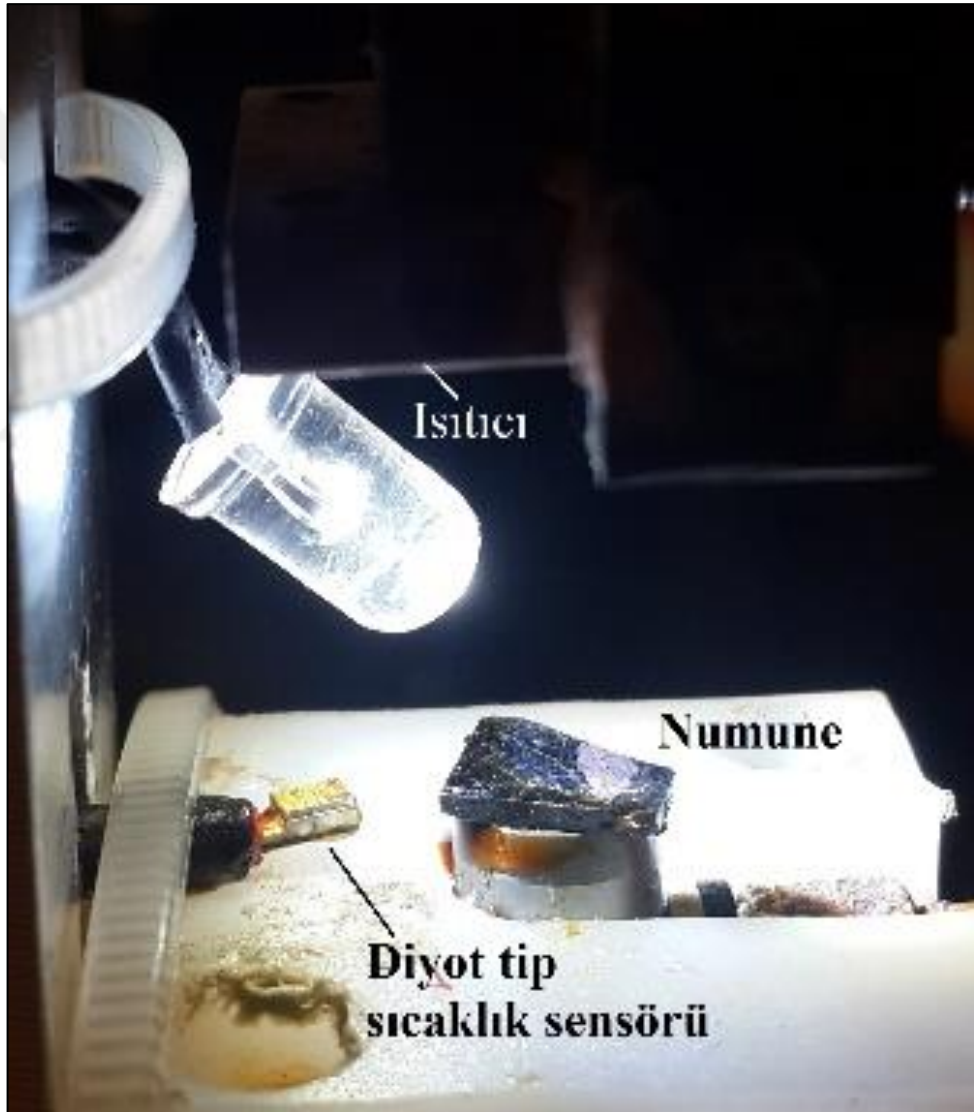
Şekil 3.20: Numuneler üzerindeki omik kontakla yapılan gerilim uygulama uçları.

3.4.5. Sıcaklık Kontrol Birimi (Lakeshore 336)

TlInS₂ ve TlGaSe₂ yarıiletkenlerinin ultrasonik ses hızı ölçümleri sıcaklık değişimine karşı ölçülmüştür. Dolayısıyla deney sırasında sıcaklık kontrolü çok önemlidir. Ses hızındaki değişimleri en yüksek sıcaklık çözünürlüğünde görebilmek için sıcaklık artırım ve azaltım oranlarının (0,1 K/dakika) hedeflenen yüksek çözünürlüğe ulaşabilir olması gerekmektedir. Bu tür sıcaklık kontrolleri integral türev oranı (Proportional Integral Derivative (PID)) olarak adlandırılan kontrol mekanizması ile gerçekleştirilir. PID kontrolü bir geri bildirim mekanizmasıdır, tanımlı bir sürede anlık değişen sıcaklık ve ulaşılması istenilen sıcaklık arasındaki fark veya hata değeri sürekli kontrol edilerek, uygun PID parametreleri seçilerek ve bu hatanın en aza indirilmesi sağlanarak, hata değeri sıfır veya istenilen tolerans değerine ulaşınca kadar işlem tekrarlanır. Lakeshore model 336 sıcaklık kontrolcü istenilen sıcaklık değerine en hızlı ve doğru şekilde ulaşılabilmesi için P, I ve D olan PID katsayılarının kullanıcı tarafından girilmesine olanak vermesinin yanı sıra bilinmediği durumlarda doğru olarak belirlenmesinde kendiliğinden ayarlama özelliğine sahiptir ve bu özellik kullanıcı için büyük kolaylık sağlamaktadır. Lakeshore Model 336, 300 mK – 1505 K sıcaklığı aralığında çalışabilmektedir. 100 W ve 50 W gücüne sahip iki adet ısıtıcı çıkışı bulunmaktadır. Dört adet sıcaklık sensörü için giriş kanalları mevcuttur. Kullanılan sıcaklık sensör tipine (RTS, Diode, Capacitance, Thermocouple) göre direnç oranları cihaz içerisinden seçilebildiğinden ölçümlerin K birimi cinsinden yapılmasına imkân vermektedir. Dört kanaldaki sıcaklıklar ve ısıtıcı güç oranı cihaz üzerinden okunabilir olmasının yanı sıra IEEE-488 protokolü üzerinden bilgisayarla haberleşebilme özelliğine sahiptir. Numune tutucu yanındaki sıcaklık ölçümlerinde diyot tip DT-670B-SD model sıcaklık sensörü kullanılmıştır. Sıcaklık kontrolcü cihazı Şekil 3.21’de gösterilmektedir. Numune tutucunun bulunduğu bölümde numunenin yanında bulunan ısıtıcı ve sıcaklık sensörlerinin konumları Şekil 3.22’de gösterilmektedir.



Şekil 3.21: Sıcaklık Kontrolcü.



Şekil 3.22: Numune yanındaki sensör ve ısıtıcı konumu.

3.4.6. Sayısal Geciktirici ve Darbe Üretici

SRS Model DG535 Sayısal Geciktirici ve Darbe Üretici (Digital Delay ve Pulse Generator) dört kanal çıkışında yüksek doğrulukta zaman gecikmeli lojik, iki kanal çıkışında da kontrol edilebilir darbe sinyalleri üretebilen bir cihazdır. Sayısal olarak kontrol edilebilen zaman aralıkları cihaz ve GPIB ara yüz kullanılarak bilgisayar üzerinden programlanabilmektedir. Sayısal geciktirici ve darbe üretici 0 - 1000 s aralığında 5 ps kesinlikte ve 1 ppm yüksek doğrulukta zaman sinyalleri sağlayabilecek kapasiteye sahiptir. Sayısal geciktirici ve Darbe üretici ultrasonik sinyallerin ölçümünde sinyal üzerinde istenilen zaman bölgelerindeki tepe sinyallerinin ayıklanması amacıyla ölçümlerde kullanılmıştır. Sinyal üreticinin tetik sinyal çıkışı bölücü tarafından bölündükten sonra sayısal geciktirici ve Darbe Üretici cihazının tetik girişine girilerek sayısal geciktirici üzerinden istenilen zaman geciktirmeleri cihaz üzerindeki kanallara girilerek girişteki zaman sinyali geciktirilmiş olarak çıkışlarda elde edilmiştir. Sayısal Geciktirici ve Darbe Üretici Cihazı Şekil 3-23'de gösterilmektedir.



Şekil 3.23: Sayısal Geciktirici ve Darbe Üretici.

3.4.7. Sinyal Üretici (33220A Function / Arbitrary Waveform Generator)

Agilent 33220A model Sinyal Üretici (Şekil 3.24) 0,1 μ Hz - 20 MHz frekans aralığında sinyal üretebilen bir cihazdır. Maksimum 3,5 Vrms genliğinde sinyal üretebilmektedir. Farklı tiplerde sinyaller üretebilme özelliğine sahiptir. 5 V genliğinde kare tetik sinyali çıkışı bulunmaktadır. Sinyal üretici ölçümlerde ultrasonik sinyalin tepeleri arasındaki zamanı daha yüksek doğrulukta ölçebilmek amacıyla tarama sinyali kaynağı olarak kullanılmıştır. Ayrıca sinyal üretici zaman sinyali ölçümlerinde kullanılan bütün ölçüm cihazlarını tetiklemek için kullanılmıştır.



Şekil 3.24: Sinyal Üretici.

3.4.8. Vakum Pompası

Vacubrand MD1 model vakum pompası TlInS_2 ve TlGaSe_2 numunelerinin yerleştirildiği cam tüp içerisinde bulunan hava ortamının vakumlanması amacıyla kullanılmıştır. Vakum pompası 1,5 mbar seviyesine kadar vakum sağlama özelliğine sahiptir. Numune ve holder tüp içerisine yerleştirildikten sonra tüp içerisinde bulunan hava vakum pompası tarafından vakumlanmaktadır. Vakum işleminin amacı, tüp içerisinde bulunan hava ortamı numune etrafında düşük sıcaklıklarda donma meydana getirebilmesidir. Cam tüp girişi vakum sızdırmasına karşı yalıtımlı bir kapak ile kapanacak şekilde tasarlanmıştır. Bu tür etkilerden kurtulmak ve numune etrafında temiz bir ortam oluşturmak amacıyla tüp içerisi belirli bir süreliğine

vakumlanır. Tüp içerisindeki basınç seviyesi barometre üzerinden okunabilmektedir. Tüp içerisi vakumlandıktan sonra sıvı azot tüp içerisine akıtılarak tüp içerisinde gaz azot elde edilmiştir. Bu sayede cam tüp sıvı azot içerisine daldırıldığında sıvı azot sıcaklığı cam tüp yüzeyi ve içeride bulunan azot gazı üzerinden numunenin bulunduğu ortama aktarılmış olmaktadır. Ölçümlerde kullanılan Vakum Pompası ve bağlantıları Şekil 3.25’de gösterilmektedir.



Şekil 3.25: Vakum pompası ve bağlantıları.

3.4.9. Sıvı Azot Tankı

Deneylerde numuneyi sıvı azot sıcaklığına kadar soğutma işlemi daldırma yöntemi ile gerçekleştirmiştir. Numunenin sıvı azot içerisine daldırılması için sıvı azot tankı (Şekil 3.26) kullanılmıştır. Sıvı azot tankının ağzından girebilecek büyüklükte cam tüp imal edilmiştir. Cam tüp içerisinde tasarlanan bir tutucu içerisine numune yerleştirildikten sonra cam tüp ağzını vakum sızdırmazlığı olmayacak

şekilde kapatıldıktan sonra vakum işlemi gerçekleştirilmiştir ve sonrasında cam tüp içerisine azot gazı doldurulmuştur. Bu işlemler sonrasında numunenin soğutulması için cam tüp sıvı azot içerisine belirli bir hız oranında daldırılarak istenilen sıcaklık seviyelerine ulaşılmıştır.



Şekil 3.26: Sıvı azot tankı.

4. TlInS₂ KRİSTALİ İÇERİSİNDE FAZ GEÇİŞLERİNİN ELASTİK KATSAYILARI ÜZERİNDEKİ LANDAU TEORİSİ

4.1. TlInS₂ kristalindeki Faz Geçişlerinin Konvansiyonel Fiziksel Modeli

Landau Teorisinden yola çıkarak TlInS₂ kristaline uygulanan faz geçişlerinin temel konvansiyonel özelliklerini aşağıdaki gibi tanımlayabiliriz [Kirbaş and Seyidov, 2019]. Paraelektrik faz C_{2h}^6 uzay simetrisine sahip bir fazdır. Hazırlık düzensiz (incommensurate, INC) Faz $\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*$ and $\mathbf{c}^*$ karşılıklı uzayda temel vektörlerle ifade edilen ve $\mathbf{k}_i = \delta(\mathbf{a}^* + \mathbf{b}^*) + 0,25\mathbf{c}^*$ ve dondurulmuş düzenli (commensurate, C) ferroelektrik faz geçişleri ise $\mathbf{k}_c = 0,25\mathbf{c}^*$ modülasyon vektörleri ile tanımlanmaktadır. Düzenli faz geçişlerinde esas temel geçiş periyodu $\mathbf{c}$ olarak kabul edilmektedir.

Landau Termodinamik potansiyel yoğunluk, f , normal ve düzenli faz geçişlerinde kristal simetrisine göre genelde birincil ve ikincil düzey üstel güç kuvvetlerinde genişletilirler.

Kuvvet koordinatlarına bağımlı olan TlInS₂ katmanlı kristalinin serbest enerji yoğunluğunun bir bölümünü düşünerek Denklem 4.1'deki serbest enerji yoğunluğu ifadesini yazarız [Gashimzade and Gadzhiev, 1985], [Gadzhiev et al., 1995], [Seyidov et al., 2009].

$$\begin{aligned} f_1 = & \frac{1}{2}\alpha Q_1 Q_2 + \frac{1}{4}\beta (Q_1 Q_2)^2 + \frac{1}{6}\beta_1 (Q_1 Q_2)^3 + \frac{1}{8}\beta_2 (Q_1 Q_2)^4 \\ & + i\frac{\delta_w}{2}(Q_1 \nabla Q_2 - Q_2 \nabla Q_1) + \frac{\xi}{2}(\nabla Q_1)(\nabla Q_2) + \frac{1}{2}\gamma(Q_1^8 + Q_2^8) \end{aligned} \quad (4.1)$$

Genelde Landau faz geçiş teorisine göre sadece α katsayısı, $\alpha = \alpha_0(T - \theta)$ ilişkisi ile sıcaklığa bağımlıdır. β , β_1 , β_2 , δ , ve ξ pozitif katsayılardır. γ her iki işarete de sahip olabilir.

Fenomenolojik teorisi bakış açısından Denklem 4.1'deki terimler ve katsayılar değerlendirildiğinde; α 'nın sıfıra eşit olması yüksek sıcaklık paraelektrik faz için denge durumunun bozulması için gerekli bir şarttır. β , β_1 , ve β_2 katsayıları düşük

sıcaklık faz geçişlerinin varlığını ifade etmektedir. $(Q_1 \nabla Q_2 - Q_2 \nabla Q_1)$ terimi Lifshitz değişmeyenidir (invariant). Liftshitz değişmeyeni paraelektrikten – düzensiz faz geçişlerini sağlamaktadır. Liftshitz terimi çarpanı olan δ_w , INC modülasyon dalgasının periyodunu belirlemektedir. $(\nabla Q_1)(\nabla Q_2)$ terimi, ξ katsayısına bağlı olarak merkez sıcaklık bölgesi içerisindeki INC faz varlığını yönetmektedir. Son olarak $(Q_1^8 + Q_2^8)$ terimi Dzyaloshinskii değişmezi (invariant) olarak bilinmektedir. Bu terimin görevi ise γ katsayısının işaretine göre iki olası düzenli fazlardan birine faz geçişini sağlamaktır.

$Q_1 = r \exp(-i\phi)$ ve $Q_2 = r \exp(i\phi)$, ilişkilerini tanımlayarak Q_1 and Q_2 değişkenleri yerine, r and ϕ polar koordinat değişkenlerini kullanmak denklemlerin çözümü için daha uygun olacaktır. Yeni değişkenler üzerinden polar koordinatlarda TlInS₂'nin termodinamik potansiyel yoğunluğu Denklem 4.2'deki gibi yazılabilir.

$$f_1(z) = \frac{1}{2} \alpha r^2 + \frac{1}{4} \beta r^4 + \frac{1}{6} \beta_1 r^6 + \frac{1}{8} \beta_2 r^8 - \delta r^2 \left(\frac{d\phi}{dz} \right) + \frac{\xi}{2} \left[\left(\frac{d\phi}{dz} \right)^2 + r^2 \left(\frac{d\phi}{dz} \right)^2 \right] + \gamma r^8 \cos 8\phi \quad (4.2)$$

Burada sırasıyla r ve ϕ iki değişkenli parametrelerin genlik ve fazına karşılık gelmektedir. INC-yapısının z yönü boyunca modüle olduğu kabul ediyoruz.

Yukarıdaki denklem, elastik gerilim tensörleri, koordinatlar ve kristal enerji yoğunluğuna bağlı olarak TlInS₂ termodinamik potansiyel yoğunluk kuvvet serisi açılımı yapılarak Denklem 4.3 ifadesi elde edilebilir.

$$f_2(z) = (a_4 u_{yz} + a_6 u_{xy}) r^4 \cos 4\phi + \frac{1}{2} \sum_{i,j=1}^6 C_{ij} (1 + \hbar_i r^2) u_i u_j + \sum_{i=1}^6 b_i u_i r^2 - \sum_{i,j=1}^6 u_i \sigma_j \quad (4.3)$$

Burada u_{ii} ve σ_{ii} sırasıyla elastik gerilimi ve mekanik stres tensörleridir. C_{ij} TlInS₂'nin temel elastik sabitleridir. Elastik sabitler, stres ve gerilim tensörleri Voight notasyonu cinsinden tanımlanır. $(i, j: 1 \rightarrow xx, 2 \rightarrow yy, 3 \rightarrow zz, 4 \rightarrow yz, 5 \rightarrow zx, 6 \rightarrow xy)$ [Nye, 1985]. Yukarıda yapılan tanımlamalarla birlikte bütün değişkenleri içeren

TlInS₂'nin termodinamik potansiyel yoğunluğu simetri argümanları kullanılarak tekrar yazılabilir.

TlInS₂'nin toplam termodinamik potansiyeli F iki terim toplamı olarak Denklem 4.4'deki gibi yazılır.

$$F = \frac{1}{L} \int_0^L f(z) dz \quad \text{and} \quad f(z) = f_1(z) + f_2(z) \quad (4.4)$$

L burada deneylerde kullanılan numunenin uzunluğudur.

İlk olarak bazı genel sonuçları elde edecek olursak, Landau fenomenolojik faz geçişleri teorisinde genelde yapıldığı üzere, β_1 ve β_2 katsayıları ihmal edilerek yok edilir. Bu sabitlerin denklem içerisinde yer alması teorik sonuçların doğruluğu üzerinde ihmal edilecek büyüklükte katkı sağlamasıdır ve deneysel verilerin nitel tahminleriyle çok fazla ilgili değildir.

TlInS₂'nin yüksek sıcaklık paraelektrik fazlarındaki simetrisine göre iki düşük sıcaklık düzenli fazları Denklem 4.2 potansiyelinden türetilir. C_2^3 uzay simetrisine sahip olan ve $\gamma > 0$ durumlar için olan düzenli fazlar deşimez ve stabildir. Bu düzenli fazlar ferroelektiriktir ve kendiliğinde $C_2 \parallel \mathbf{b}$ simetri eksenini boyunca polarize olmaktadır. $\gamma < 0$ durumlar için olan ikinci commensurate faz S_2^1 uzay simetri grubuna sahiptir ve ferroelektrik değildir.

$\gamma > 0$ durum için, termodinamik potansiyel yoğunluk Denklemi 4.2 türetilerek aşağıdaki gibi Denklem 4.5 yazılabilir.

$$f_1(z) = \frac{1}{2} \alpha r^2 + \frac{1}{4} \beta r^4 - \delta r^2 \left(\frac{d\phi}{dz} \right) + \frac{\xi}{2} r^2 \left(\frac{d\phi}{dz} \right)^2 + \gamma r^8 \cos 4\phi \quad (4.5)$$

Landau Faz Geçiş Teorisine göre, düzen parametresi bileşenleriyle Denklem 4.5'deki termodinamik potansiyelin minimumu, uzaysal düzensiz modüle olmuş fazının dengesine karşılık gelmektedir. Denklem 4.5'deki Landau fonksiyonunu minimize eden genlik $r(z)$ ve faz $\phi(z)$ için birbiriyle ilişkili olan iki farklı diferansiyel denklem Euler-Denklem 4.6'da verilen Lagrange şartlarından (Dzyaloshinskii yaklaşımı, $\frac{dr}{dz} = 0$) [Dvorak and Hudak, 1983], [Gashimzade and Gadzhiev, 1985] bulunabilir.

$$\delta F_1 = \delta \int_0^L f_1 \left(r, \varnothing, \frac{dr}{dz}, \frac{d\varnothing}{dz} \right) dz = 0, \quad (4.6)$$

$$\frac{\partial f_1}{\partial r} = 0, \quad \frac{\partial f_1}{\partial \varnothing} - \frac{d}{dz} \frac{\partial f_1}{\partial \left(\frac{d\varnothing}{dz} \right)} = 0$$

Ortalama serbest Enerji $F_1(r, \varnothing, T)$ için Denklem 4.3'ün minimize edilmesiyle elde edilen Sine-Gordon difransiyel denkleminin çözümü için standart prosedür uygulandığında Denklem 4.7'de verilen analitik ilişkiler elde edilir.

$$r^6 = \frac{\pi^2 \delta^2}{16\gamma\xi} \cdot \frac{k^2}{E^2(k)} \quad (4.7)$$

$$\alpha = -\beta r^2 + \frac{\pi^2 \delta^2}{4\xi} \left[\frac{2 \cdot (2 - k^2)}{E^2(k)} - \frac{3}{E(k) \cdot K(k)} \right] \quad (4.8)$$

$$F_1 = -\frac{\beta}{4} r^4 + \frac{\pi^2 \delta^2}{8\xi} \left\{ \frac{3 \cdot (2 - k^2)}{E^2(k)} - \frac{6}{E(k) \cdot K(k)} \right\} \quad (4.9)$$

Burada sırasıyla $K(k)$ and $E(k)$ birincil ve ikincil tip bütün eliptik integrali tanımlamaktadır ve k parametresi $0 \leq k \leq 1$ aralığında değişmektedir [Jahnke and Emde, 1945],[Abramowitz and Stegun, 1964]. Paraelektrik ve düzensiz faz geçişi sıcaklık bölgesinde ($T = T_i$, $k \sim 0$ ve $K(k) = E(k) \approx \pi/2$ [Gashimzade and Gadzhiev, 1985], [Gadzhiev et al., 1995]), $\alpha_0 = \sigma^2/\delta$ noktasında, başlangıç paraelektrik faz denge durumunu kaybeder [Blinic and Levanyuk, 1986], [Strukov and Levanyuk, 1998], [Izyumow and Syromyatnikov, 1990]. $T = T_i$ noktasında, INC fazının dalga vektörü $\mathbf{q}_i = \sigma/\delta$ (düzlem dalga sınırı) integrasyon katsayısı ile orantılıdır. Böylece, eğer $\delta \neq 0$ ise, Lifshitz sabitine Landau Serbest Enerji yoğunluğu açılımında yer verilir. INC modülasyon vektörü, latis periyodu ile ilişkili olmayan ve deneysel olarak ölçülemeyecek irasyonel büyüklükte olan σ and δ katsayıları kullanılarak belirlenir. Diğer bir deyişle, dalga vektörü kristal simetriden belirlenememektedir. Sonuçta modülasyon dalga boyu genellikle aile kristal latisiyle düzenli değildir.

TlInS₂'deki INC'den düzenli faza geçiş sıcaklığı olan T_c Denklem 4.1'de verilen (near T_c $k \rightarrow 1$, $K(k) \approx 1/2 \ln(16/(1 - k^2))$ and $E(k) \approx 1$ [Gashimzade and Gadzhiev, 1985], [Gadzhiev et al., 1995]) düzensiz ve düzenli fazların termodinamik potansiyelinin eşitlik koşulundan belirlenir. Buda INC fazı için $F_1(T)$ eğrisinin düzenli fazla aynı noktada kesiştiği anlamına gelmektedir. Böylece düzenli faz $\alpha_c = -\beta[\pi^2 \sigma^2 / 2\gamma\delta]^{1/3}$ noktasında elde edilebilmektedir.

4.2. Boyuna Ses Hızına Karşılık Gelen C_{33} Elastik Sabitinin TlInS₂ Faz Geçiş Bölgesindeki Sıcaklık Değişimi Anomalileri

Boyuna ses hızı problemi için, Denklem 4.3'deki termodinamik potansiyel yoğunluğu u_{zz} gerilim tensörü haricindeki bütün toplam terimlerin ve diğer düzen parametre koordinatları ve u_{zz} arasındaki ortak çarpanlardan kaynaklı diğer sabitlerin sıfırlanması ile tekrar yazılabilir. Böylece Denklem 4.3 aşağıda verilen 4.10'daki gibi olacaktır.

$$f_2(z) = \frac{1}{2} C_{33} (1 + \hbar_3 r^2) u_{zz}^2 + b_3 u_{zz} r^2 - u_{zz} \sigma_{zz} \quad (4.10)$$

Denklem 4.10'daki, u_{zz} ve diğer makroskopik gerilim bileşenleri ve çok önemli olmayan ($\hbar_i = 0$, $i \neq 3$). düzen genlik parametresinin karesi arasındaki karesel olmayan bütün enerji terimleri sıfırlanır. Böylece TlInS₂ kristali içerisinde boyuna ses hızına karşılık gelen elastik sabitlerin faz geçiş bölgesinde hesaplanmamasına uygun Landau termodinamik potansiyel yoğunluğu formu ortaya çıkmış olur.

$$f(z) = \frac{1}{2} \alpha r^2 + \frac{1}{4} \beta r^4 - \delta r^2 \left(\frac{d\varphi}{dz} \right) + \frac{\xi}{2} r^2 \left(\frac{d\varphi}{dz} \right)^2 + \gamma r^8 \cos 4\varphi + \frac{1}{2} C_{33} (1 + \hbar_3 r^2) u_{zz}^2 + b_3 u_{zz} r^2 - u_{zz} \sigma_{zz} \quad (4.11)$$

Denklem 4.11'e bakıldığında denklem içerisinde sadece gerilim ve genlik düzen parametresi arasındaki lineer olmayan çarpan terimlerini içerdiği görülmektedir. Buna ilaveten Denklem 4.11 içerisinde elastik gerilim ve φ - phase

koordinatları arasındaki herhangi bir çarpanında simetri nedeniyle mümkün olmadığı gözükmektedir. Bu $\emptyset$ fazı modülasyon dalgasının uzaysal değişimlerinin INC faz bölgesinde C_{33} elastik modla ilişkili olan boyuna ses dalgası hızına küçükte olsa bir katkı vermediği anlamına gelmektedir. Sonuçta, Denklem 4.11 içerisindeki $\emptyset$ or $d\emptyset/dz$ 'de dahil olmak üzere bütün katsayılar ihmal edilebilmektedir. TlInS₂ kristalinin faz geçiş noktalarına yakın yerlerde $C_{33}(T)$ elastik sabitinin ana katkıları r genlik düzen parametresinden kaynaklanmaktadır.

Denklem 4.11'in sadeleştirilmesi sonrası ortaya çıkan ifadenin alışılmış dışında olduğu literatürde çok sayıda bilim adamı tarafından tartışılmıştır [Dvorak and Hudak, 1983], [Lemanov and Esayan, 1987], [Scott, 1983], [Golovko and Sannikov, 1989], [Gashimzade and Gadzhiev, 1985], [Gadzhiev et al., 1995], [Gadzhiev et al., 1996] [Seyidov et al., 2009], [Izyumow and Syromyatnikov, 1990]. Landau teoremi temelinde faz geçiş bölgesi yakınlarında C_{33} elastik sabitindeki sıcaklığa bağlı anamolilerin hesaplanmasındaki fenomenolojik yaklaşım ile ilgili şu sonuçlar elde edilmiştir.

Mekanik gerilim (ikinci düzen parametresi) ve genlik koordinatı arasında $\sim u_{zz}r^2$ var olan en düşük doğrusal-ikinci dereceden (kuadratik) ilişki T_i sıcaklığında C_{33} elastik sabitinde ani ve sürekli olmayan (step-like negative jump anomaly) bir düşüşe neden olmaktadır. Diğer taraftan birincil ve ikincil düzen parametreleri arasındaki yüksek düzendeki ikinci dereceden - ikinci dereceden, $\sim r^2 u_{zz}^2$ terimi ile var olan ilişki $T < T_i$ sıcaklık bölgesinde sıcaklığın yükselmesiyle $C_{33}(T)$ elastik sabitinde doğrusal bir artışa neden olmasıdır. Boyunan akustik mod olan $C_{33}(T)$ T_c sıcaklığı civarında farkedilebilir bir davranışa sahip değildir. Bu değerlendirmeler sonucunda $C_{33}(T)$ elastik sabiti aşağıdaki Denklem 4.12 ifadesi ile gösterilebilir.

$$C_{33}(T) = \begin{cases} C_{33}^0, & T > T_i \\ C_{33}^0 - \frac{b_3^2}{\tilde{\beta}} + D \left(1 - \frac{T}{T_i}\right), & T < T_i, \end{cases} \quad (4.12)$$

Burada C_{33}^0 , paraelektik faz bölgesinde sabit olarak kabul edilen geriplan elastik sabitine karşılık gelmektedir. $\tilde{\beta} = \beta - 2b_3^2/C_{33}^0$, and $D > 0$ matematiksel ifadesi Landau termodinamik potansiyel yoğunluk kuvvet serisi açılımından (Denklem 4.11) çıkarılmıştır. Denklem 4.12 kullanılarak hesaplanan boyuna ses

dalga hızının sıcaklık bağımlılığı Şekil 5.5 içerisine yerleştirilmiş küçük grafikte verilmektedir.

4.3. TlInS₂ Kristali İçerisindeki INC ve C-Faz Geçiş Bölgelerindeki C_{44} Elastik Moduna Karşılık Gelen Enine Ses Hızının Sıcaklık Bağımlılığı

TlInS₂ kristalinin enine elastik sabiti olan C_{44} 'ün faz geçiş bölgesi yakınlarındaki sıcaklık bağımlılığını elde etmek için, aşağıda Denklem 4.13'de verilen Landau termodinamik potansiyel yoğunluk fonksiyonu kullanılır.

$$f(z) = \frac{1}{2}\alpha r^2 + \frac{1}{4}\beta r^4 + \frac{1}{6}\beta_1 r^6 + \frac{1}{8}\beta_2 r^8 - \delta r^2 \left(\frac{d\phi}{dz}\right) + \frac{\xi}{2} r^2 \left(\frac{d\phi}{dz}\right)^2 + \gamma r^8 \cos 4\phi + a_4 u_{yz} r^4 \cos 4\phi + 2C_{44}(1 + \hbar_7 r^2) u_{yz}^2 - u_{yz} \sigma_{yz} \quad (4.13)$$

Denklem 4.13 içerisindeki $\sim r^2 u_{yz}^2$ çarpan terimi faz ϕ düzen parametresi ve or $d\phi/dz$ ifadesini içermemektedir. Dolayısıyla bu terim denklem içerisinde ihmal edilebilir. Çünkü TlInS₂'nin C_{44} enine elastik sabitinin faz geçiş bölgesinde sıcaklığa olan bağımlılığı ϕ tarafından belirlenmektedir. Buna ilaveten bu terim u_{yz} kendiliğinden olan (spontaneous) gerilim ve genlik düzen parametresinin karesi ile doğru orantılı olması not edilmesi gereken bir değerlendirmedir. Sonuçta, TlInS₂'nin INC faz bölgesi dolaylarında C_{44} enine elastik sabitindeki bu terimden kaynaklı anomali $C_{44}(T)$ eğimindeki değişimle ilişkilendirilmiştir.

u_{yz} geriliminin denge değerleri $\left(\frac{\partial f(z)}{\partial u_{yz}}\right)_{r,\phi}$ 'nin sıfıra eşitlenmesi ile Denklem 4.14'deki ifade elde edilebilir.

$$u_{yz} = \frac{1}{4C_{44}^0} (\sigma_{yz} - a_4 r^4 \cos 4\phi) \quad (4.14)$$

Burada C_{44}^0 TlInS₂'nin paraelektrik fazdaki geriplan enine elastik sabite karşılık gelmektedir ve bunun sabit olduğu kabul edilmektedir. β_2 sabiti $\beta^* = \beta_2 + 8\gamma -$

a_4^2/C_{44}^0 ile değiştirilirse ve $\lambda = a_4 r^2 \sigma_{yz}/4C_{44}^0$, $\tilde{\gamma} = \gamma - a_4^2/4C_{44}^0$ ve $\Delta = 2\tilde{\gamma}r^6$ notasyonları Denklem 4.2 içerisine yerleştirildiğinde aşağıdaki Denklem 4.15 elde edilir.

$$f(r, \phi(z)) = \frac{1}{2}ar^2 + \frac{1}{4}\beta r^4 + \frac{1}{6}\beta_1 r^6 + \frac{1}{8}\beta^* r^8 - \delta r^2 \left(\frac{d\phi}{dz}\right) + \frac{\xi}{2}r^2 \left(\frac{d\phi}{dz}\right)^2 - \Delta r^8 \sin^2 4\phi + \lambda r^2 \cos 4\phi - \frac{\sigma_{yz}^2}{8C_{44}^0} \quad (4.15)$$

Ortalama Landau Termodinamik Potansiyelini $F = \frac{1}{d} \int_0^d f(r, \phi(z)) dz$ ϕ 'ye (d düzen parametresinin periyodu) göre minimum yapmak için, Denklem 4.6'daki Euler-Lagrange denkleminin Denklem 4.15 üzerinden çözülmesi gerekmektedir ve çözüm sonucunda Sine-Gordon denklemi elde edilmektedir [Jahnke and Emde, 1945].

$$\frac{d^2\phi}{dz^2} + 8\Delta \sin 4\phi \cos 4\phi - \lambda \sin 4\phi = 0 \quad (4.16)$$

Denklem 4.16 literatürde verildiği üzere 4.17'deki analitik çözüme sahiptir.

$$z(\phi) = \frac{1}{4} \sqrt{\frac{\xi}{2}} \int_0^{4\phi} \frac{d\eta}{\sqrt{\Upsilon - \Psi(\eta)}} \quad (4.17)$$

Υ integral sabiti, $\eta = 4\phi$ ise yeni integral değişkenidir. $\Psi(\eta) = \Delta \sin^2 \eta - \lambda \cos^2 \eta$ ifadesi ile verilmektedir. Denklem 4.17 Sine - Gordon denkleminin çoklu soliton çözümüdür. Faz soliton, faz değişimlerinin aniden gerçekleştiği ve fazın sabit kaldığı düzenli bölge olarak tanımlanmaktadır. Solitonlar düzenli ferroelektrik faz bölgelerinde birbirine neredeyse eşit olan büyük faz ϕ kümelerini ayıran dar küme duvarları olarak adlandırılmaktadır. Faz solitonları arasındaki z_0 mesafesi aşağıdaki Denklem 4.18'den bulunabilir.

$$z_0 = \frac{1}{8} \sqrt{\frac{\xi}{2}} \int_0^{2\pi} \frac{d\eta}{\sqrt{\Upsilon - \Psi(\eta)}} \quad (4.18)$$

u_{yz} ve faz $\emptyset$ arasındaki bağıntı nedeniyle, kendiliğinden varolan gerilim konum bağımlı olacaktır. Böylece faz solitonun bölgesi yakınlarında kümeleşmiş olan u_{yz} gerilim homojenlikten çok uzakta olacaktır. INC süperyapısal modülasyon periyodu üzerinden uzaysal ortalaması alınmış makroskobik olarak ölçülebilir olan ortalama gerilim tensör bileşenleri $\langle u_{yz} \rangle$ aşağıdaki Denklem 4.19 ile verilmektedir.

$$\langle u_{yz} \rangle = \frac{1}{2z_0} \int_0^{2z_0} u_{yz}(z) dz \quad (4.19)$$

Denklem 4.19'daki u_{yz} 'yi Denklem 4.14'deki eşleniği olan u_{yz} ile yer değiştirir ve Denklem 4.18'de ve daha sonra Denklem 19'da yerine koyarak ve son olarak da $dz = \frac{1}{4} \sqrt{\frac{\xi}{2}} \frac{d\eta}{\sqrt{Y-\Psi(\eta)}}$ hesaba katarak aşağıdaki Denklem 4.20'deki ifadeye ulaşılmış olunur.

$$\langle u_{yz} \rangle = \frac{1}{4C_{44}^0} \left\{ \sigma_{yz} - a_4 r^4 \sqrt{\frac{\xi}{2}} \frac{\int_0^{2\pi} \frac{\cos \eta d\eta}{\sqrt{Y-\Psi(\eta)}}}{\int_0^{2\pi} \frac{d\eta}{\sqrt{Y-\Psi(\eta)}}} \right\} \quad (4.20)$$

Ortalama elastik uyumluluk tensör bileşeni S_{44} ve bunun tersi olan enine elastik sabiti C_{44} Denklem 4.21 ile tanımlanmaktadır [Gashimzade and Gadzhiev, 1985].

$$S_{44} = \frac{1}{C_{44}} = \frac{\partial \langle u_{yz} \rangle}{\partial \sigma_{yz}} = \frac{1}{4C_{44}^0} \left\{ 1 - \frac{a_4^2}{16C_{44}^0 \tilde{Y}} \left(\frac{E(\zeta)}{K(\zeta)} - 1 \right) \right\} \quad (4.21)$$

$\zeta = \Delta/Y$; $K(\zeta)$ ve $E(\zeta)$ parametreleri sırasıyla birincil ve ikincil dereceden eliptik integrale karşılık gelmektedir [Jahnke and Emde, 1945], [Abramowitz and Stegun, 1964]. Denklem 4.21'in türetilmesinde, σ_{yz} 'ye bağımlı olan $\Psi(\eta)$, λ ve $\Delta = 2\tilde{Y}r^6$ hesaba katılarak elde edilmiştir. Son olarak Denklem 4.21'den C_{44} elastik sabit türetilerek hesaplanmıştır.

$$C_{44} = \frac{4C_{44}^0}{1 - \frac{a_4^2}{16C_{44}^0\tilde{\gamma}} \left(\frac{E(\zeta)}{K(\zeta)} - 1 \right)} \quad (4.22)$$

Daha öncede belirtildiği üzere Denklem 4.22 içerisindeki $4C_{44}^0$ oda sıcaklığındaki TlInS₂'nin paraelektrik faz bölgesinde T_i civarındaki geriplan elastik sabitidir ($T > T_i$ sıcaklık bölgesinde enine elastik sabitin sıcaklık bağımlılığı ihmal edilmektedir). ζ parametresinin sıcaklık bağımlılığı Denklem 4.7 ve aşağıdaki 4.23 ifadesi kullanılarak hesaplanabilir.

$$(T_i - T) = (T_i - T_c) \left(\frac{\zeta}{E(\zeta)} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (4.23)$$

Böylece TlInS₂'nin enine elastik sabiti $C_{44}(T)$, kristal oda sıcaklığından başlayarak soğutulurken INC faz geçiş bölgesinde sıcaklık değişimindeki eğrinin eğimi değişiklik sergilemek zorundadır. Bu anomali esas olarak ikincil dereceli çarpan ilişkisinden $\sim r^2 u_{yz}^2$ kaynaklanmaktadır. Denklem 4.22 T_i sıcaklığında $C_{44}(T)$ herhangi bir sıcaklıkta anomali öngörmemektedir. Denklem 4.22 ve 4.23'den görüldüğü üzere $T = T_i$, $\zeta = 0$, ve $E(\zeta)/K(\zeta) = 1$ 'dir. Böylece $C_{44} = 4C_{44}^0$ eşittir. Diğer taraftan, $T = T_c$ olduğunda $\zeta = 1$, and $E(\zeta)/K(\zeta) = 0$ 'dir [Jahnke and Emde, 1945], [Abramowitz and Stegun, 1964]. Sonuç olarak aşağıdaki Denklem 4.24 ifadesi yazılabilir.

$$C_{44} = \frac{4C_{44}^0}{1 + \frac{a_4^2}{16C_{44}^0\tilde{\gamma}}} \quad (4.24)$$

TlInS₂'nin $C_{44}(T)$ enine elastik sabiti azalarak doğrusal davranıştan kayar ve T_c noktasında minimum değere ulaşır.

Yukarıda da bahsedildiği gibi T_c sıcaklığının bir kaç derece yukarısındaki INC faz yapısı düzensiz duvarlarla ayrılmış bölgesel düzenli faz olarak düşünülmektedir (düzenlilik bozulması ve faz solitonları). Sonuçta C_{44} 'ün T_c sıcaklık bölgesindeki olağan dışı sıcaklık bağımlılığındaki gerekli rolü kristal içerisindeki soliton benzer yapılardan kaynaklanmaktadır. Denklem 4.24 ve 4.25'den hesaplanan enine

ultrasonik dalgaların ses hızının sıcaklık bağımlılığı şematik olarak Şekil 5.6 içerisindeki küçük grafikte verilmektedir.

4.4. Doğal Tuzaklama Merkezlerinin TlInS₂'nin Faz Geçiş Bölgesinde C_{33} ve C_{44} Elastik Sabitlerinin Sıcaklık Bağımlılığı Üzerinde Etkisi

Bu bölümde, TlInS₂ elektronik altsistemlerin faz geçiş bölgesindeki elektron-fonon ilişkisinden kaynaklı kristal latis yapısındaki değişimler üzerindeki etkiler teorik olarak incelenmektedir. TlInS₂ içerisindeki serbest dereceli elektronların sayısını doğal derin tuzak düzeyindeki elektron yoğunluğunu belirlemektedir. Işık etkisi uyarımı (photoexcitation) veya hafıza etkisi (memory effect) ile fonon altsistemlere sahip uyarılmış elektronik katmanlar (electronic states) arasındaki etkilenme sayesinde doğal derin tuzaklar üzerindeki elektron yoğunluğu dağılımının değişimi C_{33} ve C_{44} elastik sabitlerinin sıcaklık bağımlılığı üzerinde ek bir anomaliye neden olduğu düşünülmektedir [M.Yu. Seyidov et al., 2016], [Kirbaş and Seyidov, 2019]. TlInS₂'nin termodinamik özellikleri üzerinde kristal içerisindeki kusurların neden olduğu katkı yarıiletkenler modeli temel olarak analiz edilebilir. Buradaki yarıiletken modelinde yakalayıcı tip tuzaklar ön plana çıkmaktadır.

Elektronik altsistemlerin Landau termodinamik potansiyel yoğunluğu aşağıdaki Denklem 4.25 ifadedi ile yazılabilir [Mamin and Teitelbaum, 1988], [Fridkin, 1980].

$$f_{el} = \sum_i m_i E_i(r, \emptyset) \quad (4.25)$$

E_i düzen parametresi koordinatlarının fonksiyonudur. m_i derin düzey tuzakların enerjisi ve derin düzey tuzakların elektron-boşluk konsantrasyonudur.

Yüksek saflıkta katkısız geniş bant açıklığı (~ 2,3 eV) sahip TlInS₂ yarıiletken kristali üzerinde yapılan deneysel ölçümler bu kristalin kısmen telafi edici (compensated) yarıiletken olduğunu göstermektedir [Özdemir et al., 1996]. Daha basit ifadeyle, TlInS₂'nin bant açıklığı içerisinde elektron ve boşluklar için (sırasıyla u_1 ve u_2 enerjilerine sahip) sadece iki yük tuzaklama merkezleri olduğudur. Yeniden birleşme (recombination) merkezi bant açıklığı içerisinde bulunmamaktadır.

Sonuçta, $(E_g - u_1 - u_2) = m\tilde{E}_g$, burada $\tilde{E}_g$ tuzaklama merkezlerinin enerji düzeyleri arasındaki kayıp bölgedir ve elektronik düzeyler arasındaki toplam enerji olarak tanımlanabilir. Toplam enerji içerisinde, elektron - fonon etkileşimi sonucunda ortaya çıkan TlInS₂'nin termodinamik potansiyel yoğunluğundaki değişimlerde dikkate alınmaktadır. Bir elektron ve bir boşluk tuzaklama merkezine sahip ferroelektrik-yarıiletken model üzerinde literatürde çalışmalar mevcuttur [Mamin and Teitelbaum, 1988], [Fridkin, 1980].

Landau fenomenolojikal teoriye göre, TlInS₂'nin $\tilde{E}_g$ düzeyi yüksek simetri uzay gurubuna sahip (C_{2h}^6) paraelektrik faz'ın sadeleştirilemez gösterimi fonksiyonuna benzer olarak dönüştürülür. $\tilde{E}_g$ 'i Denklem 4.26 ifadesi ile açıklanmaktadır [Mamin and Teitelbaum, 1988], [Fridkin, 1980].

$$m\tilde{E}_g(r, \phi) = m \left\{ \frac{1}{2}ar^2 + \frac{1}{4}br^4 + \frac{1}{6}b_1r^6 + \frac{1}{8}b_2r^8 - cr^2 \left(\frac{d\phi}{dz} \right) + \frac{d}{2}r^2 \left(\frac{d\phi}{dz} \right)^2 + gr^8 \cos 4\phi \right\} \quad (4.26)$$

Denklem 4.26'yı Denklem 4.11 ve 4.15 içerisine ekleyerek TlInS₂'nin termodinamik potansiyel yoğunluk fonksiyonu içerisindeki Landau katsayısının değişimi sağlanmış olunur. Böylece, α ; $\alpha_m = \alpha + ma$ ifadesiyle, β ; $\beta_m = \beta + mb$ ifadesiyle, σ ; $\sigma_m = \sigma + mc$ ifadesiyle, ξ ; $\xi_m = \xi + md$ ifadesiyle yerdeğiştirmiş olacaktır. Sonuçta, Landau teorisi çerçevesinde faz geçiş bölgesi civarında C_{33} ve C_{44} elastik sabitlerinin sıcaklık bağımlılığı üzerindeki TlInS₂'nin elektronik alt sistemlerinin etkisi Denklem 4.12 ve 4.22 içerisindeki Landau katsayılarının tekrar normalizasyonu açığa çıkarılmış olunur. TlInS₂ içerisindeki doğal derin düzey kusurların ışık ve hafıza etkisiyle uyarılması sanki yüklenmiş tuzak merkezleri gibi davranılmış olmasını sağlayabilir [Seyidov et al., 2011], [Seyidov et al., 2015], [Seyidov et al., 2017]. Güçlü elektron - fonon etkileşimi nedeniyle yüklenmiş derin düzey kusurlar özellikle faz geçiş bölgesinde olmak üzere TlInS₂ kristalinin dinamik latis yapısında farklı etkilere neden olabilir. Dolayısıyla, yukarıda da ifade edildiği üzere yüklenmiş derin düzey tuzaklar C_{33} elastik sabiti üzerinde T_i sıcaklığında anlık farklı bir sürece benzer (step-like) anomaliye veya T_c sıcaklık bölgesi yakınlarındaki faz geçişlerinde elastik sabiti eğrisinin eğiminde küçük değişimlere neden olabilir. TlInS₂'nin faz geçiş bölgesi civarında C_{44} enine elastik sabitinin sıcaklık bağımlılığı

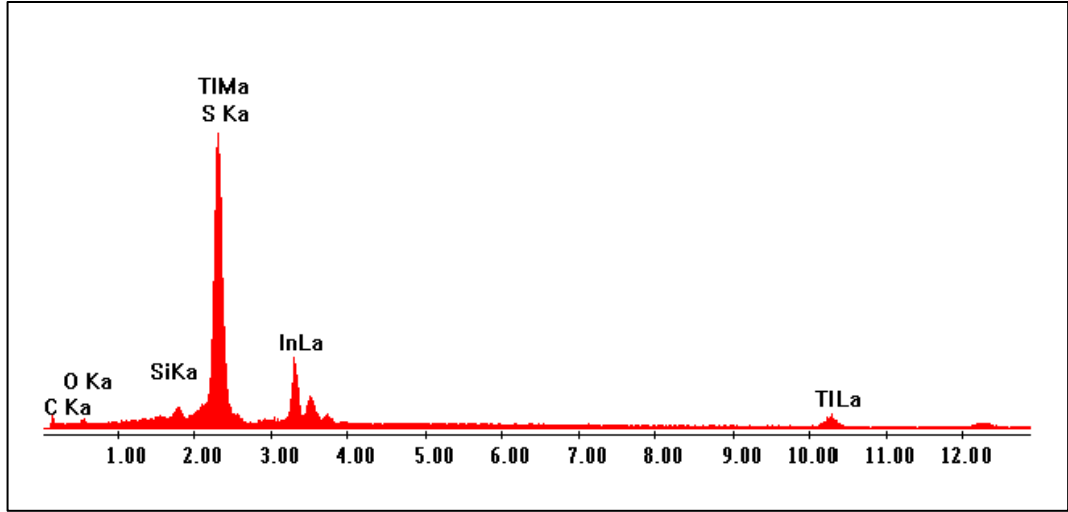
zerindeki elektronik altsistem etkisi T_i scamlıkında $C_{44}(T)$ erisinin eiminde ek bir deişim ortaya koyabilir. Aynı zamanda bu etki $C_{44}(T)$ 'nin scamlıkın dşmesiyle dzensiz faz ierisinde yavařa azalmasına da neden olabilir. Dzensiz faz alanının duvarları ierisinde (discommensurations and phase solitons) kalan blgede, $C_{44}(T)$ scamlık baımlılıı erisi deişiklik gstererek T_c scamlıkının bir ka derece yukarısında dorusallıktan yavař yavař azalarak kayması ngrlebilir. Bunlara ek olarak, TIInS_2 ierisindeki tuzaklama merkezleri kristal ierisindeki elektron-fonon etkileřiminden dolayı ortaya ıkan latis dzensizliinin ekstra katkısıyla $C_{44}(T)$ 'nin T_c scamlıkı civarında en minimum noktaya ulařmasına neden olabilir.



5. TlInS₂ KRİSTALİ ÜZERİNDEKİ DENEY SONUÇLARI

5.1. TlInS₂ Kristalinin Enerji Dispersive X-Ray Analizi

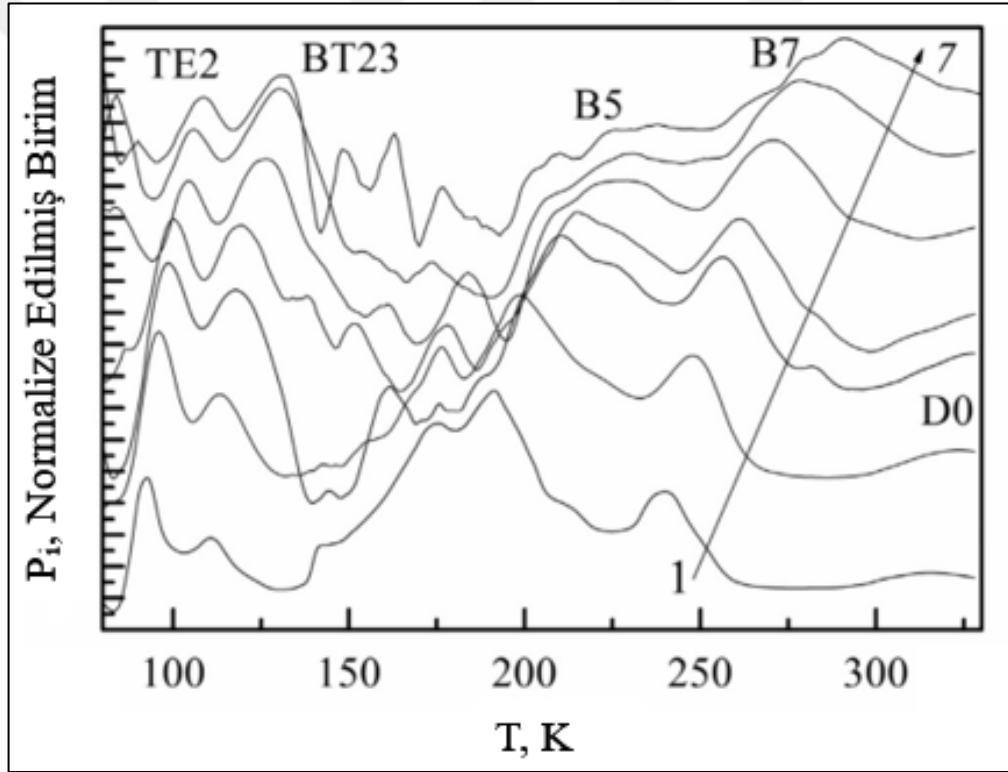
Taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak enerji dispersive spektroskopik analiz ile sentezlenmiş TlInS₂ kristalinin kimyasal kompozisyonu belirlenmiştir. Oda sıcaklığında gerçekleştirilen enerji dispersive X-ray (EDX) analizi, TlInS₂ kristali içerisindeki elementlerin içeriğinin başlangıçtaki yüklenen kompozisyon ile iyi bir şekilde uyumlu olduğunu teyit etmiştir. Tl:In:S içerik elementlerin atomik oranları % 21,12:23,07:54,59 olarak bulunmuştur. Tl, In ve S atomlarının kimyasal kompozisyon oranına göre eksiklerinin olduğu atomik oranlardan açık olarak gözükmemektedir. SEM analizi TlInS₂ örneğinin içerisinde küçük miktarlarda karbon, oksijen ve silikon atom katkılarının, (toplam konsantrasyon içerisinde ~ %1,2) olduğunu göstermektedir. Katkıların veya kimyasal orandan olan sapmanın yarattığı kusur tiplerinin ne olduğu henüz günümüzde bilinmemektedir.



Şekil 5.1: Enerji dispersive xray (EDX) analizi.

5.2. TlInS₂ Kristali İçerisindeki Tuzakların Karakterizasyonu

Bölüm 2.8.6’da kusurların belirlenmesine yönelik ölçüm yöntemleri verilmiştir. İlgili bölümde de ifade edildiği üzere TlInS₂ kristalinin yüksek dirence sahip olması nedeniyle literatür bilgisi Bölüm 2.8.6.3.’de ve Deney Yöntemi 3.1’de verilen PICTS yöntemi ile karakterizasyon ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Spektrum verileri aynı zamanda farklı kararlığa varma (thermal relaxation) zamanlarındaki eğriler verilmektedir ve bu eğriler üzerindeki tepe noktalarda TE2, BT23, B5, B7 ve D0 olarak adlandırılan beş önemli kusurlar gösterilmektedir [Seyidov et al., 2016], [Kırbaş and Seyidov, 2019].

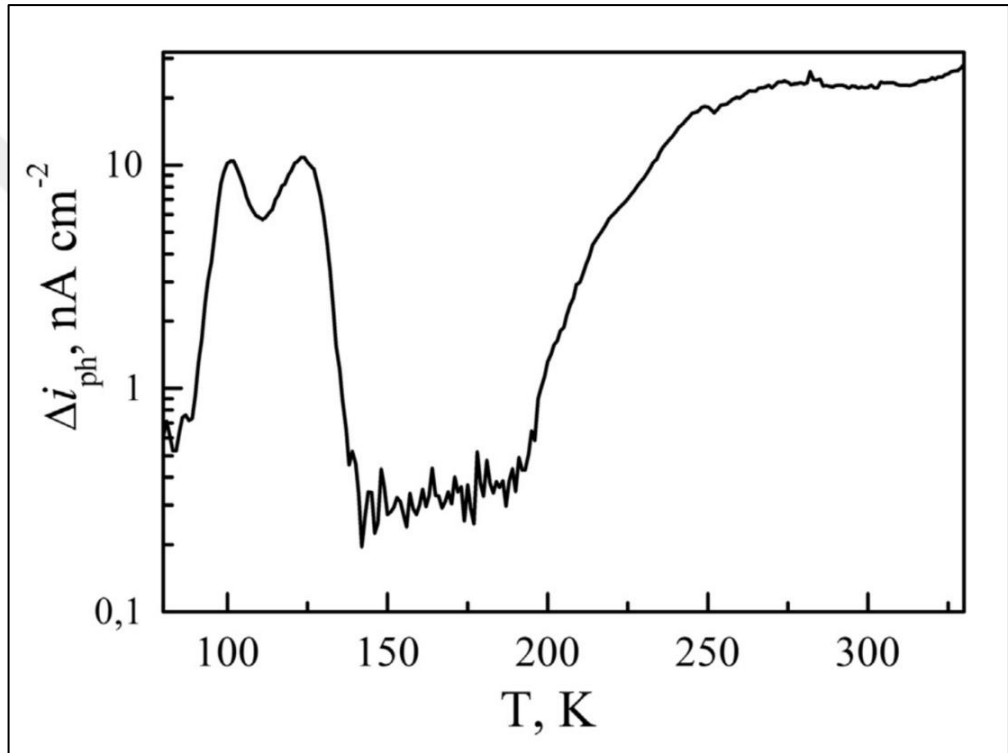


Şekil 5.2: TlInS₂’nin PICTS spectrası; farklı kararlığa varma zamanlarında; 37,7 ms, 17,8 ms, 7,0 ms, 4,1 ms, 1,8 ms, 0,9 ms, 0,5 ms.

PICTS yöntemi tuzaklanmış taşıyıcıların elektron yoksa boşluk (hole) olduğunu ifade eden yüklerin işaretini vermez. Tam olarak düzeyi tanımlamak için, PICTS sonuçlarının diğer karakterizasyon yöntemleri ile kıyaslanması gerekmektedir. Sadece p-tip TlInS₂ yarıiletken olduğu için, TE2, BT23, B5, B7 ve D0 derin düzey yakalayıcıların (acceptors) olduğuna inanmaktayız. TE2, BT23, B5

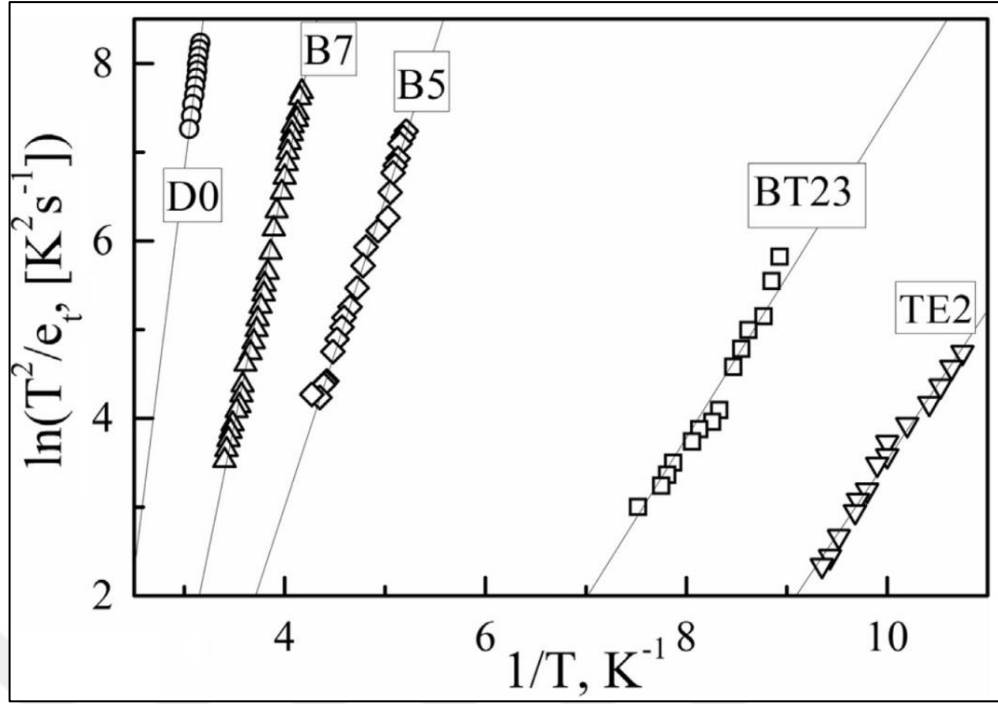
ve B7 derin düzey tuzaklarının Tb, Er, La ve B katkılanmış TlInS₂ kristali içerisinde de daha önce Seyitsoy tarafından yapılan çalışmayla gözlenmiştir [Seyidov et al., 2015]. Bu TlInS₂ kristalinin kendiliğinden doğal derin düzey tuzakları bulunduğunu gösteren bir sonuçtur.

Kristalin sıcaklığa göre foto-akım cevabındaki değişim Şekil 5.3’de verilmektedir. 145 ve 185 K sıcaklık aralığında foto-akım cevap sinyalinin oldukça küçük seviyelerde olduğu görülmektedir. Sonuçta, sinyal gürültü oranı azalmaktadır ve bu bölgedeki spektra daha az doğruluğa sahip veri içermektedir.



Şekil 5.3: TlInS₂ kristalinin, foto-akım cevabının sıcaklık bağımlılığı.

Beş farklı tuzagın arrhenius grafikleri ($\ln(e_t/T^2)$ ve $10^3/T$) Şekil 5-4’te gösterilmektedir ve sonuç aktivasyon enerjisi ile birlikte bütün tuzakların gözüken yakalama ara kesiti Tablo 4.1’de verilmektedir. Burada σ_t , boşluğun etkin kütesidir ve değeri $0,14 m_0$ olarak alınmıştır. Aktivasyon enerjisinin hatası chi-squared fit prosedürünün arrhenius grafiğinin her bir veri setine uygulanması ile bulunmuştur ve hata değeri % 4 olarak hesaplanmıştır. Tuzaklardan algılanan sinyaller için sıcaklık değişim bölgeleri ΔT Tablo 4.1’in ilk sütununda verilmektedir.



Şekil 5.4: TlInS₂ Kristali içerisinde derin düzey tuzaklardan açığa çıkan taşıyıcı yüklerin oranlarının sıcaklığa göre değişimleri.

Tablo 4.1: TlInS₂ kristalinin tuzaklama parametreleri.

	ΔT (K)	E_t (eV)	σ (cm ²)
TE2	93–110	0.16	$6.9 \cdot 10^{-15}$
BT23	115–135	0.18	$2.9 \cdot 10^{-16}$
B5	190–240	0.30	$1.8 \cdot 10^{-16}$
B7	240–300	0.48	$1.9 \cdot 10^{-14}$
D0	316–330	0.73	$3.6 \cdot 10^{-13}$

PICTS spektrasının sıcaklık skalası üzerindeki B5 tuzak düzeyine karşılık gelen maksimum yerdeğiştirme TlInS₂ kristalinin faz geçiş sıcaklık bölgesine karşılık gelmektedir. Spektra setinin farklı kararlılığa varma zamanlarına karşılık gelen maksimum sıcaklık pozisyonundaki kayma ışık uyarımı ile doldurulan kusurlardan yayılan ısı aktivasyonu ile karşılaştırıldığında iyi gözükmemektedir. PICTS yönteminde merkezde tuzaklanmış taşıyıcıların işaretinin belirlenmesi mümkün değildir. Bundan dolayı algılanan kusurların çoğunluk taşıyıcılarının tuzakları olduğu noktasında tespitite bulunmaktadır. Çünkü bu tip tuzak merkezleri geniş yasak bant bölgesine sahip yüksek dirençli yarı iletkenlerin içerisinde olduğu genelde gözlenmektedir.

Katkısız TlInS_2 kusurları ısısal uyarımlı akım spektroskopisi (thermally stimulated current (TSC)), ısı-ve fotoluminescence yöntemi kullanılarak karakterize edilebilirler. Bu teknikler TlInS_2 kristalinin farklı tuzak parametrelerini (termal aktivasyon enerjisi, yakalama kesit büyüklüğü ve konsantrasyonu) bulmak için tek bir sıcaklıkta çalışılarak kullanılmaktadır. TSC ve ısı-ve fotoluminescence yöntemi kullanılarak bulunan bazı tuzakların enerji düzeyleri ve yüksüz olduğu sıcaklıklar PICTS ölçümleri ile elde edilen sonuçlarla doğrulanmaktadır.

TSC spektrumunun yorumlanması biraz karmaşıktır. Çünkü ölçülen TSC tepeleri farklı diğer parametrelere de (ısıtma hızı, besleme gerilimi, aydınlatma süresi ve geciktirme süresi) bağlıdır. Bu yönteme göre yeterince düşük sıcaklıklarda yarı iletken üzerine ışık düşürülerek tuzakların yüklenmesi sağlanır ve sıcaklığın minimum noktasında aydınlatma durdurulur. Tuzaklanmış olan taşıyıcılar düşük sıcaklıklarda olmaları nedeniyle termal enerji sayesinde serbest kalamazlar. Sıcaklık sabit oran hızıyla tekrar yükseltilir. Isının yükselmesiyle serbest kalan taşıyıcılar uygulanan alan içerisine girerler ve akım fazlalığı oluştururlar ve bu olay karşı yük taşıyıcılarla tekrar birleşene kadar devam eder. Sonuçta, TlInS_2 yarıiletkeni içerisinde TSC spectrumu başarılı bir şekilde çözümlenmiş olunur ki bu durum TlInS_2 içerisindeki yakalayıcı düzeyler kristal içerisindeki kirlilikten kaynaklı verici düzeyler olsa dahi bile geçerlidir. Zaten böyle bir kristalin pratikte bulunması da çok mümkün değildir.

Bunlara ek olarak TlInS_2 için ölçülen TCS, ısıyla ve ışıkla uyarım spektrası içerisinde çok sayıda üst üste çakışan tepeler gözlemlenmektedir. TCS, ısıyla ve ışıkla uyarım spektrası yöntemi ile tuzak düzeylerinin net bir şekilde belirlenebilmesi oldukça zordur. Çünkü tepelerin birbiri içerisine girmesi ve sinyal içerisindeki kötü çözünürlük, düzeylerin kesin olarak belirlenmesini zorlaştırmaktadır.

5.3. TlInS_2 Kristali İçerisindeki Ultrasonik Ses Hızlarının Normal Koşullar Altındaki Sıcaklık Bağımlılığı

Bölüm 2.7.1’de katılardaki elastik sabitler ile ses hızı arasındaki ilişkinin türetilmesi ile ilgili temel literatür bilgileri verilmiştir. TlInS_2 kristali üzerine bu ilişkilerin tanınlanması sonucunda; TlInS_2 kristali içerisindeki c-kristalografik eksen boyunca, boyuna ve enine ses dalgalarının oluşturduğu ses hızı ölçümleri ile elastik

modulus tensörünün bileşenlerini belirlemek için aşağıdaki denklem verilmektedir [Lüthi, 2005], [Royer and Dieulesaint, 2000], [Truell et al., 1969], [Nye, 1985].

$$\rho v^2 S_i = C_{ijkl} n_j n_k S_l \quad (5.1)$$

Burada $i, j, k, l=1,2,3$ ve toplama indislerin iki defa tekrarı ile gerçekleştirilmektedir ve bütün indisler üç boyutlu kartezyen koordinatlarda çalışmaktadır. $\rho=5,64 \text{ g/cm}^3$, TlInS₂ kristal yoğunluğu ve v ultrasonik dalga hızıdır. Birim vektör $\mathbf{n}$ elastik dalga yayılım yönüne ve sabit faz yüzeyine diktir. Birim vektör ultrasonik dalga yayılım yönünü belirler. S birim vektörü polarizasyon yönünü (elastik dalganın yerdeğiştirme vektörünün yönünü) ifade etmektedir. C_{ijkl} elastik modülüdür.

Bölüm 2.2’de ifade edildiği üzere TlInS₂ kristali oda koşullarında monoklinik bir yapıya (uzaysal simetrisi C_{2h}^6) sahiptir. Monoklinik hücre yapısının $\mathbf{a}$ ve $\mathbf{b}$ eksenleri katman düzlemi içerisinde uzanmaktadır. $\mathbf{c}$ eksen katmanlara dik olan yön $\mathbf{c}^*$ ile küçük bir açı oluşturmaktadır. TlInS₂ kristalinin hazırlanmasında, kristal örneğinin yüzeylerinin kristal katmanlarının yüzeyleri ile monoklinik açı oluşturacak şekilde kesilmesi teknolojik bir problem olduğu literatürden bilinmektedir.

Eğer ortogonal bir koordinat sistemi oluşturursak $\mathbf{a} \parallel \mathbf{X}$ ve $\mathbf{b} \parallel \mathbf{Y}$ ve $\mathbf{c}^* \perp$ kristal katmanının düzlemine olduğunu ve β dik açı ile küçük bir açı olarak kabul edersek. Denklem 5.1’i kullanarak, $\mathbf{c}^*$ kristalografi ($n_1 = n_2 = 0 ; n_3 = 1$) ekseninde kristal içerisinde yayılan ses hızını karakterize eden ilişkileri türetebiliriz. $\mathbf{a}$ ve $\mathbf{b}$ kristolografik eksenleri ile çakışan $\mathbf{c}^*$ eksen boyunca yerdeğiştirme hareketi yapan enine yayılan ultrasonik dalganın ses hızı Denklemleri 5.2’de verilmektedir.

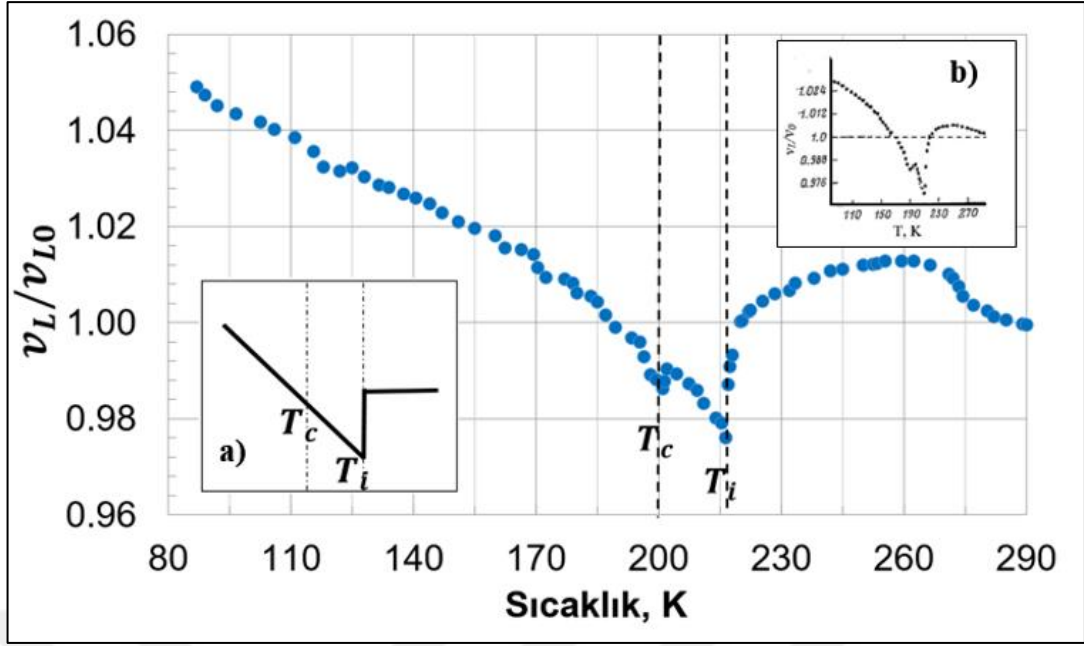
$$\rho v_T^2 = \frac{1}{2}(C_{33} + C_{55}) - \sqrt{\left(\frac{C_{33}+C_{55}}{2}\right)^2 + C_{35}^2} \quad \text{ve} \quad \rho v_T^2 = C_{44} \quad (5.2)$$

$\mathbf{c}^*$ eksen boyunca yayılan ve polarizasyonunda aynı doğrultuda olan boyuna yayılan ultrasonik dalganın ses hızı Denklemi 5.3’de verilmektedir.

$$\rho v_L^2 = \frac{1}{2}(C_{33} + C_{55}) + \sqrt{\left(\frac{C_{33}-C_{55}}{2}\right)^2 + C_{35}^2} \quad (5.3)$$

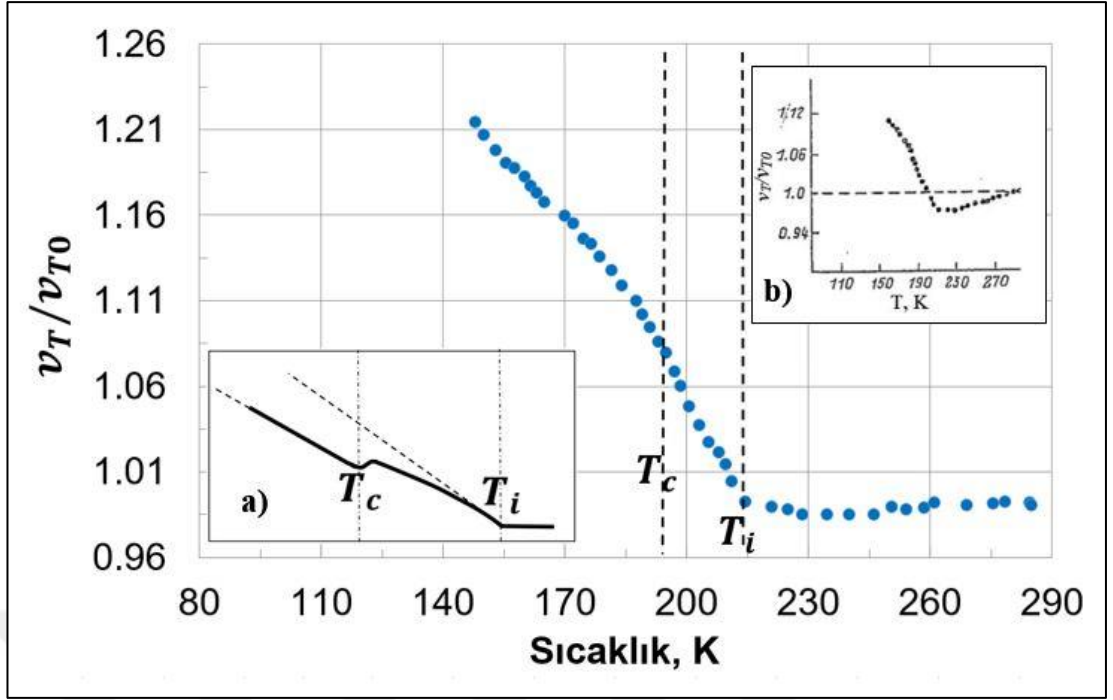
TlInS₂ kristalinin katmanlı kristal yapısı quasi-tetragonal olarak yorumlanabilir. Çünkü kristalin katmanlı tabakalar üzerindeki birçok özelliği anizotropi göstermemektedir [Ilisavskii et al., 1991], [Suleimanov et al., 1991]. Quasi-tetragonallik özelliğini kabul ederek ve tetragonal kristal yapılar için $C_{44} = C_{55}$ ve $C_{35} = 0$ olduğunu varsayarsak [Nye, 1985] TlInS₂ katmanlarına dik olarak yayılan ultrasonik dalga ile ilgili şu sonuca varmaktayız; c^* eksenini boyunca ve polarizasyonunda aynı doğrultuda olan boyuna dalganın ses hızı C_{33} elastik sabiti ile belirlenebilir, c^* eksenini boyunca kristal katmanları arasında yerdeğiştirmeye vektörü ile hareket eden enine dalganın ses hızı C_{44} shear elastik sabiti ile belirlenebilir.

Ses hızı verisi üzerinden C_{33} ve C_{44} 'üde içeren elastik sabitlerinin sıcaklık bağımlılığı daha önce çalışılmıştır ve literatürde bulunmaktadır [Ilisavskii et al., 1991]. Ilisavski'nin yapmış olduğu çalışmada elde edilen grafikler Şekil 5.5 ve 5.6'da ilave grafik içerisinde Şekil 5.5b ve Şekil 5.6b olarak verilmektedir. Ayrıca Bölüm 4'deki teorik çalışmada elde edilen Denklem 4.12 C_{33} eğrisi Şekil 5.5a olarak ve Denklem 4.22'de C_{44} elastik sabiti için elde edilen teorik eğri Şekil 5.6a'daki ilave küçük grafiklerde gösterilmektedir. Benzer ses hızı ölçümleri bu çalışmada da gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.5 ve 5.6'da TlInS₂ kristali içerisindeki ses hızının sıcaklığa bağımlılığı gösterilmektedir [Seyidov et al., 2016], [Kirbaş and Seyidov, 2019]. TlInS₂ katmanlı kristallerdeki yapısal faz geçişlerinin düşük sıcaklık bölgesindeki varlığı nedeniyle, elde edilen ölçüm sonuçlarında bu faz geçişleri açık bir şekilde görülmektedir. Sıcaklık genleşmesinin elastik sabit üzerindeki etkisi diğer deneysel hatalarla karşılaştırıldığında ihmal edilebilir olduğu kabul edilmiştir.



Şekil 5.5: C_{33} elastik sabiti için boyuna ses dalgası hızının normal koşullar altındaki sıcaklık bağımlılığı a) Landau teorisinden hesaplanmış boyuna ses hızının sıcaklık değişimi, b) Ilisavskii çalışması.

Şekil 5.5 ve Şekil 5.6 normalize edilmiş boyuna ($v_L(T)/v_{L0}$) ve enine $v_T(T)/v_{T0}$ ses dalgası hızının sıcaklık bağımlılığını göstermektedir. $v_L(T)$ mode [001, 001] için T sıcaklığındaki ve $v_{L0} = 4.4 \cdot 10^5 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$ aynı modda 300 K sıcaklığındaki boyuna ses hızıdır. $v_T(T)$ [001, 010] modda T sıcaklığındaki enine ses hızı ve $v_{T0} = 1.6 \cdot 10^5 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$ aynı modda 300 K sıcaklığındaki enine ses hızıdır. Hız, elastik sabiti ve yayılım yönü arasındaki ilişkiyi şöyle açıklayabiliriz; Boyuna ultrasonik ses dalgaları [001] eksenine paralel ve aynı yönde polarize olarak $\rho v_L^2 = C_{33}$, [001] eksenine paralel olarak yayılan ve bağımsız enine polarizasyona sahip (çünkü a ve b latis parametreleri birbirinde ayrıştırılamayan) parametrelerdir. Diğer bir deyişle TlInS₂ kristali katmanlarında anisotropi yoktur ve dolayısıyla x eksen ve y eksen eşittir. Enine ses dalgası ile elastik sabit arasındaki ilişki $\rho v_T^2 = C_{44}$ denklem ile verilir.



Şekil 5.6: C_{44} elastik sabiti için enine ses dalgası hızının normal koşullar altındaki sıcaklık bağımlılığı a) Landau teorisinden hesaplanmış enine ses hızının sıcaklık değişimi b) Ilisavskii çalışması.

C_{33} elastik sabiti ile ilintili olan, katmanlara dik olarak yayılan dış etki uygulanmaksızın normal koşullardaki boyuna ses hızındaki değişim Şekil 5.5'te gösterilmektedir. Şekil 5.5'ten görüldüğü üzere boyuna ses hızının sıcaklık bağımlılığı INC-faz bölgesinde anlamlı değişimler göstermektedir. C_{33} elastik mod hızı ani olarak INC-faz bölgesinde düşüş göstermekte ve $T_i = 210 \text{ K}$ sıcaklığında minimum noktadan geçtikten sonra pozitif eğimle tekrar yükselişe geçmektedir. T_c bölgesindeki ferroelektrik faz geçişinde, $C_{33}(T)$ 'nin zayıf bir düşme gösterdiği Şekil 5-5'te gözlenmektedir. Bu beklenmedik davranış, TlInS_2 kristal diziliş yapısının (lattice) faz geçiş civarında elastik olarak yumuşama gösterdiğini belirtmektedir. TlInS_2 kristali ile ilgili daha önce yapılan çalışmalarda beklenmedik davranışların görüldüğü literatürdeki Şekil 5-5b'de de mevcuttur [Ilisavskii et al., 1991]. T_i sıcaklık bölgesindeki bağıl düşüşlerin geriplan ile kıyaslandığında ortalama % 6 civarında olduğu Şekil 5-5'teki grafikten anlaşılmaktadır. Sıcaklık T_c 'nin altına düştüğünde C_{33} elastik sabiti doğrusal davranıştan yavaşça sapmaktadır. Şekil 5-5'teki C_{33} elastik sabitine ait eğriyle literatürdeki eğri olan Şekil 5-5b karşılaştırıldığında uyum içerisinde olduğu görünmektedir ve T_c ve T_i faz geçiş sıcaklıklarındaki küçük sapmaların ise kristalin üretiminden kaynaklı veya

hazırlanma sürecindeki farklılıklardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca Şekil 5.5'deki eğrinin, Şekil 5.5a'da verilen teorik model eğrisi ile aynı davranışı gösterdiği görülmektedir.

Katmanlara dik olarak yayılan ve yerdeğiştirme vektörü katmanlarda olan enine ses dalgasının normal şartlardaki davranışı Şekil 5.6'da verilmektedir. Ses hızının sıcaklık bağımlılığına karşılık gelen elastik mod C_{44} modudur. Şekil 5.6'da aynı zamanda enine ses hızının sıcaklık bağımlılığının paraelektrik faz bölgesinde bile beklenmedik davranışlar gösterdiğini göstermektedir. Yaklaşık 300 K sıcaklığından başlayarak düşen sıcaklıkla birlikte enine ultrasonik ses hızı da düşüş göstermektedir. Şekil 5.6, C_{44} elastik moda karşılık gelen enine ses hızının T_i sıcaklığından sonra eğiminde değişiklik olduğunu vermektedir. C_{44} elastik modülü C ve INC-faz bölgesine karşılık gelen sıcaklıkta, ani bir yükselişe geçmektedir. TlInS₂ içerisinde T_c sıcaklık bölgesinde ses hızında küçük bir beklenmedik davranış olduğu grafikte gözükmemektedir. Ilisavski'nin çalışmasında elde edilen eğriyle (Şekil 5.6b) uyum içerisinde olduğu Şekil 5.6'da görülmektedir. Aynı zamanda Denklem 4.22'de elde edilen teorik eğri (Şekil 5.6a) ile benzer davranışı gösterdiği söyleyebiliriz fakat teorik egride var olan T_c 'deki C_{44} düşmesi Şekil 5.6'da net olarak izlenememektedir.

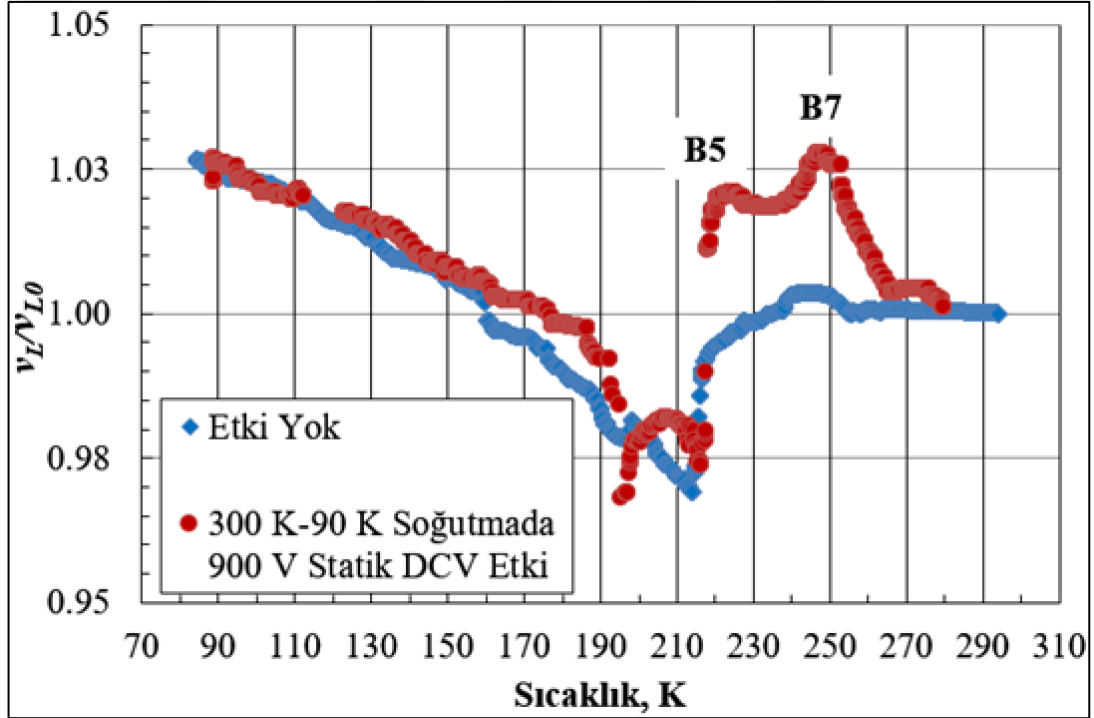
5.4. Elektrik Alan Etkisi Altında TlInS₂ Kristali İçerisindeki Ultrasonik Ses Hızlarının Sıcaklık Bağımlılığı

5.4.1. Elektrik Alan Etkisi Altında Gerçekleştirilen Ölçümler

TlInS₂ kristali üzerindeki Elektriksel kutuplama (Electro-Poling) araştırması, kristal numunesine farklı sıcaklıklarda elektrik alan uygulanması ile olmaktadır. Elektriksel kutuplama işlemi sırasında, TlInS₂ dış statik elektrik alanına maruz bırakılmıştır. Elektrik alan, TlInS₂ kristal numunesinin her iki ucundan kontak alınmasıyla (Şekil 3.17) ve bu uçlar üzerine DC gerilim uygulanması sonucu gerçekleştirilmiştir. Numunenin ilk olarak 300 K sıcaklığından 90 K sıcaklığına kadar soğutma işlemi sırasında ~ 3 kV/cm büyüklüğünde elektrik alan, kristalin katmanları boyunca uygulanmıştır.

C_{33} elastik sabiti ile belirlenen boyuna ses dalgası üzerindeki elektrik alan etkisinin incelenmesine yönelik deney yapılmıştır. Öncelikle TlInS₂ kristali, 300 K sıcaklıktan itibaren elektrik alan uygulanarak (electro-poling) soğutulmaya

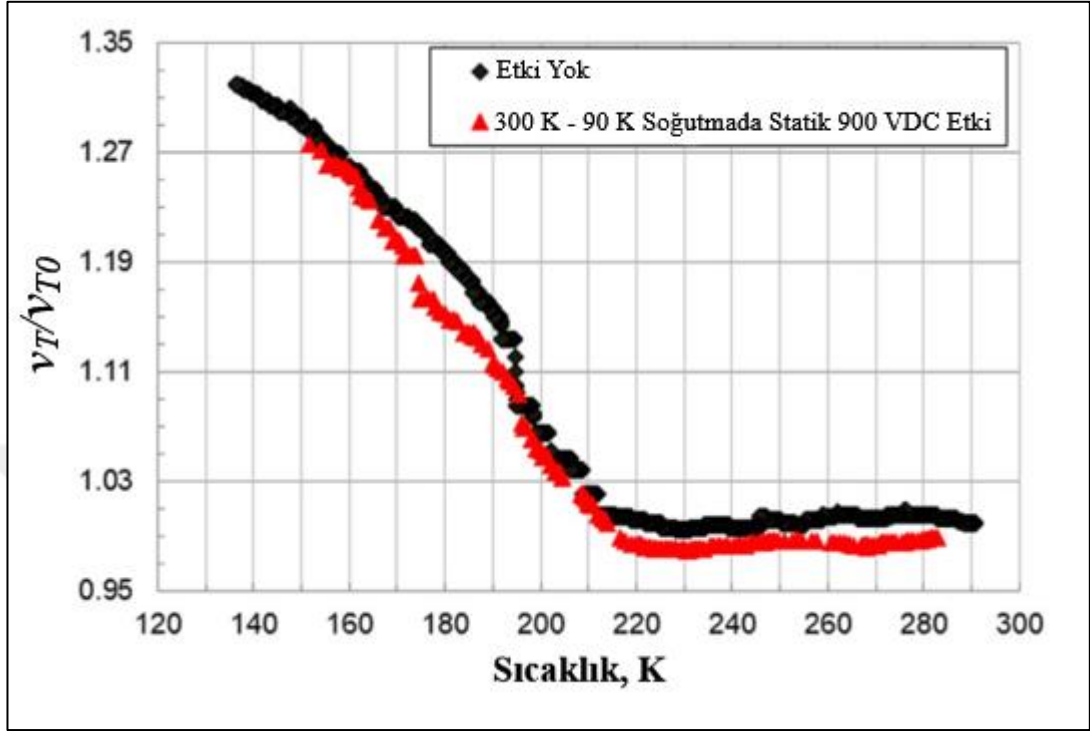
başlatılmıştır ve 90 K sıcaklığına kadar kristalin soğutulma işlemi yapılmıştır. Soğutulma sonrası elektrik alan etkisi ortadan kaldırılarak 90 K sıcaklıktan başlayarak 1 K/min ısıtma hızı ile TlInS₂ kristal örneği ısıtılmış ve aynı zamanda boyuna dalga ses hızı ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Deney sonucu Şekil 5-7’de verilmektedir. Şekil 5-7’de gösterildiği üzere T_i sıcaklığı üzerindeki bölgede boyuna dalga ses hızındaki değişim olarak iki tepe bulunmaktadır. $T > T_i$ sıcaklık bölgesinde ses hızındaki değişimdeki beklenmedik davranış zaten bilinmektedir. Fakat bu Şekil 5-7’de verilen grafikte C_{33} elastik sabitine karşılıklı gelen boyuna ses hızındaki değişimlerin iki adet tepe oluşturması ve bu tepelerin PICTS ölçümlerin sonucunda elde edilen B5 ve B7 derin düzey tuzaklarının termal aktivasyon alanları ile ilişki içerisinde olmaları oldukça önemlidir.



Şekil 5.7: [001] yönünde yayılan C_{33} elastik sabitine karşılık gelen boyuna ses dalgası hızının elektrik alan etkisi uygulanması sonucu sıcaklığa göre değişimi.

Boyuna ses dalgasının yanısıra C_{44} shear elastik sabiti ile belirlenen enine dalga ses hızının sıcaklık ile değişiminin incelenmesine yönelik araştırma yapılmıştır. Yukarıda anlatıldığı üzere elektriksiz kutuplanma işlemi yapıldıktan sonra TlInS₂ kristal numune yaklaşık 1 K/dakika ısıtma hızı ile ısıtılarak enine dalga ses hızı ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.8’de deney sonucu

verilmektedir. Şekil 5.8’den görüldüğü üzere enine ses dalgasının ses hızındaki değişimlerde elektriksel kutuplanma etkisi bulunamıştır.



Şekil 5.8: [001] yönünde yayılan C_{44} elastik sabitine karşılık gelen enine ses dalgası hızının elektrik alan etkisi uygulanması sonucu sıcaklığa göre değişimi.

5.4.2. Elektrik Alanın Kusurlar Üzerindeki Etkisi Üzerine Değerlendirme

TlInS₂ kristal yapısı içerisinde yüklü derin düzeyler için etkin lokal potansiyeller veya bazı elektrostatik çift kutuplaşmaları (dipole) elektrik alan etkisi uygulanmış kristal yapısını nasıl etkilediği, açıklanmaya ihtiyaç duyulan temel sorudur. Ters piezoelektrik etkinin bundan sorumlu olabileceği düşünülmektedir. Ses hızı malzeme içerisindeki stres dağılımına bağlıdır ve genelde malzeme içerisindeki stres dağılımı da sürekli. Aynı zamanda yüklenmiş kusurların oluşturduğu lokal potansiyel alanlarının kristal örgüsü içerisindeki stres dağılımını anlamlı düzeyde etkileyeceği de oldukça açıktır. Ses dalgasının dalga cephesi etkin kusurların olduğu bölgeye ulaştığı zaman, kusurların olduğu bölgedeki iç stres dağılımı nedeniyle ultrasonik dalganın yayılımı ile ilgili olan malzeme özelliği değişiklik göstermektedir. Böylece, TlInS₂ kristali içerisindeki ses hızı doğal derin kusurlar tarafından kontrol edilebilmektedir. Kristal numuneye gerilim uygulayarak

uyarılan örgü yapısı içerisindeki yeni gerinme (strain) dağılımı yukarıdaki sorulara cevap verebilecek nitelikte bir mekanizmadır. Aşağıda bu fikrin detayları verilmektedir.

Elektrostatik elektrik alan uygulandığı zaman, Buna karşılık gelen ortamın polarizasyonundaki değişim kristal içerisinde ters piezoelektrik etki olarak ekstra bir deformasyona neden olmaktadır. TlInS₂ kristalinin x eksenine paralel ($x \parallel a$ -kristal eksen) olarak elektrik alan uygulandığını kabul edersek, yüklenmiş derin düzey kusurlarının dipol momentlerinde x eksen boyunca yöneldiği görülür. P_x 'in x eksen boyunca olan kristalin polarizasyon gösterdiğini düşünürsek ve tetragonal yapı için aşağıdaki Denklem 5.4 matris denklemi yazılabilir.

$$\begin{pmatrix} P_x^x \\ P_x^y \\ P_x^z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} d_{11} & d_{12} & d_{13} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & d_{16} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_{xx} \\ u_{yy} \\ u_{zz} \\ u_{yz} \\ u_{xz} \\ u_{xy} \end{pmatrix} \quad (5.4)$$

Burada d_{ij} ve u_{ij} sırasıyla ilgili eksenler boyunca olan ters piezoelektrik katsayıları ve gerinim bileşenlerini göstermektedir. Örneğin P_x^y , u_{yy} gerinim tensörünü üreten x eksen yönündeki polarizasyonu tanımlamaktadır. Yukarıdaki Denklem 5.4'ten Denklem 5.5 elde edilebilir.

$$P_x^x = 2d_{11}u_{xx} + d_{13}u_{zz} \quad (5.5)$$

Basitlik olsun diye Denklem 5.5'de $d_{11} = d_{13}$ ve $u_{xx} = u_{yy}$ birbirleri ile eşitlenirse, TlInS₂ katmanlı kristalinin katman tabakaları arasında herhangi bir anizotropi göstermediği sonucuna varılır.

İlk olarak Denklem 5.5'den anlaşıldığı üzere P_x^x , u_{xx} ve u_{yy} eksenine olan deformasyonlar u_{xz} ve u_{yz} aralarında herhangi bir ilişki olmadığı açıktır. Bu aynı zamanda katmanlara elektrik alan uygulanması sonucu oluşan elektrik alan uygulanması etkisinin boyuna ses hızının sıcaklığa bağımlılığını etkilediğini fakat enine ses hızının sıcaklığa bağımlılığını etkilemediğinin nedenini göstermektedir.

Denklem 5.4'ten çıkarılan ikinci önemli sonuç ise; katmanlı kristaller için tahmin edilebilir olmasına rağmen, deneysel veri d_{13} 'ün d_{11} ile karşılaştırıldığında

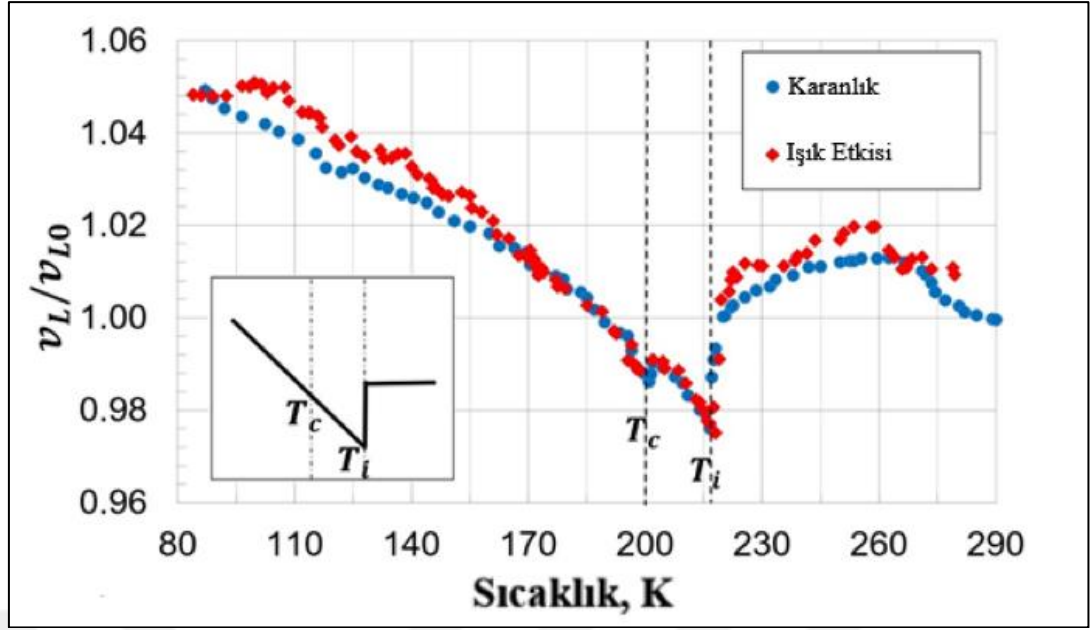
ihmal edilemeyeceğidir. Daha önceki birçok araştırmada da belirtildiği gibi, TlInS_2 kristal ailesi genel olarak katmanlararası ve katman içi deformasyonlar arasında beklenmedik güçlü bir ilişki göstermektedir. Bu beklenmedik davranışın TlInS_2 tip kristallerin bütün özellikleri üzerinde önemli bir etki yaratan doğal yüklenmiş kusurların neden olduğu öngörülmektedir.

5.5. Doğal Yapısal Kusurların Işık Altında Ultrasonik Ses Hızı Üzerindeki Etkisi

5.5.1. Işık Etkisi Altında Gerçekleştirilen Ölçümler

Deney düzeneğinde, numune üzerine ışık düşürmek için yaklaşık 0,8 mW gücünde beyaz ışık üreten bir diyot ışık kaynağı (Şekil 3.19) kullanılmıştır. Yüzeyi ayna gibi düz ve parlak olan numune yüzeyi beyaz ışık ile aydınlatılmıştır. Işık kaynağı kesintisiz sürekli numune üzerini aydınlatacak şekilde ayarlanmıştır. Aydınlatma yoğunluğu yaklaşık olarak 5 mW/cm^2 'dir. Numune üzerini ısı vermeksizin ve tam olarak aydınlatabilmek amacıyla yaklaşık 800 nm üzerindeki dalga boylarını filtreleyecek kırmızı filtre kullanılmıştır.

C_{33} elastik sabiti ile ilintili olan, katmanlara dik olarak yayılan boyuna ses hızındaki değişim normal koşullarda ve numune üzerine ışık düşürülmediği karanlık durumda Şekil 5.9'da gösterilmektedir [Kirbaş and Seyidov, 2019]. Şekil 5.9'dan görüldüğü üzere boyuna ses hızının sıcaklık bağımlılığı INC-faz bölgesinde anlamlı değişimler göstermektedir. C_{33} elastik mod hızı ani olarak INC-faz bölgesinde düşüş göstermekte ve minimum noktadan geçtikten sonra pozitif eğimle tekrar yükselişe geçmektedir.

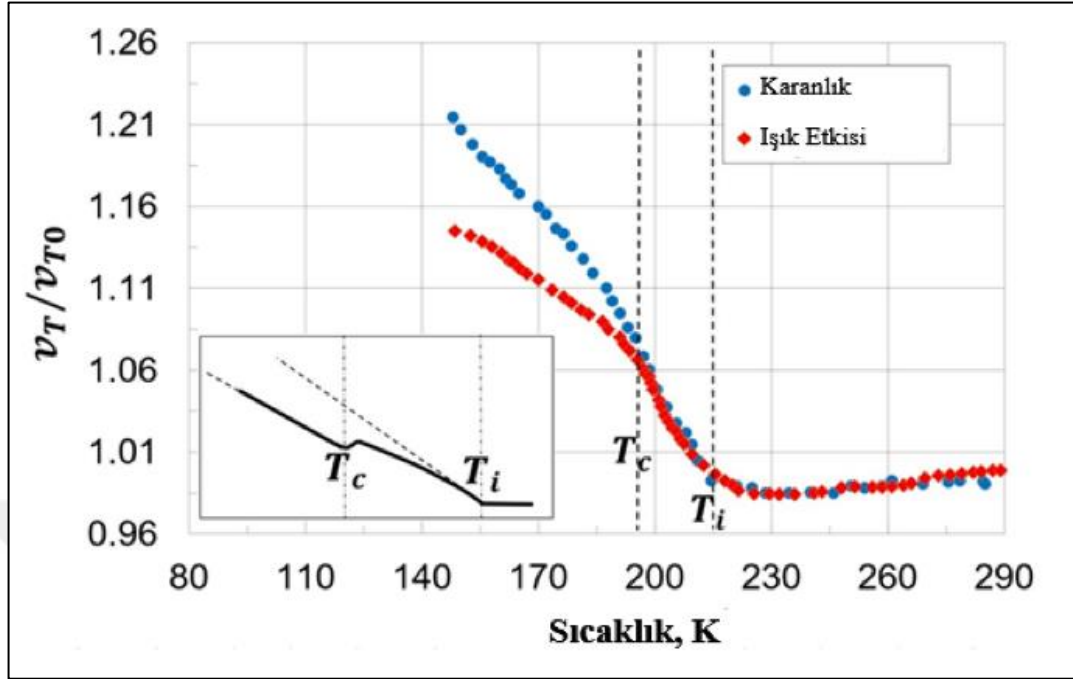


Şekil 5.9: C_{33} elastik sabitine karşılık gelen boyuna ses dalgası hızının ışık etkisi uygulanması sonucu sıcaklığa göre değişimi, küçük grafik - Landau teorisinden hesaplanmış boyuna ses hızının sıcaklık değişimi.

T_c bölgesindeki ferroelektrik faz geçişinde, $C_{33}(T)$ 'nin zayıf bir düşme gösterdiği gözlenmiştir. TlInS₂ kristali ile ilgili daha önce yapılan çalışmalarda beklenmedik davranışların görüldüğü literatürde mevcuttur [Ilisavskii et al., 1991]. T_i sıcaklık bölgesindeki bağıl düşüşlerin geri plan ile kıyaslandığında ortalama % 6 civarında olduğu grafikten görülmektedir. Bu elastik moddaki beklenmedik davranış TlInS₂ kristalinin faz geçiş bölgesinde elastik olarak yumuşama gösterdiğini belirtmektedir. Sıcaklık T_c 'nin altına düştüğünde C_{33} elastik sabiti doğrusal davranıştan yavaşça sapmaktadır [Kirbaş and Seyidov, 2019].

Katmanlara dik olarak yayılan ve yerdeğiştirme vektörü katmanlarda olan enine ses dalgasının normal şartlarda ve numune üzerine ışık düşürülmediği karanlık durumdaki davranışı Şekil 5.10'da verilmektedir. Ses hızının sıcaklık bağımlılığına karşılık gelen elastik modu C_{44} modudur. Şekil 5.10'da aynı zamanda enine ses hızının sıcaklık bağımlılığının paraelektrik faz bölgesinde bile beklenmedik davranışlar gösterdiğini göstermektedir. Yaklaşık 300 K sıcaklığından başlayarak düşen sıcaklıkla birlikte enine ultrasonik ses hızı da düşüş göstermektedir. Şekil 5.10 C_{44} elastik moda karşılık gelen enine ses hızının T_i sıcaklığından sonra eğiminde değişiklik olduğunu vermektedir. C_{44} elastik modülü düzenli ve düzensiz faz bölgesine karşılık gelen sıcaklıkta ani bir yükselişe geçmektedir. TlInS₂ içerisinde T_c

sıcaklık bölgesinde ses hızında küçük bir beklenmedik davranış olduğu grafikte gözükmemektedir.



Şekil 5.10: C_{44} elastik sabitine karşılık gelen enine ses dalgası hızı oranın, v_T/v_{T0} , ışık etkisi uygulanması sonucu sıcaklığa göre değişimi, küçük grafik - Landau teorisinden hesaplanmış enine ses hızının sıcaklık değişimi.

5.5.2. Işık Etkisi Altında Gerçekleştirilen Ölçüm Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Şekil 5.9 ve Şekil 5.10 C_{33} ve C_{44} elastik sabitlerine karşılık gelen boyuna ve enine ultrasonik dalga ses hızlarının ışık etkisi altındaki sıcaklık bağımlılığını vermektedir. Karşılaştırmalı olarak ışık altındaki etki grafikteki eğriler üzerinden anlaşılmaktadır. Grafikte verilen sonuçlar yaklaşık olarak 90 ve 300 K sıcaklık bölgesinde ısıtma ile elde edilmiştir. Şekil 5.9'a bakıldığında ışık etkisi altındaki boyuna ses dalgasının hızı esas olarak T_i sıcaklık bölgesi üzerinde etkin olduğu anlaşılmaktadır. Şekil 5.9 içerisinde ışık etkisi altındaki eğriye bakıldığında ~225, ~260 ve ~280 K sıcaklıklarında tepe şeklinde değişikliklerin olduğu görülmektedir. T_i altındaki sıcaklık bölgesinde, ışık olmadan yapılan karanlık ve ışık etkisi altındaki grafik eğrileri ~170 K sıcaklığına kadar uyum göstermektedir. Şekil 5-9'daki her iki durum için yapılan karşılaştırmayla c^* eksenı boyunca yayılan boyuna ses dalgası hızındaki değişimin ~100-125 K ve ~140-155 K aralığında değişim gösterdiği sonucuna varılmaktadır.

Işık etkisi altında C_{44} elastik sabiti ile ilişkilendirilen ultrasonik dalgaların enine ses hızındaki bağıl değişimin sıcaklığa olan bağımlılığı Şekil 5.10'da verilmektedir. Işık etkisi varken ve yokken karşılaştırmalı olarak grafikte görüldüğü üzere enine ses hızının sıcaklık davranışında $T_c \sim 200$ K sıcaklığı üzerinde anlamlı bir fark gözükmemektedir. C_{44} elastik sabitinin sıcaklık bağımlılığı Işık etkisiyle $T_c \sim 195$ K ve ~ 185 K sıcaklığında farkedilebilir değişimler göstermektedir. C_{44} elastik sabiti ile ilişkilendirilen enine ses hızının ışık etkisi altındaki sıcaklık bağımlılığı T_c sıcaklığında ve ~ 185 K sıcaklığında ani bir düşüş göstermektedir. Enine ses hızındaki sıcaklığa bağımlı bu tip değişime TlInS₂ kristalinin Işık etkisi altındaki latis yumuşaması neden olmaktadır.

Işık etkisi altında boyuna ve enine ses hızındaki benzer davranışların, Bölüm 5.4'te sonuçları verilen TlInS₂ kristali üzerinde elektrik etkisi uygulanarak yapılan ölçüm sonuçlarında da gözlenmiş olması önemlidir. Kristal üzerindeki uçlara ~ 1 kV DC gerilim uygulanarak boyuna ve enine ses hızındaki davranışlar incelenmesyle. TlInS₂ kristali içerisindeki bazı doğal derin düzey kafeslerin ultrasonik ses hızındaki değişimlere doğal derin kusurların aktif olduğu sıcaklık bölgesinde neden olduğu sonucu ışık etkisi sonuçlarıylada desteklenmektedir.

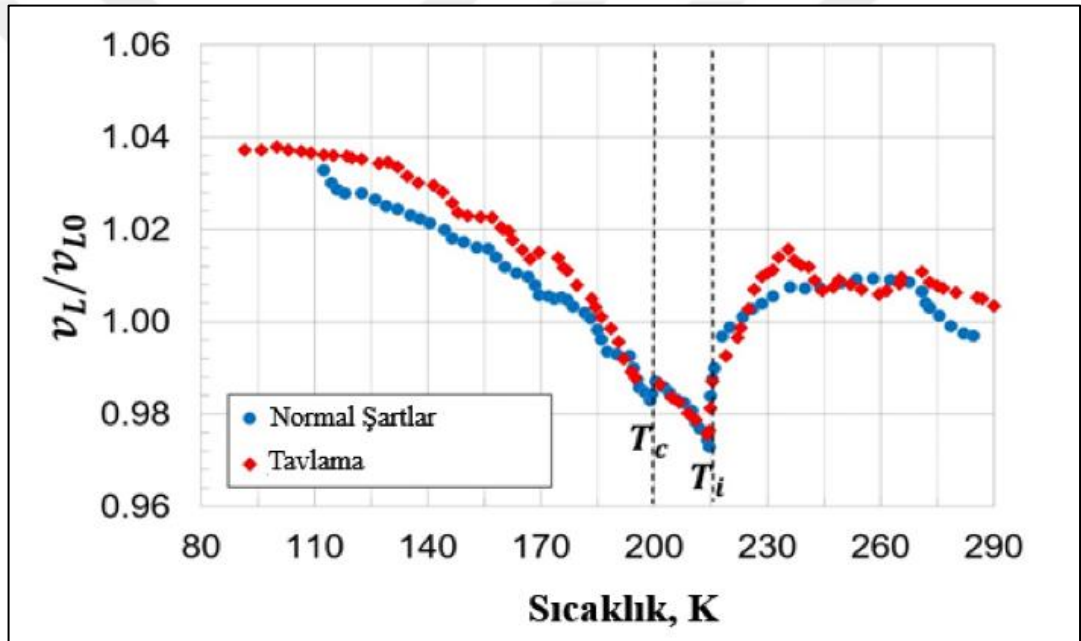
5.6. Hafıza Etkisi Şartlarında Ultrasonik Ses Hızının Sıcaklık Bağımlılığı

5.6.1. Hafıza Etkisi Altında Gerçekleştirilen Ölçümler

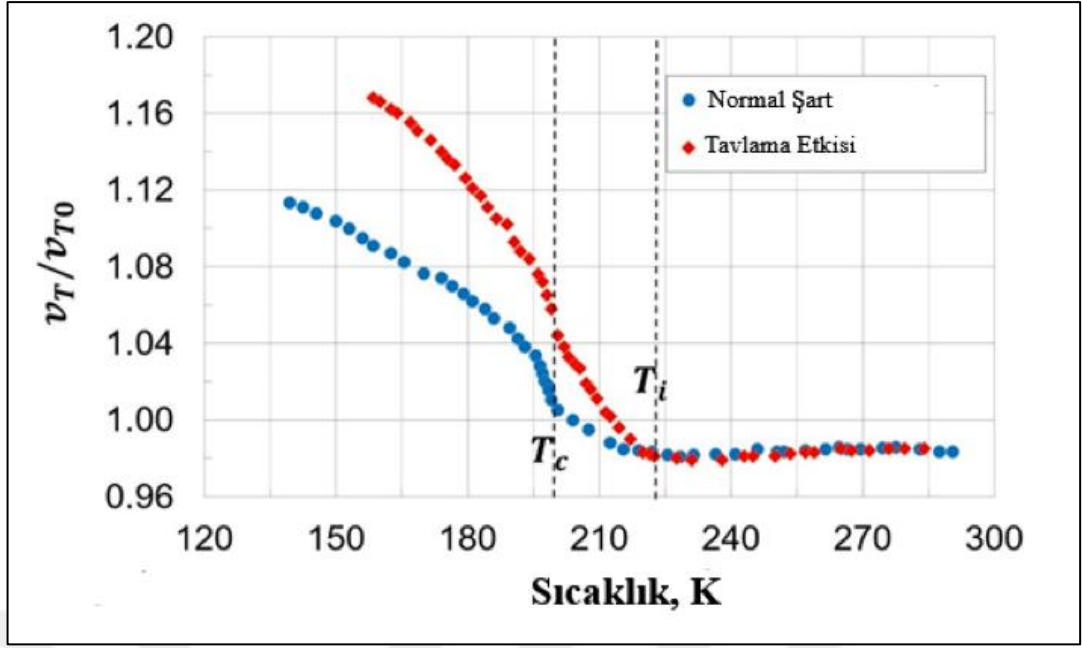
TlInS₂ ferroelektrik yarıiletken kristal içerisinde hafıza etkisi deneyleri şöyle yapılmıştır; ilk olarak numune 90 K sıcaklığa kadar soğutuldu ve bu sıcaklıkta yaklaşık 30 dakika bekletildi. (Bu koşullandırma sayesinde dengede olmayan atomik düzeylerin düşük sıcaklıkta C-ferroelektrik fazda kaybolması sağlanmış olunur). Daha sonra TlInS₂ kristalinin C_{33} ve C_{44} elastik sabitlerine karşılık gelen dalgaların ses hızı ölçümleri 90 K sıcaklığında oda sıcaklığına kadar ısıtma yöntemi ile gerçekleştirildi. Sonrasında numune tekrar 90 K sıcaklığa kadar soğutuldu ve 30 dakika bekletildikten sonra $T_{ann}=210$ K sıcaklığa kadar ısıtıldı. 210 K sıcaklığı düzensiz faz sıcaklığı içerisinde yer almaktadır. 210 K sıcaklığında numune 5 saat bekletildi ve daha sonra 90 K sıcaklığına kadar tekrar soğutuldu. Boyuna ve enine ses dalgası hızlarının sıcaklığa bağımlılığı 90 - 300 K arasında ölçüldü. Ölçümlerde

tavlama işlemi ile T_{ann} sıcaklığında INC-modülasyonu etkisi altında, $TlInS_2$ kristali içerisinde doğal hareketli derin düzey kusurların oluşturduğu kusur yoğunluk dalgası geçici olarak dondurulma işlemi yapılmıştır.

Şekil 5.11 ve Şekil 5.12 boyuna ve enine normalize ses hızlarının 90 - 300 K sıcaklık arasında ve normal ve hafıza etkisi altındaki sıcaklık bağımlılığını vermektedir [Kirbaş and Seyidov, 2019]. Ölçümlerdeki numune daha önceki çalışmada kullanılan ve ışık etkisi altında kullanılan numune ile aynıdır. Şekil 5.11 ve Şekil 5.12 'de hafıza etkisi altında, C_{33} ve C_{44} ile tanımlanmış ultrasonik dalğanın boyuna ve enine ses hızlarındaki değişim ışık etkisi altında bulunan davranışla eşdeğer olarak gözükmemektedir.



Şekil 5.11: Boyuna ses dalgası hız oranlarının, v_L/v_{L0} , karanlık ve hafıza etkisi altında sıcaklığa göre değişimi.



Şekil 5.12: Enine ses dalgası hız oranlarının, v_T/v_{T0} , karanlık ve hafıza etkisi altında sıcaklığa göre değişimi.

5.6.2. Hafıza Etkisi Altında Gerçekleştirilen Ölçümlerin Değerlendirmesi

Daha önceki bölümlerde belirtildiği üzere, TlInS_2 içerisinde var olan en önemli doğal kusurlardan biri B5 ve B7 olarak bilinen derin doğal düzey tuzaklardır. Bu doğal kusurların oluşumu ve atomik yapısı henüz bilinmemektedir. B5 ve B7 doğal derin düzey kusurların temel özelliği serbest olarak dolaşan elektronların bu kusurların yer aldığı bölgelerde toplanması olarak öngörülmektedir. Sonuçta B5 ve B7 derin düzey tuzaklar bu kusurların sıcaklıkla uyarıldığı sıcaklık bölgelerinde birden fazla düzeyde bulunabildiği kabul edilmektedir [Seyidov et al., 2009], [Seyidov et al., 2011], [Odrinskii et al., 2014], [Seyidov et al., 2015], [Seyidov et al., 2017], [Seyidov et al., 2016]. Kristal uçlarına dış elektrik alan uygulaması sonucunda yüklenmiş B5 ve B7 kusurların kutuplaşmaya (dipole) sahip olduğunun belirtilmesinde fayda vardır. B5 ve B7 derin düzey tuzakların polarize olmuş yükleri kristal içerisinde anlamlı büyüklükte elektrik alan üretebilir. Elektriksel olarak polarize olmuş bu aktif B5 ve B7 kusurları TlInS_2 kristalinin elektronik özelliği yanı sıra mekanik özelliklerindeki etileyebilir [Seyidov et al., 2009], [Seyidov et al., 2009], [Seyidov et al., 2011], [Odrinskii et al., 2014], [Seyidov et al., 2015], [Seyidov et al., 2017], [Seyidov et al., 2016]. Harici elektrik alanla uyarılmış B5 ve

B7 kusurların TlInS_2 katmanlı kristalinin elastik özellikleri üzerindeki ilişki literatürde tartışılmıştır [Seyidov et al., 2016]. Sonuç olarak, B5 ve B7 tuzaklama merkezleri latis kusurlarıdır ve oluşan iç elektrik alanla polarize olmaktadır ve TlInS_2 yarıiletkeninin elektronik özelliklerinin yanısıra mekanik özelliklerini de etkileyebilmektedir. Ayrıca, bağlı olmayan serbest elektronların kümeleşmesiyle B5 ve B7 derin tuzaklama düzeylerinde oluşan iç elektrik alan kristal yapı içerisinde bozulmalara neden olarak u_{33} gerilim tensör bileşeniyle hareket etmekte ve u_{yz} bileşenleri üretmemektedir.

INC modülasyon yapısı, kristal içerisindeki normal periyodik yapıda irasyonel periyoda sahip modüle olmuş dalgaların üretilmesi sayesinde oluşan süperyapı olarak tanımlanmaktadır [Blinc and Levanyuk, 1986], [Strukov and Levanyuk, 1998], [Izyumow and Syromyatnikov, 1990]. Böylece, INC modülasyon yapısı bir şekilde üç boyutlu öteleme periyodunu parçalayarak bilindik kristal yapı içerisinde var olmayan yeni bir fiziksel olaya neden olmaktadır. INC yapısı üzerinde T_c sıcaklığının bir kaç derece yukarısında yarı-düzenli sinüs yapılar görülebilir. Bu yapılar bölgesel commensurate bölgeleri oluşturmaktadır ve discommensurate veya faz solitonlarla ayrılmaktadır [Blinc and Levanyuk, 1986], [Izyumow and Syromyatnikov, 1990], [Cummins, 1990]. Discommensurate ve faz solitonlarının olduğu bölgedeki INC fazında periyodik yapı izlenebilir. Bu periyodik yapının izlendiği bölgedeki statik latis dielektrik duyarlılığı (ϵ) commensurate faz bölgesindekinden daha büyüktür. TlInS_2 için INC - fazda statik latis dielektrik duyarlılık ϵ değeri 10^3 'den daha büyük değerlere ulaşabilmektedir [Allakhverdiev et al., 2000], [Seyidov et al., 2009]

Latis içerisinde discommensurate bölgede yer alan derin düzey kusurlar durağan yüklü durumlarını koruyamazlar ve iyonize olurlar. Bunun nedeni ise kusurun aktivasyon enerjisinin yüksek dielektrik gerilim dizilişi ile ters orantılı olmasıdır. Hafıza etkisi şartları altında, derin düzey kusurların soliton bölge içerisinde tekrar yüklenmesi TlInS_2 'nin kendi kendine polarizasyonlanmasına neden olur. İyonize olmuş kusurlarla birlikte elektrik uygulanmasıyla oluşan yeni kristal düzen şekli kristal içerisindeki geliş güzel nötür durumdaki kusurları ortadan kaldırır ve tavlama (annealing) noktasında aynı davranışı taklit eder.

TlInS_2 içerisindeki B5 derin düzey tuzaklarının termal aktivasyon bölgesi INC fazının var olduğu sıcaklık aralığıyla ilişkilidir. B5 kusurlarının mikroskopik boyuttaki özellikleri ve atomik yapısının tanımlanması oldukça zordur. Literatürde

hafıza etkisi şartlarında B5 kusurlarının boşluk yük toplanmalarından dolayı oluşan oldukça büyük donmuş iç elektrik alan oluşturabildiği bilgisi bulunmaktadır [Seyidov et al., 2015], [Seyidov et al., 2011], [Seyidov et al., 2017]. Aynı zamanda literatürde donmuş dipol polarizasyonlu kusur yeterince düşük simetriye sahip bölgede çatlak kusur, katmanlar arası yığılmalardan kaynaklı hataların olduğu yerlerde katmanlararası veya düzlemsel kusur olarak tanımlanmaktadır [Seyidov et al., 2015], [Seyidov et al., 2011], [Seyidov et al., 2017].

TlInS₂ kristalinin yapısı birbirine Van der Waals bağları ile bağlanmış kapalı yarı iki boyutlu atomik katmanlardan oluşmaktadır. Bu düzen içerisinde yığılmalardan hatalarından kaynaklı katmanlar arası veya düzlemsel kusurlar oluşabilir. B5 derin düzey tuzakların katmanlar arası veya düzlemsel kusurlar olduğu kabul edilmektedir. Sonuç olarak, katmanlı kristalin B5 derin düzey kusurlarının aktif hale gelmesi sonucu oluşan önemli latis bozulmaları yığılma hatalarının olduğu bölgelerdeki yüklenmiş katmanlar arası kusur düzeylerine oldukça hassas olduğu beklenebilir.

5.7. TlInS₂ C₃₃ Elastik Sabiti için Teorik Tahminler ve DeneySEL Sonuçlarla Karşılaştırılması

Bu bölümde Denklemlerle verilen Landau Faz Geçiş Teorisi tahminleri ile normal koşullar altındaki boyuna C₃₃(T) modu ile ilgili deneySEL verilerin karşılaştırması yapılmaktadır. Denklem 4.12'den şöyle bir sonuç çıkarabiliriz; T_i sıcaklığı dolaylarındaki normal - düzensiz faz geçiş bölgesi civarında C₃₃(T)'nin akustik anomalisi için elde edilen deney sonuçları Denklem 4.12 ile uyumlu olarak açıklanabilir. Teorik verilerden beklenildiği gibi Şekil 5-7, Şekil 5-9 ve Şekil 5-11'deki eğrilerden de görüldüğü üzere T_i sıcaklığı dolaylarında C₃₃(T) elastik sabitinin sıcaklık bağımlılığı doğrusal olmayan farklı safha benzeri (step-like) davranış göstermektedir. T_i sıcaklığı altında, C₃₃(T) değişimi eğrisinin eğiminde bir değişim olmaktadır ve daha da soğutuldukça C₃₃(T)'nin sıcaklığa bağımlı olarak neredeyse doğrusal bir yükseliş göstermektedir. Bu doğrusal yükselme $\sim r^2 u_{zz}^2$ terimindeki birincil ve ikincil düzen parametreleri arasındaki ikinci derecede-ikinci derecede çarpım ilişkisinden kaynaklanmaktadır. T_c sıcaklığındaki commensurate faz geçiş bölgesi civarında C₃₃ elastik sabit sıcaklık bağımlılığı ani bir yükselme anomalisi göstermektedir. c-ekseni boyunca yayılan boyuna ses hızının T_c

civarındaki sıcaklık bağımlılığındaki bu olağandışılığın discommensuration ve faz solitonları tarafından neden olacağı açık bir şekilde gözükmektedir. INC faz geçişlerinin Landau fenomenolojik teoriden [Blinc and Levanyuk, 1986], [Strukov and Levanyuk, 1998], [Izyumow and Syromyatnikov, 1990], bu tip anomalilerin c-ekseni boyunca yayılan boyuna akustik mod ve bununla ilişkili olan u_{xx} gerilim tensörü bileşeni olan genlik ve faz koordinatı düzen parametreleri arasındaki çarpan ilişkisinden kaynaklandığı söylenebilir. Durum böyleyken buna benzer sabitler TlInS_2 içerisindeki kristal simetrisinden dolayı mümkün olmamaktadır. Böylece, C_{33} 'nin sıcaklık bağımlılığındaki olağandışılık farklı bir mekanizmayla açıklanması gerekmektedir ve bununla ilgili daha fazla araştırma ve çalışmaya gerek duyulmaktadır.

TlInS_2 içerisinde ışık etkisinin boyuna ultrasonik ses hızı ve ilişkili $C_{33}(T)$ moduyla ilgili olarak şöyle bir değerlendirme yapabiliriz. TlInS_2 'in boyuna ses hızı ile ilişkili olan $C_{33}(T)$ modundaki değişim, görünür bölgedeki ışık etkisiyle B5 ve B7 derin düzey kusurların uyarılmasıyla aktive olduğu Şekil 5-9'da açık bir şekilde görülmektedir. Fakat ışık etkisi altında görünen $C_{33}(T)$ elastik sabitindeki bu anomaliler T_i sıcaklık bölgesi üzerinde oluşmaktadır. Sonuçta, yukarıda Bölüm 4'te verilen fenomenolojik yaklaşım deneysel bulguları açıklayacak şekilde yeterli değildir. Fakat yinede, elde ettiğimiz ölçüm sonuçları B5 ve B7 derin düzey tuzaklarının TlInS_2 'nin elastik özelliklerini etkileyebilen latis kusurları olması sonucunu desteklemektedir. Kristalin aydınlatılması sırasında ortaya çıkan serbest taşıyıcılar, B5 ve B7 tuzakları tarafından yakalanırlar. Yüklenmiş olan B5 ve B7 kusurları TlInS_2 kristali içerisinde anlamlı büyüklükte iç elektrik alan oluşumuna neden olur. B5 ve B7 doğal derin kusurların olduğu bölgelerdeki elektron-fonon etkileşmesi B5 ve B7'nin aktif olduğu sıcaklık bölgesinde kristalin latis yapısı içerisinde bozulmalar üretebilmektedir. Işık etkisi ile elde edilen B5 ve B7 derin tuzak merkezleri elektrik alan etkisiyle elde edilen $C_{33}(T)$ anomalileri ile T_i sıcaklık bölgesi üzerinde benzerlik göstermektedir.

Elektrik alan etkisi ile uyarılan B5 ve B7 derin düzey tuzaklama merkezlerinin kutuplaşmasıyla oluşan mekanizma Şekil 5.11'de verilen hafıza etkiside benzer sonuçlarla açıklanabilir.

5.8. TlInS_2 C_{44} Elastik Sabiti için Teorik Tahminler ve DeneySEL Sonuçlarla Karşılaştırılması

C_{44} enine elastik sabitinin sıcaklık bağımlılığındaki akustik anomaliler Bölüm 4'te verilen fenomenolojik teori ile tamamen açıklanabilmektedir. Şekil 5.8, Şekil 5.10 ve Şekil 5.12'de verilen deneysel veri $C_{44}(T)$ 'nin T_i sıcaklık bölgesindeki eğrinin anlamlı bir değişiklik gösterdiğini ifade etmektedir. Bu davranış Landau fonksiyonunda u_{yx} gerilim tensörü ile genlik bileşeni arasında var olan ikinci derece çarpanın hesaba katılmasıyla ikinci order faz geçişi teorisi tahminleri ile uyum içerisindedir. Şekil 5.8, 5.0 ve 5.12'de verilen deneysel verilerden, C_{44} enine elastik sabitindeki T_c 'nin bir kaç derece üzerindeki doğrusallıktan olan büyük sapmalar Denklem 4.22'ye göre T_c yakınlarında varolan belirgin anomali ile uyumaktadır.

Şekil 5.10 ve 5.12'de gösterilen deneysel bulgular, C_{44} elastik sabiti ile ilişkili enine ses hızındaki karanlık (ışık etkisi yokken), ışık etkisi altında ve hafıza etkisi koşullarındaki sıcaklık bağımlılığındaki farkların B5 derin düzey kusurların termal olarak aktif olduğu INC-faz bölgesinde meydana geldiğini göstermektedir. TlInS_2 kristali üzerinde ışık etkisi varken ve yokken C_{44} elastik sabitinin sıcaklıkla olan davranışındaki değişimler bölgesel olarak commensurate yapıların (discommensuration ve faz solitonları) var olmaya başladığı T_c sıcaklığının bir kaç derece üzerinde meydana geldiğini söyleyebiliriz. Sonuç olarak TlInS_2 kristali üzerine ışık düşürülmesiyle oluşan T_c sıcaklığının bir kaç derece üzerindeki $C_{44}(T)$ enine elastik sabitindeki tuhaf davranış ışıkla aktive olan B5 derin düzey tuzaklar ile soliton ve discommensurationlar arasındaki etkileşimden kaynaklandığı düşünülmektedir.

C_{44} elastik sabiti ile ilişkili olan enine ultrasonik dalgaların ses hızının sıcaklık bağımlılığında ki hafıza etkisi deneylerini gerçekleştirmeden önce, TlInS_2 içerisindeki yapısal faz geçişlerinin olduğu sıcaklık bölgelerinde termal olarak uyarılan bütün doğal derin düzey kusurlarının etkilerini görmek istedik. Fakat düzensiz faz bölgesinde $T_{ann}=200$ K sıcaklığında yeterince tavlanarak B5 doğal derin tuzaklama merkezlerinde oluşan ve denge durumunda olmayan yüklü durumlar (state) üretildi ve bu yüklü durumlar T_c sıcaklığının bir kaç derece üzerindeki sıcaklıklarda ultrasonik ses hızı enine $C_{44}(T)$ modu üzerinde oldukça güçlü etkiler oluşturduğu düşünülmektedir. Hafıza etkisi nedeniyle $C_{44}(T)$ elastik sabitindeki değişimler ışık etkisinin oluşturduğu etkilere benzerdir sadece biraz daha

büyükölüktedir. TlInS₂ ierisinde var olan büyük miktarlardaki B5 doęal derin düzey kusurlar tavlama iřlemi sırasında incommensurata modülasyonu ile etkileřime getięi varsayımı sonucuna ulařmaktayız.

Enine ultrasonik hızın $C_{44}(T)$ enine modu ve yüklenmiř B5 doęal derin düzey kusurlar arasındaki iliřki Bölüm 4'te te verilen fenomenolojik teorisi ile tam anlamıyla açıklanmaktadır. Gerektende, C_{44} enine elastik sabiti üzerindeki TlInS₂'nin elektronik etkileri veya altsistem kusurları Denklem 4.12 ve Denklem 4.22'de verilen Landau katsayılarının tekrarlı normalizasyonu ile örtüşmektedir. Eęer Denklem 4.24'teki katsayılar pozitif iřarete sahip olursa, phason latis modun ve TlInS₂'deki yüklenmiř doęal derin düzey kusurların etkileřiminin güçlü olduęu T_c sıcaklıęı civarında Lock-in geiř bölgesinde C_{44} 'ün sıcaklık baęımlılıęındaki eğrinin eğiminde ek bir artış görülebilir. řekil 5.10 ve 5.12'den gözlemlendięi üzere deneysel olarak böyle bir davranıř tespit edilmiřtir.

B5 doęal derin düzey kusurunun en belirgin özellikleri elde ettięimiz deneysel verilerden bulunmuřtur. B5 doęal derin düzey tuzaklama merkezleri kütsel olarak yoğun yapısal kusurlardır. B5 kusuru kararlı ve yarı kararlı iki farklı duruma sahiptir. B5 kusurunun kararlı (denge) durumundan yarı kararlı denge durumuna geiři ~ 180 - 240 K sıcaklık bölgesinde TlInS₂ yarıiletkeninin beyaz ıřıkla aydınlatılmasıyla ve hafıza etkisiyle bařarılabilir. Denge durumunda olmayan B5 doęal derin düzey kusurlar TlInS₂ ierisinde yine B5 kusurları civarında toplanmıř baęlı olmayan serbest elektronların eklenmesi veya ıkarılmasıyla elde edilir. Bu tür bir olay olduęunda, B5 doęal derin düzey kusurlar, kristal ierisindeki yapı ve B5 kusurunun olduęu bölgeler arasında oldukça güçlü elektron-latis etkileřimleri nedeniyle kristal latis bozulmaları üretebilmektedir. Denge dıřı ve dıř etkiler altında B5 doęal derin düzey kusurları Faz solitonları ve discommensurationslarla ortak etkileřime girebilir. Sonuç olarak, B5 doęal derin düzey kusurlar katmanlar arası kusurlardır. Bu kusurlar, latis boşlukları, atlaklar, kristal ierisinde bulunan farklı Karbon, Oksijen ve silikon gibi atomların oluřurduęu ve kristal saflıęını bozan kirlilikler olabilmektedir ki bunlar Bridgman kristal büyütme yönteminde her zaman olan durumlardır. B5'in yanısıra B7 kusurlarının önemli özellięi kararlı ve yarı kararlı durumlar arasında geiře izin vermeyen ultrasonik dalgalardır. Ultrasonik deneyler aısından bakıldığında B5 ve B7 kusurlarının yüklü veya yüklü olmayan durumlarda olduęunu algılamak mümkündür. B5 derin düzey kusurlarının katmanlar arası bir kusur olduęu yönündeki yorumlamanın deneysel delili řu gerekle açıklanabilir; yüklenmiř B5

derin düzey tuzaklar Şekil 5.10 ve 5.12'den görüldüğü üzere σ_{yz} enine streslede ilişkin olarak TlInS₂ katmanlı kristalini daha yumuşak bir hale getirmektedir.



6. TlGaSe₂ KRİSTALİ ÜZERİNDEKİ DENEY SONUÇLARI

6.1. TlGaSe₂ Kristali İçerisindeki Ultrasonik Ses Hızının Sıcaklığa Bağımlı Davranışı

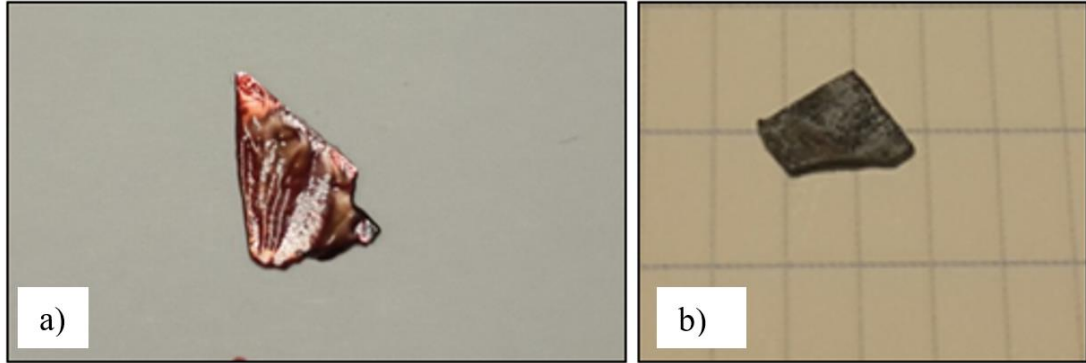
Bölüm 5.3’de TlInS₂ kristali içerisindeki ses hızı ile elastik sabitleri arasındaki ilişki tanımı yapılmıştır. TlGaSe₂ kristalide, TlInS₂ ile aynı yapı özelliğine sahip olması nedeniyle (Tablo 2.1) kristal içerisindeki elastik sabitler ile ses hızları arasındaki ilişki aynıdır. Bölüm 2.2’de ifade edildiği üzere TlGaSe₂ kristali oda koşullarında monoklinik bir yapıya (uzaysal simetrisi C_{2h}^6) sahiptir. Monoklinik hücre yapısının **a** ve **b** eksenleri katman düzlemi içerisinde uzanmaktadır. **c** eksen katmanlara dik olan yön **c*** ile küçük bir açı oluşturmaktadır.

Bölüm 5.3’de verilen TlInS₂ kristali içerisindeki varsayımların aynısı kabul ederek, eğer ortogonal bir koordinat sistemi oluşturursak **a** $\parallel$ **X** ve **b** $\parallel$ **Y** ve **c*** $\perp$ kristal katmanının düzlemine olduğunu ve β dik açı ile küçük bir açı olarak kabul edilmektedir.. TlGaSe₂ kristalinin katmanlı kristal yapısı quasi-tetragonal olarak yorumlanır ve kristalin katmanlı tabakalar üzerindeki birçok özelliği anizotropik yapı gösterir [Ilisavskii et al., 1991], [Suleimanov et al., 1991]. Quasi-tetragonallik özelliğini kabul ederek ve tetragonal kristal yapılar için $C_{44} = C_{55}$ ve $C_{35} = 0$ olduğunu varsayarsak [Nye, 1985] TlGaSe₂ katmanlarına dik olarak yayılan ultrasonik dalga ile ilgili olarak **c*** eksen boyunca ve polarizasyonunda aynı doğrultuda olan boyuna dalga için ses hızı C_{33} elastik sabiti ile belirlenebilir, **c*** eksen boyunca kristal katmanları arasında yerdeğiştirme vektörü ile hareket eden enine dalga için ses hızı C_{44} shear elastik sabiti ile belirlenebilir.

TlGaSe₂ kristali içerisindeki ultrasonik ses hızı ölçümleri üzerinden C_{33} ve C_{44} elastik sabitlerinin sıcaklık bağımlılığı daha önce TlInS₂ kristali ile birlikte çalışılmıştır [Ilisavskii et al., 1991].

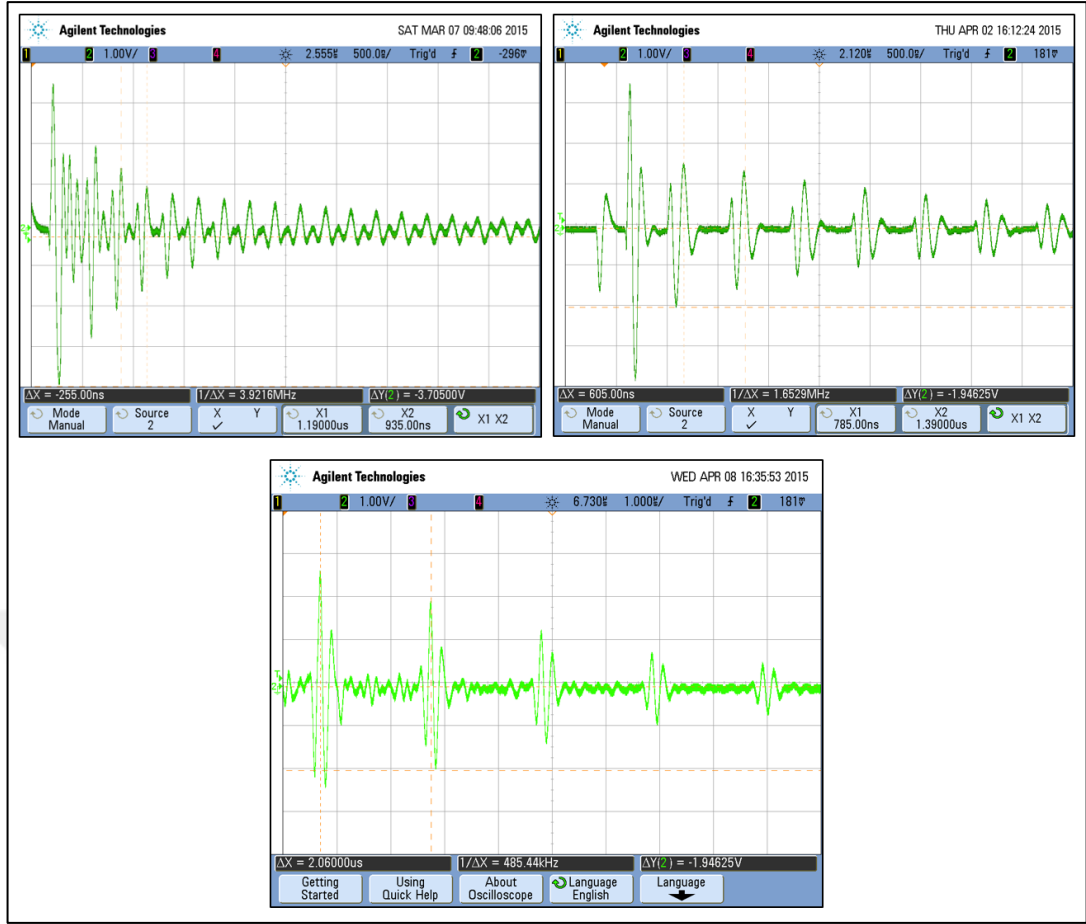
Deneylerde kullanılan TlGaSe₂ kristallerinin kalınlığı mikrometre ile ölçülmüştür ve kristallerin yapısı belirli bir düzende kesilmiş yapıda degillerdir ve tamamen sıradan bir geometri yapısına sahiplerdi. Katmanlı yapıya sahip olma özelliğinden dolayı kristal kalınlığı bütün yüzeyde aynı olduğu düşünülmektedir. Kristallerden birinin rengi kan kırmızısı (Şekil 2.1 a)) ve diğer, grimtrak rengine sahipti. Nispeten ışık geçirgenliği vardı ve ayrıca kristaller yüzeyinde katman

ayrışmasından dolayı ufak tefek pürüzlülükler bulunmaktaydı. Deneylerde kullanılan kristallerin fotoğrafları Şekil 6.1’de verilmektedir.



Şekil 6.1: Deneylerde kullanılan TlGaSe₂ kristalleri a) Kar kırmızı renkte TlGaSe₂ kristali b) Grimtrak renkte TlGaSe₂ kristali

Kristal üzerine herhangi bir etki yapmaksızın TlGaSe₂ kristalinin sıcaklığa bağlı boyuna ultrasonik ses hızına karşı gelen C_{33} elastik sabitinin karakteristik davranışını belirlemek için ölçümler gerçekleştirilmiştir. Kristalin yüzeyi, boyuna tip sensör ile kuplaj olabilmesi için Apiezone N tipi gres yağı ile kaplanmıştır. Aynı şekilde boyuna sensör yüzeyi de aynı gres yağı ile kaplanmıştır. Daha sonra kristalinin gres yağı ile kaplanmış yüzeyi sensör üzerine gelecek şekilde yavaşça konumlandırılarak ve osiloskop ekranında darbe–yankı (pulse echo) sinyalleri gözlemlenene kadar kristal üzerine hafifçe baskı uygulanarak sensör ile kuplajı tamamlanmıştır. Oda sıcaklığında elde edilen pulse-echo sinyali Şekil 6.3’de verilmektedir. Deneylerde kullanılan TlGaSe₂ katmanlı kristallerinin kalınlığı sırasıyla 0,4 mm ve 0,8 mm olarak ölçülmüştür. Oda sıcaklığında darbe-yansıma sinyalinden seçilen iki tepe arasındaki zaman farkı 255 ns olarak ölçüldü. Oda sıcaklığında bu kristal için ses hızı 3137 m/s olarak hesaplanmıştır.

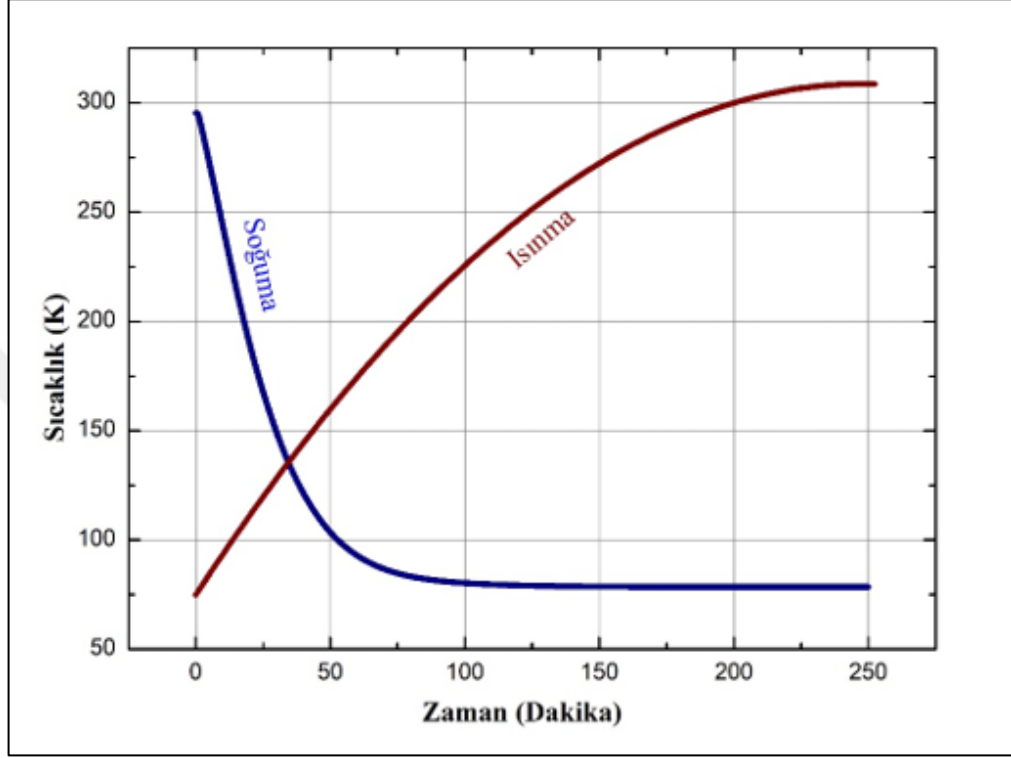


Şekil 6.2: Deneyde kullanılan TlGaSe₂ kristali boyuna ve enine darbe-yankı sinyali, boyuna hız 2644,6 m/s ve enine hız 786, 2 m/s'dir.

Kristal üzerindeki sıcaklığın tam olarak ölçülebilmesi için kristalin yüzeyine yakın bölgeye diyot sıcaklık sensör yerleştirildi. Bu sensör aynı zamanda sıcaklığı kontrol etmek için kullanıldı. Ses hızı ölçümünde, sıcaklık ölçümü ve diğer bağlantılar kontrol edildikten sonra holder cam tüp içerisine yavaşça yerleştirildi. Cam tüpün ağzı vidalama sistemi ile sıkılarak kapatıldı.

Cam tüp, içerisinde sıvı azot bulunan Dewar'ın içerisine daldırma yöntemi ile batırılarak soğutmaya başlatıldı. Kristalin sensör üzerinde biraz soğuması ve sertleşmesi için sıcaklık yaklaşık 275 K sıcaklık seviyesine düşmesiye kadar beklenildi. Bunun nedeni ise soğutmadan vakumlama işlemi yapıldığında sensör ile kristal arasındaki kuplaj bozulabiliyor olmasından kaynaklanmaktadır. Daha sonra vakum pompası ile cam tüp içerisindeki basınç -1 bar (-760 mmHg) olana kadar vakumlandı. Vakumlama işlemi tamamlandıktan sonra bir ucu sıvı azot içerisinde bulunan hortum üzerinden gaz azotun vakumlanmış cam tüpün içerisine doldurulması sağlandı. Bu işlemler tamamlandıktan sonra ölçümleri kontrol eden

yazılım üzerindeki ilgili ayarlamalar yapıldı. Ölçümler kristalin yanında bulunan sıcaklık sensörü 2 K/dakika hızında soğutma ve ısıtma yapacak şekilde gerçekleştirildi. Kristal üzerindeki soğuma ve ısınmanın zamana göre değişimini gösteren grafik Şekil 6.3’de verilmektedir.



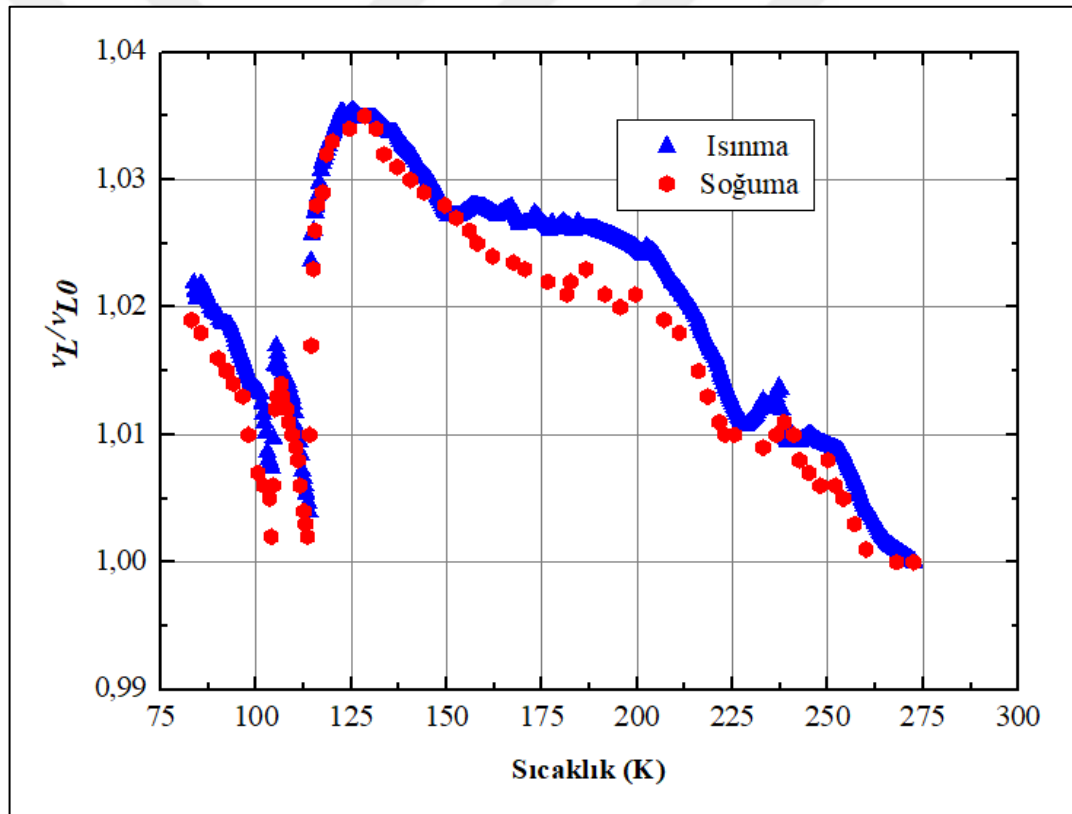
Şekil 6.3: Isıtma ve soğutma grafikleri.

Şekil 6.3’deki grafik numune üzerindeki soğuma ve ısınma davranışını göstermektedir. Soğuma işlemi grafikte mavi eğri ile verilmektedir ve 120 K sıcaklığa kadar 2K/dakika hızında yaklaşık doğrusal düştüğü ve 120 K sıcaklık değerinden sonra soğuma işleminin biraz üstel olarak yavaşladığı görülmektedir, sonrasında ise yaklaşık 85 K sıcaklığında sabitlendiği grafik üzerindeki görülebilmektedir. Isıtma işlemi Şekil 6.4 grafiğinde kırmızı eğri ile gösterilmektedir. Isıtma işleminin soğuma işlemine göre daha yavaş hızda gerçekleştiği Şekil 6.4’teki grafik üzerinden anlaşılmaktadır. Isıtma işlemi eğrisinin doğrusal olarak arttığı görülebilmemesine karşın, çok düşük zaman sabitine sahip üstel bir davranışı olduğunda söylenebilir.

Numune üzerinde sıcaklığa karşı gerçekleştirilen ses hızı ölçümleri numune soğutulduktan sonra ısıtma işlemi sırasında gerçekleştirilmiştir. Ölçüm yaklaşımı,

numune soğutuluktan sonra yaklaşık 30-60 dakika arasında ulaşılan en düşük sıcaklık seviyesinde bekletildikten sonra ısıtma işlemi sırasında sıcaklığa karşı ses hızı ölçümleri yapılmıştır. Yazılım otomatik olarak 0,5 K ısı artışlarında ultrasonik ses hızı değerini kayıt edecek şekilde ayarlanmıştır.

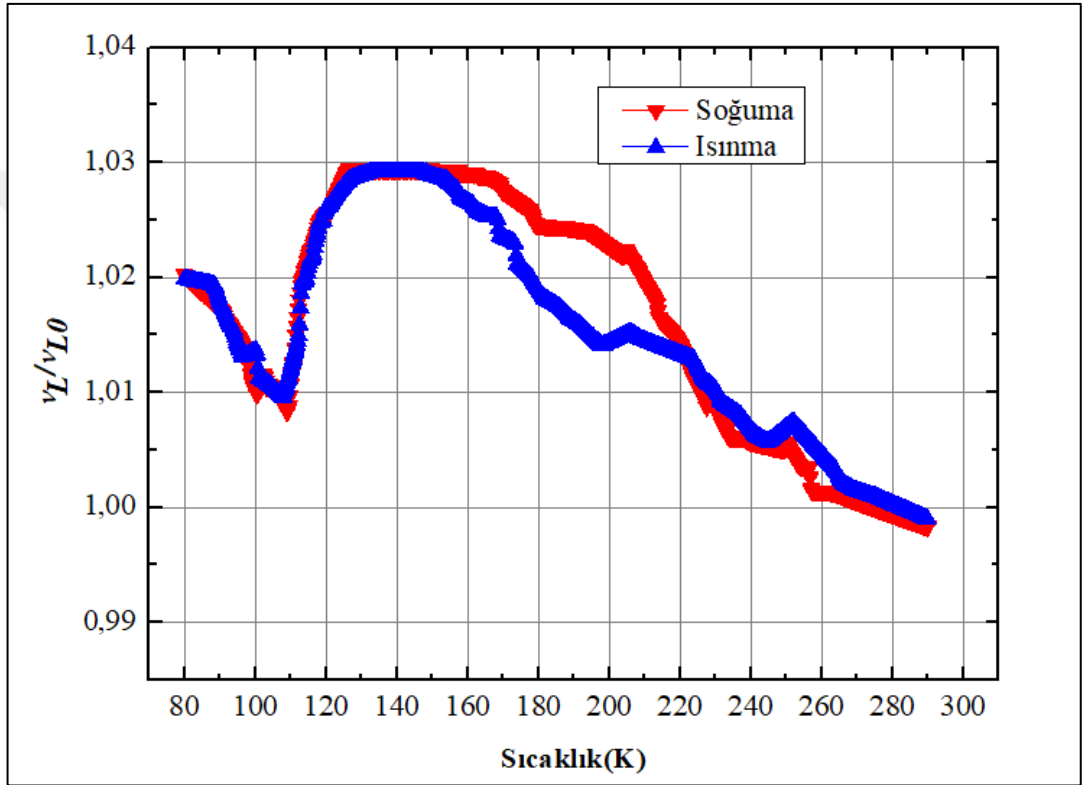
Dış etkilerin TlGaSe_2 kristal üzerine uygulanmasından önce farklı TlGaSe_2 kristalleri kullanılarak sıcaklığa bağımlı olarak kristaller içerisinde ultrasonik ses hızı ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.1a’da gösterilen TlGaSe_2 kristali kullanılarak gerçekleştirilen ve kristal içerisinde boyuna ses dalgası üretilerek C_{33} elastik sabitine karşılık gelen, sıcaklığa karşı ses hızındaki değişimleri ile ilgili ölçüm sonuçları Şekil 6.4’te verilmektedir. Şekil 6.4’te kristal soğutulurken ve ısıtılırken elde edilen ölçüm sonuçları birlikte gösterilmektedir.



Şekil 6.4: Şekil 6.1 a)’da verilen TlGaSe_2 kristalin soğuma ve ısınma grafiği.

Şekil 6.4’ten görüldüğü üzere ölçümler 90 K-280 K sıcaklık aralığında gerçekleştirilmiştir. Dikey eksen kristal içerisindeki boyuna ses hızındaki değişim oranını vermektedir. Dikey eksende verilen v_{L0} değeri 280 K sıcaklığındaki ses hızı değerine karşılık gelmektedir ($v_{L0}=2764$ m/s). Şekil 6-4’te kristal soğutulurken ve ısıtılırken elde edilen ölçüm sonuçları birlikte gösterilmektedir. Şekil 6.4’ten

görüldüğü üzere TlGaSe₂ numunesi soğutulurken ve ısıtılırken ses hızındaki değişimler ~ 150 K–220 K sıcaklık bölgesi dışında birbiri ile uyum içerisinde olduğu görülmektedir. 150 K-220 K sıcaklık bölgesinde soğutma ve ısıtma arasında bir farklılık olduğu görülmektedir. Şekil 6.1 b)’de gösterilen farklı TlGaSe₂ kristali kullanılarak yapılan ölçümlerde de Şekil 6.5’te gösterilen aynı davranış izlenmiştir. Fakat bu kristal içerisinde yapılan ses hızı ölçümlerinde soğuma ve ısınma arasındaki davranışın tam tersi olduğu olduğu görülmektedir.

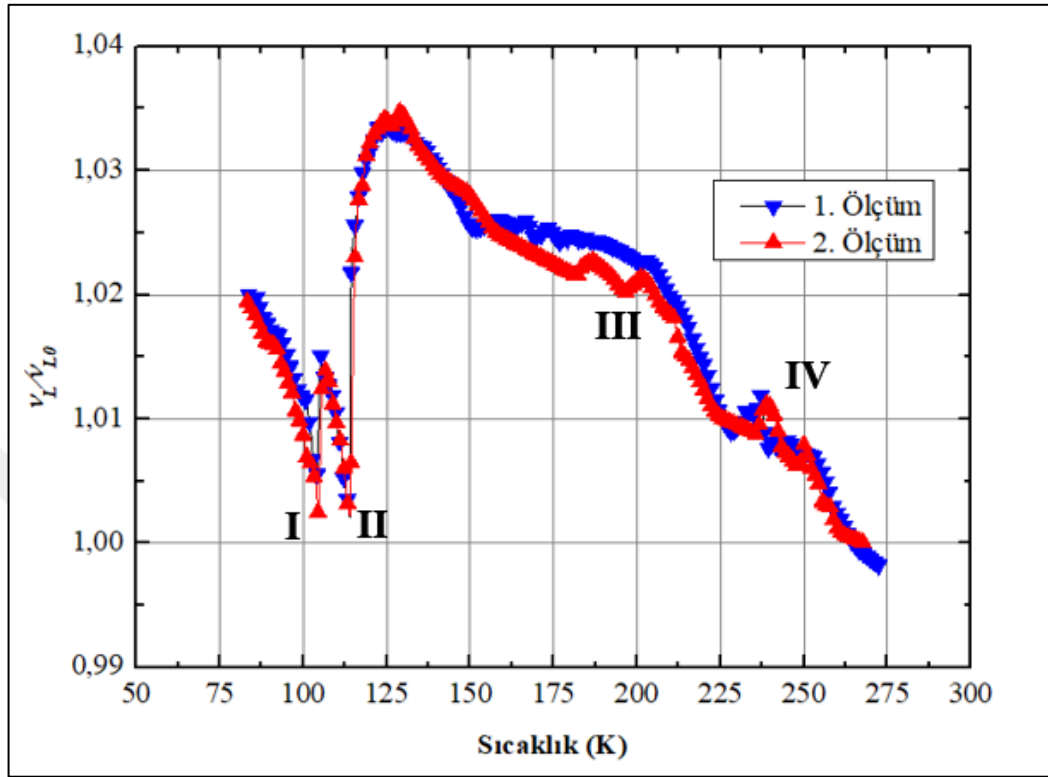


Şekil 6.5: Şekil 6.1 b)’de verilen TlGaSe₂ kristalin soğuma ve ısınma grafiği.

Şekil 6.4 ve Şekil 6.5’te verilen grafiklerde TlGaSe₂ kristal numuneleri içerisindeki C₃₃ elastik sabitine karşılık gelen ses hızlarındaki değişimlerde yaklaşık olarak 140 K – 220 K sıcaklık bölgesi aralığında sıcaklık değişimine bağlı olarak ses hızı değişimlerinde ısıtma ve soğutma durumunda bir farklılık (hysteres) olduğu ifade edilebilir. Bu farklılık (hysteresis) özellikle 140 K- 220 K sıcaklık bölgesinde oluştuğu farklı TlGaSe₂ kristal numuneleri ile yapılan ölçümlerde izlenmiştir.

Şekil 6.1a’da gösterilen TlGaSe₂ numunesi kullanılarak sıcaklığa bağımlı boyuna ses hızlı ölçümleri farklı zamanlarda tekrarlı olarak yapılmıştır. Yapılan

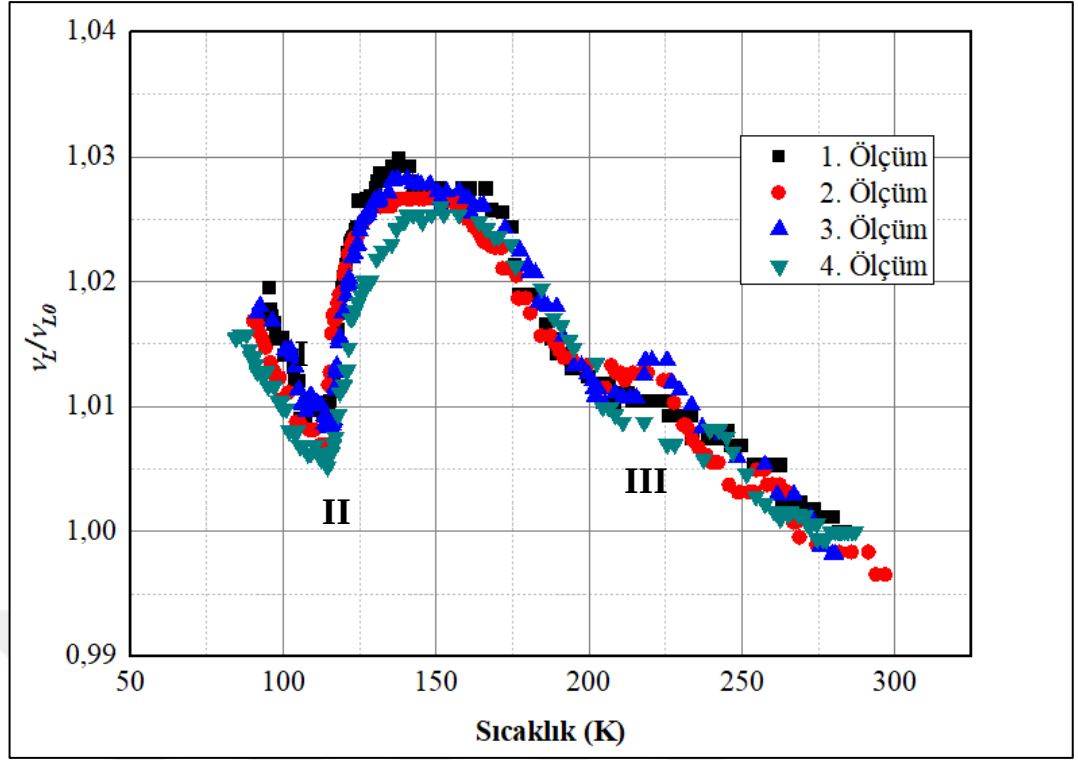
ölçüm sonuçlarında elde edilen sıcaklığa bağımlı ve kristalin C_{33} elastik sabitine karşılık gelen boyuna ses hızındaki değişimler Şekil 6-6'da verilmektedir.



Şekil 6.6: Şekil 6.1 a)'da gösterilen TlGaSe₂ kristali içerisinde katmanlara dik olarak yayılan boyuna ses hızının sıcaklığa göre davranışı.

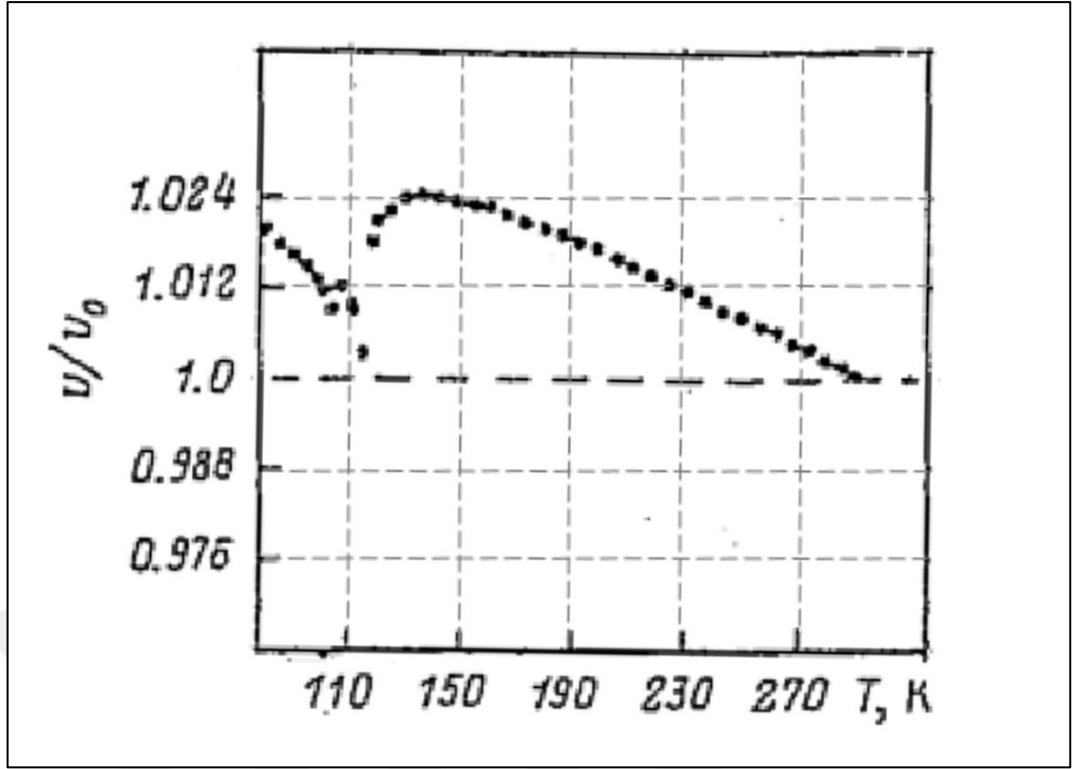
Şekil 6.6'da her iki ölçüm sonucunda birbiriyle uyum içerisinde. Sıcaklığın azalmasıyla birlikte ses hızlarındaki değişim oranlarının arttığı gözlenmektedir. Yaklaşık 240 K sıcaklığında ses hızı oranındaki artışta ani bir yükselme ve düşmeye karşılık gelen tepe izlenmektedir. Daha sonra ses hızındaki değişimlerde artışlar devam etmektedir. Özellikle 2. ölçümde daha belirgin olmak üzere tekrar 200 K ve 180 K civarında zayıfda olsa ses hızı değişiminde bazı ani değişimlerin olduğu görülmektedir. Ses hızı değişimindeki yükselmeler sıcaklık azalmasıyla birlikte devam etmekte ve 125 K sıcaklığında ani bir düşme gözlenmektedir. Bu ani düşme yaklaşık 113 K civarında en dip noktaya ulaştıktan sonra tekrar ani bir yükselişe geçerek yaklaşık 107 K sıcaklığına ulaşarak tekrar ani bir düşme ile birlikte tekrar daha yüksek bir eğimle yükselişine devam etmektedir.

Şekil 6.1b'de gösterilen TlGaSe₂ numunesi ile yapılan ölçüm sonuçlarıyla elde edilen sıcaklığa bağlı olarak ses hızı değişimlerindeki elde edilen veriler Şekil 6.7'de verilmektedir.



Şekil 6.7: Şekil 6.1 b)'de gösterilen TlGaSe₂ kristali içerisinde katmanlara dik olarak yayılan boyuna ses hızının sıcaklığa göre davranışı.

Şekil 6.7'de verilen grafikteki davranış Şekil 6.6'da verilen numune sonucu ile benzerdir. Şekil 6.7 ve Şekil 6.6 arasında küçük farklılıklar bulunmaktadır. Şekil 6.6'da bazı sıcaklıklarda ses hızlarındaki değişimlerin daha belirgin olduğu gözlenmektedir. Örneğin Şekil 6.7'de 230 K sıcaklık bölgesinde ses hızında bir değişim görülmesine karşın Şekil 6.6'da bu değişim 240 K sıcaklığında görülmektedir. Şekil 6.6'da gözlemlenen 200 K ve 180 K sıcaklıklarındaki küçük değişimler Şekil 6.7'de belirgin olarak gözlenmemektedir. 107 K sıcaklığındaki ani değişim Şekil 6.6'dakine göre Şekil 6.7'de daha zayıf gözlenmektedir. Fakat genel davranışın her iki sonuç içinde aynı olduğu Şekil 6.6 ve 7'deki grafikler üzerinden ifade edilebilir. TlGaSe₂ kristali içerisinde ultrasonik ses hızı ölçümleri ile ilgili daha önce literatürde [Ilisavskii et al., 1991] ve [Seyidov, 1995] yapılan ve şimdiye kadar tek çalışma olan Ilisavskii ve Seyidov çalışması içerisinde TlGaSe₂ kristalinin sıcaklığa bağımlı ses hızı değişim grafiği verilmiştir. İlgili çalışmada verilen grafik Şekil 6.8'de verilmektedir.

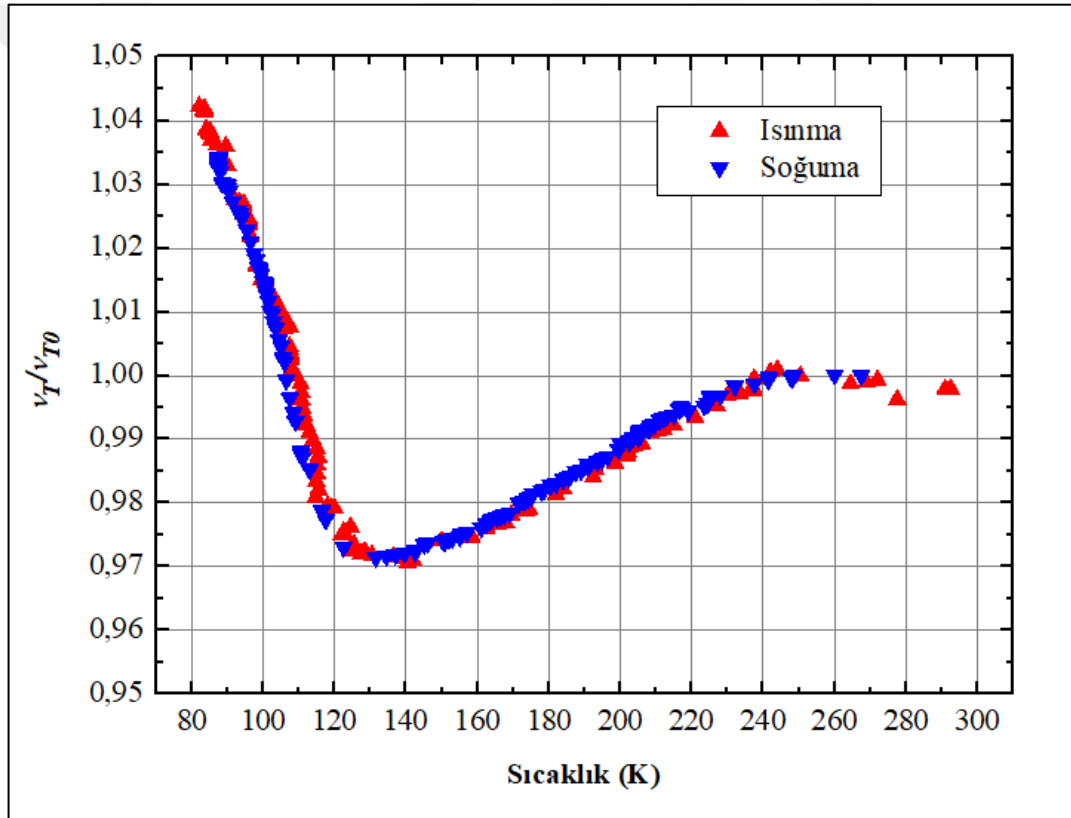


Şekil 6.8: Ilisavskii ve Seyidov tarafından yapılan TiGaSe_2 Kristali içerisindeki ses hızının sıcaklığa göre davranışı.

Literatürde var olan [Ilisavskii et al., 1991] ve [Seyidov, 1995] tarafından yapılan çalışma sonucunda elde edilen Şekil 6-8’de verilen ses hızının sıcaklığa bağlı davranışı Şekil 6.6 ve Şekil 6.7’de verilen sonuçlarla tamamen uyumlu olduğu görülmektedir. Ayrıca Bölüm 2.4.1’de verilen TiGaSe_2 Kristalinin özellikleri içerisinde TiGaSe_2 kristalinin bazı sıcaklıklarda faz geçişlerinin olduğu literatür bilgisi verilmişti. Literatür bilgisinde ifade edildiği üzere TiGaSe_2 kristali içerisinde 107 K-110 K, 117 K -120 K, 200 K- 215 K ve 240 K- 250 K sıcaklıkları arasında faz geçişleri bulunmaktadır. Şekil 6-6’da verilen grafik içerisinde literatürde verilen faz geçişleri belirgin olarak görülmektedir. I nolu sıcaklık noktası, T_c , 107 K -110 K faz geçişine karşılık gelen ferroelektrik faz noktası başlangıcı olan düzenli (commensurate) fazdır, II nolu sıcaklık noktası 117 K-120 K sıcaklık bölgesindeki faz geçişi düzensiz fazın başladığı (incommensurate) noktadır. III nolu ve IV nolu sıcaklık noktaları parafaz bölgesinde içerisinde kalan noktalardır. 200 K-215 K III nolu sıcaklık bölgesindeki faz geçişine ve 240 K -250 K IV nolu bölgedeki faz geçişine karşılık geldiği grafikten görülmektedir. Şekil 6.7’de verilen diğer kristale ait eğride de benzer olarak faz geçişleri belirgin olarak görülmektedir. I ve II ve IV

nolu sıcaklık noktalarındaki faz geçişleri net olarak gözükürken III nolu noktadaki faz geçişinin çok belirgin olmadığı görülmektedir.

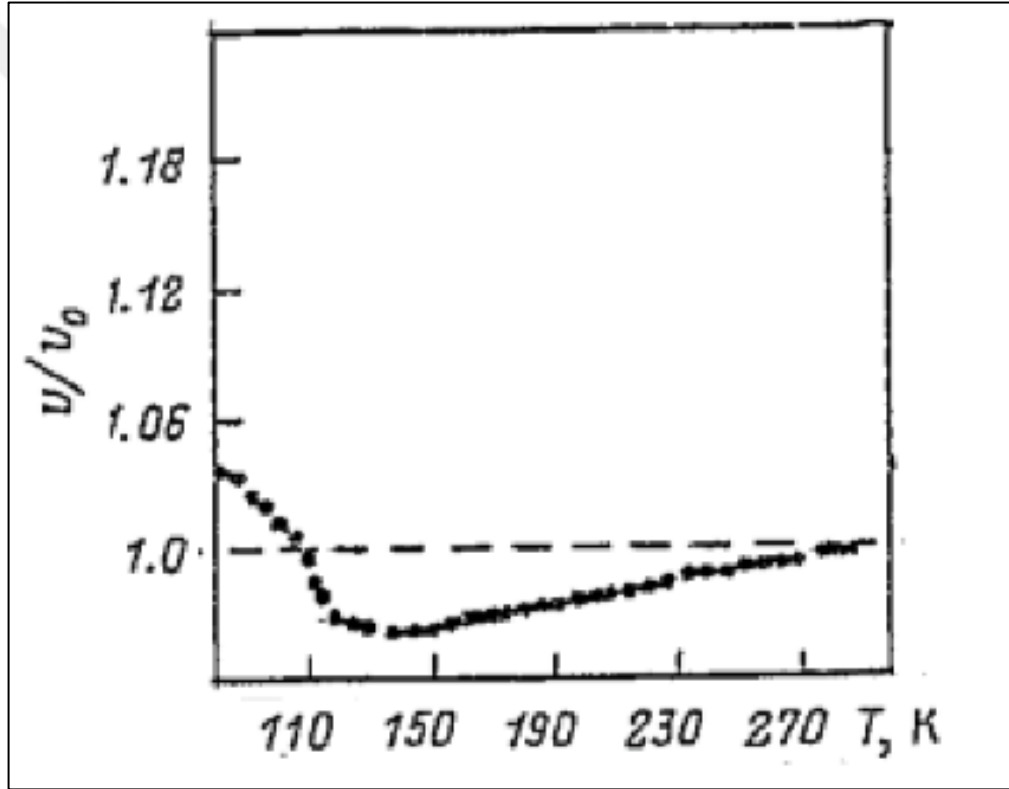
Şekil 6.8’de TlGaSe_2 numunesi içerisine kristal içerisindeki katmanlara dik enine ses dalgası oluşturularak gerçekleştirilen sıcaklığa karşı ses hızı ölçümlerinin grafiği verilmektedir. Katmanlara dik olarak oluşturulan enine ses dalgaları kristalin C_{44} elastik sabiti ile ilişkilidir. Şekil 6.8’de elde edilen ses hızı değişimleri kristalin C_{44} elastik sabiti ile ilgili vermektedir. Dikey ekseninde verilen ses hızı değişimleridir ve dikey ekseninde ölçülen enine ses dalgası hızının v_{T0} değerine normalize edilmesiyle elde edilmektedir. $v_{T0} = 784$ m/s, 300 K sıcaklığındaki enine ses hızıdır.



Şekil 6.9: Şekil 6.1 b)’de gösterilen TlGaSe_2 Kristali içerisinde katmanlara dik olarak yayılan enine ses hızının sıcaklığa göre davranışı.

Şekil 6.9’da verilen grafikte TlGaSe_2 kristali içerisinde katmanlara dik olarak oluşturulan enine ses dalgası hızının sıcaklığa göre değişimi gösterilmektedir. Bu değişim aynı zamanda C_{44} elastik sabitine karşılık gelmektedir. Şekil 6.9’da numune soğutulurken ve ısıtılırken gerçekleştirilen ölçüm sonuçları görülmektedir. Şekil 6.9’dan görüldüğü üzere numune ısıtılırken ve soğutulurken elde edilen sıcaklığa

karşı ses hızı eğrileri birbiriyle tam uyum içerisindedir. Isıtmadan veya soğutmadan kaynaklanan ses hızının değişiminde bir farklılık bulunmamaktadır. C_{44} elastik sabitine karşılık gelen ses hızındaki değişim eğrisi oda sıcaklığından başlayarak 240 K sıcaklığı kadar sabit kaldığı ve sonrasında doğrusal olarak azalmaktadır. TlGaSe_2 kristalinin faz geçiş noktası sıcaklığında kristal içerisindeki ses hızındaki değişimlerin yön değiştirerek daha yüksek bir eğimle artmaya başladığı gözlenmektedir. Ses hızındaki değişimin dönüm noktası faz geçiş sıcaklığına karşılık gelmektedir. Literatürde daha önce yapılan çalışma içerisinde benzer sonuç verilmektedir. Şekil 6.10'da [Ilisavskii et al., 1991] Ilisavskii grubunun yaptığı çalışma sonrası elde edilen grafik verilmektedir.



Şekil 6.10: Ilisavskii'nin yaptığı çalışmada elde edilen enine ses dalgası hızının sıcaklığa göre değişimi.

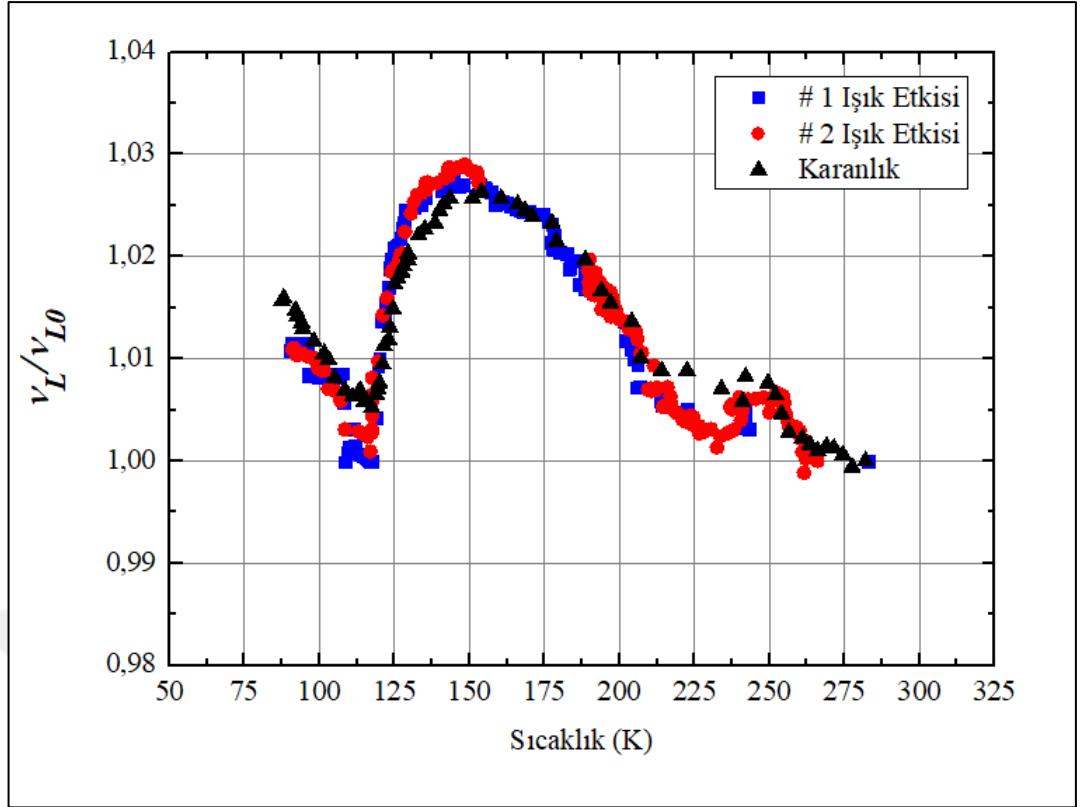
Şekil 6-9 ve Şekil 6-10 karşılaştırıldığında birbiriyle tamamıyla uyumlu benzer sonucun elde edildiği görülmektedir. C_{44} elastik sabiti davranışını veren Şekil 6-9 grafiği henüz tam olarak çözülebilmemiş bir davranış değildir. Sıcaklığın azalmasıyla ses hızının azaldığı beklenen bir davranıştır. TlGaSe_2 kristali içerisinde katmanlara

dik olarak yayılan enine ses dalgasının hızındaki bu davranış halen açıklamayı bekleyen bir fiziksel olay olarak literatürde yer bulmaktadır.

6.2. TlGaSe₂ Katmanlı Kristali Üzerinde Işık Uygulanarak Ultrasonik Ses Hızının Sıcaklığa Bağımlı Davranışı

Deney düzeneğinde, numune üzerine ışık düşürmek için yaklaşık 0,8 mW gücünde beyaz ışık üreten bir diyot ışık kaynağı (Şekil 3.19) kullanılmıştır. Yüzeyi ayna gibi düz ve parlak olan numune yüzeyi beyaz ışık ile aydınlatılmıştır. Işık kaynağı kesintisiz sürekli numune üzerini aydınlatacak şekilde ayarlanmıştır. Aydınlatma yoğunluğu yaklaşık olarak 5 mW/cm²'dir. Numune üzerini ısı vermeksizin ve tam olarak aydınlatabilmek amacıyla yaklaşık 800 nm üzerindeki dalga boylarını filtreleyecek kırmızı filtre kullanılmıştır. Işık etkisinin elastik sabitler üzerindeki davranışının incelenmesinde izlenen yol; kristal numune oda sıcaklığından başlayarak soğutulmaya bırakılmıştır. Kristal numune en düşük sıcaklığa ulaştıktan sonra numune üzerine Şekil 3-19'da gösterildiği üzere yaklaşık bir saat süreli ışığa maruz bırakılmıştır. Işık kaynağı kapatıldıktan sonra kristal numune tekrar ısıtılmaya başlanarak kristal içerisinde sıcaklığa bağımlı ses hızı ölçüm verileri toplanılmıştır.

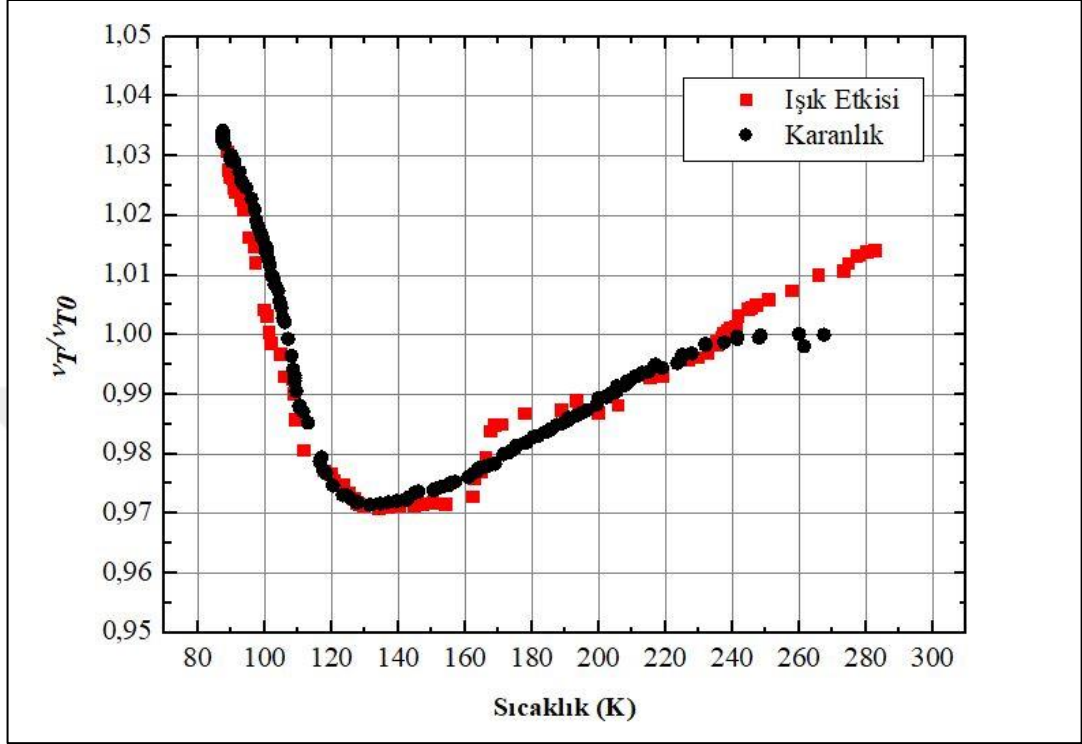
C_{33} elastik sabiti ile ilintili olan, katmanlara dik olarak yayılan boyuna ses hızındaki değişim normal koşullarda ve numune üzerine ışık düşürülmediği karanlık durumda Şekil 6.7'de gösterilmektedir. Şekil 6.11'de ışık etkisi altında yapılan ölçüm sonuçlarından elde edilen grafik ışık etkisi olmaksızın karanlık durumda elde edilen grafiklerle karşılaştırmalı olarak verilmektedir.



Şekil 6.11: TlGaSe₂ Kristali üzerinde ışık etkisi uygulanması sonucunda kristal katmanlarına dik olarak yayılan boyuna ses hızındaki değişimler.

Şekil 6.11’de ışık etkisinin TlGaSe₂ kristal içerisinde katmanlara dik olarak yayılan ses dalgasının hızındaki değişimlerin sıcaklığa bağlı olarak değişimi gösterilmektedir. Daha öncede ifade edildiği üzere boyuna ses dalgası hızındaki değişimler kristalin C_{33} elastik sabitine karşılık gelmektedir. Şekil 6.11’de ışık etkisinin iki tekrarlı ölçümleri kırmızı ve mavi eğrilerle gösterilmektedir. Işık uygulamaksızın gerçekleştirilerek elde edilen ölçüm sonuçları siyah noktalı eğri ile gösterilmektedir. Şekil 6-11’de görüldüğü üzere Işık etkisi 240 K- 250 K sıcaklık bölgesinde bir tepe yaptığı görülmektedir. Buna ilaveten 150 K sıcaklığında parafazda ışık etkisinin ses hızındaki değişimlerinin biraz fazla olduğu anlaşılmaktadır. Düzensiz faz geçiş sıcaklığında ışık etkisi altındayken ses hızındaki değişimlerin etki olmaksızın olan eğri ile karşılaştırıldığında daha fazla minimum noktasına ulaştığı gözlenmektedir. Genel olarak çok belirgin farklılıkların gözlenmemesine rağmen TlGaSe₂ kristalinin faz geçiş noktalarında bazı farklılıkların olduğu Şekil 6.11 grafiği üzerinden ifade edilebilir.

Şekil 6.12’de katmanlara dik olarak yayılan ve kristalin C_{44} elastik sabitine karşılık gelen enine ses dalgasının kristal içerisindeki hızlarındaki değişimleri sıcaklığa bağımlı olarak verilmektedir.



Şekil 6.12: TlGaSe₂ kristali üzerinde ışık etkisi uygulanması sonucunda kristal katmanlarına dik olarak yayılan enine ses hızındaki değişimler.

Şekil 6.12’de verilen grafikte ışık etkisinin C_{44} elastik sabitine karşılık gelen enine ses dalgası hızındaki değişimler gösterilmektedir. Şekil 6.12’den görüldüğü üzere 240 K sıcaklığı civarında ışık etkisi olmaksızın olan eğri ile aralarında bir açılmanın olduğu görülmektedir. Diğer bir nokta ise 160 K-200 K sıcaklık aralığında ışık etkisinin ses hızındaki değişimler üzerinde bir değişime neden olduğu gözlenmektedir. Diğer bölgelerde ışık etkisinin enine ses hızı üzerinde belirgin bir değişiklik göstermediği söylenebilir.

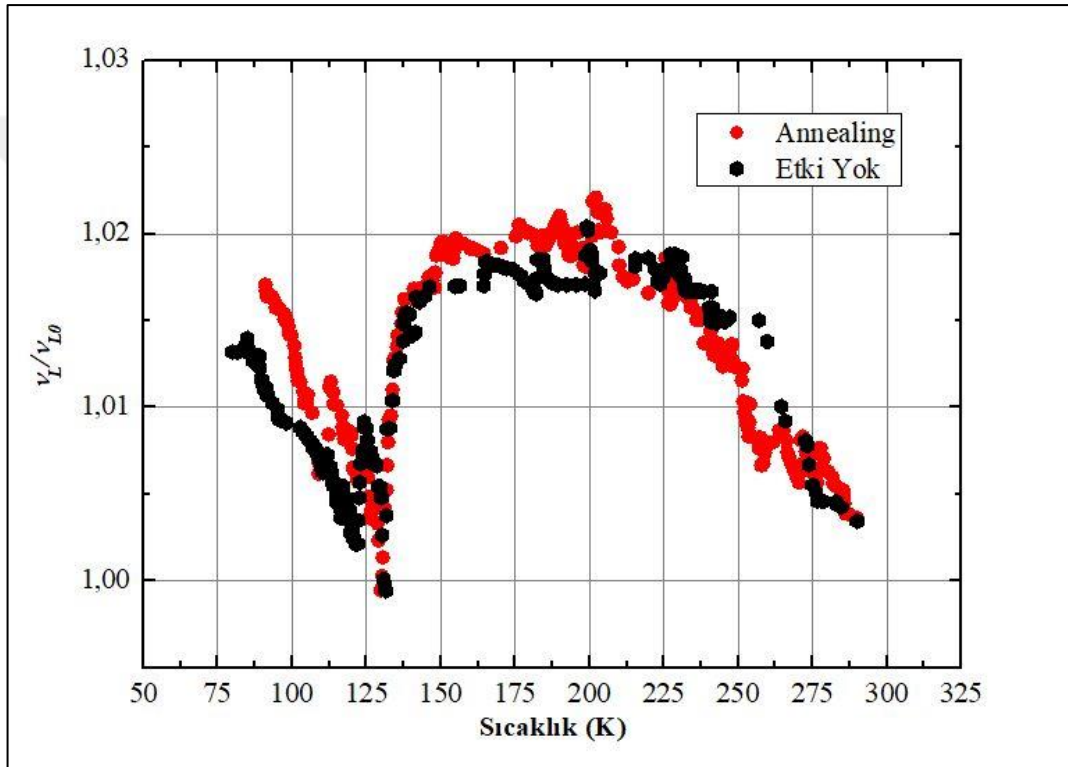
6.3. TlGaSe₂ Katmanlı Kristalinin Hafıza Koşulları Etkisi Altında Sıcaklığa Bağımlı Davranışının İncelenmesi

TlGaSe₂ yarıiletken kristal içerisinde hafıza etkisi deneyleri şöyle yapılmıştır; ilk olarak numune 90 K sıcaklığa kadar soğutuldu ve bu sıcaklıkta yaklaşık 30 dakika bekletildi. (Bu koşullandırma sayesinde dengede olmayan atomik düzeylerin düşük sıcaklıkta C-ferroelektrik fazda kaybolması sağlanmış olunur). Sonrasında numune tekrar 90 K sıcaklığa kadar soğutuldu ve 30 dakika bekletildikten sonra $T_{ann}=112$ -115 K sıcaklığa kadar ısıtıldı. 112 K-115 K sıcaklığı düzensiz faz sıcaklığı içerisinde yer almaktadır. 112 K-115 K sıcaklığında numune 5 saat bekletildi ve daha sonra 90 K sıcaklığına kadar tekrar soğutuldu. Boyuna ve enine ses dalgası hızlarının sıcaklığa bağımlılığı 90 - 300 K arasında ölçüldü. Ölçümlerde tavlama işlemi ile T_{ann} sıcaklığında INC-modülasyonu etkisi altında, TlGaSe₂ kristali içerisinde doğal hareketli derin düzey kusurların oluşturduğu kusur yoğunluk dalgası geçici olarak dondurulma işlemi yapılmıştır.

Şekil 6.13 ve Şekil 6.14 boyuna ve enine normalize ses hızlarının 90 - 300 K sıcaklık arasında ve normal ve hafıza etkisi altındaki sıcaklık bağımlılığını vermektedir. Ölçümlerde Şekil 6.1a'da gösterilen TlGaSe₂ numunesi kullanılmıştır. Şekil 6.13 ve Şekil 6-14'de hafıza etkisi altında, C_{33} ve C_{44} ile tanımlanmış ultrasonik dalgaının boyuna ve enine ses hızlarındaki değişimler verilmektedir.

Şekil 6-13'de TlGaSe₂ kristali içerisinde katmanlara dik olarak yayılan ve C_{33} elastik sabitine karşılık gelen boyuna ses dalgası hızındaki değişimler sıcaklığa bağlı olarak verilmektedir. Şekil 6-13'de etki yok iken elde edilen eğri ile karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Hafıza etkisi durumu altında ölçülen TlGaSe₂ numunesi yaklaşık 90 K sıcaklığından başlayarak ses hızındaki değişimler ölçülmüştür. C-ferroelektrik faz bölgesi içerisinde kristal negatif eğimle ses hızındaki değişimler düşme göstermektedir. T_c sıcaklık noktasına ulaştıktan sonra kristal düzensiz INC-faz bölgesin içerisinde yaklaşık 113 K sıcaklığında ses hızındaki değişim ani bir yükseliş göstererek tepe değerine ulaştıktan sonra tekeran ani bir düşme göstererek 125 K sıcaklığında minimum sıcaklık noktasına ulaşmaktadır. Sonrasında pozitif eğimle ses hızındaki değişimler sıcaklığında artması ile artış göstermektedir. Bu artış nspeten oldukça dik bir eğimler 150 K sıcaklığına kadar sürmektedir. 150 K sıcaklığından sonra ses hızındaki değişimler neredeyse sabit davranmaktadır ve bu sabir değer 200 K sıcaklığına kadar devam etmektedir. 200 K sıcaklığından itibaren negatif bir eğimle

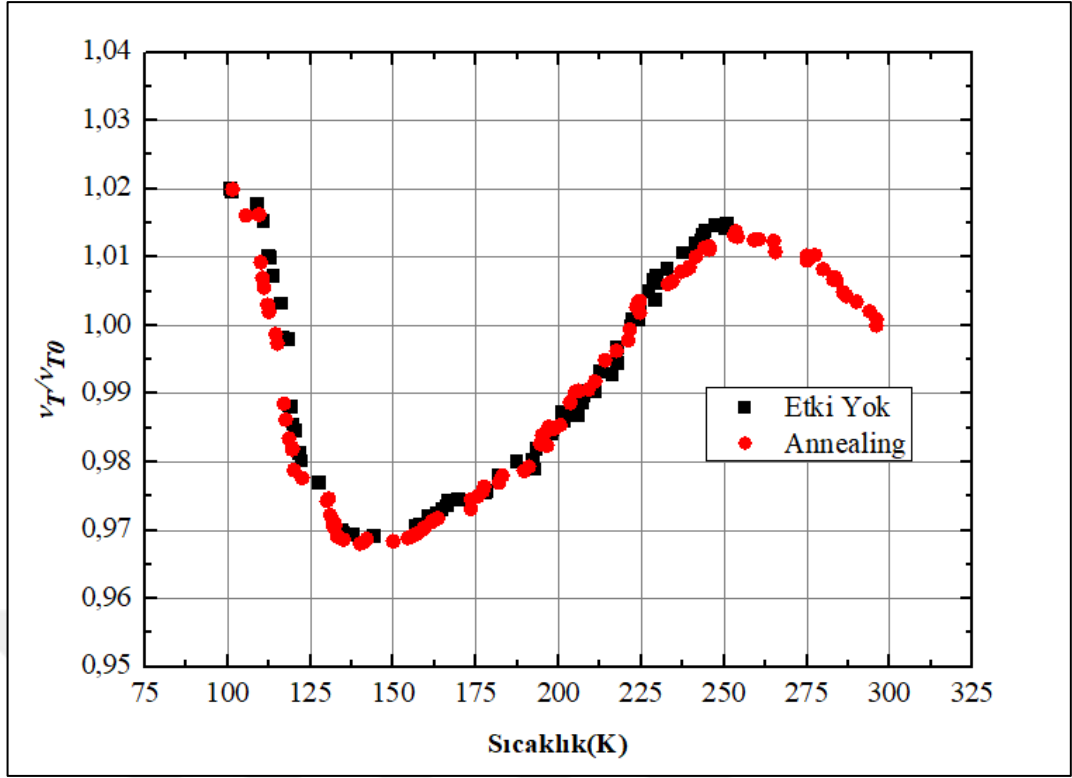
ses hızındaki değişimler sıcaklık artışı ile azalma göstermektedir. 200 K ve 260 K sıcaklıklarında ses hızındaki değişimlerde bazı küçük tepeler görülmektedir. Ses hızı değişimindeki azalmalar yaklaşık oda sıcaklığına kadar azalarak devam etmektedir. Hafıza etkisi altında 260 K, 200 K ve 113 K sıcaklığındaki faz geçiş noktalarında etki yokken elde edilen ölçüm eğrisi ile karşılaştırıldığında ses hızındaki değişimler daha belirgin olarak değişim gösterdiği ifade edilebilir. Özellikle INC-faz bölgesindeki 113 K sıcaklığı, ki bu sıcaklık tavlama sıcaklığıdır, daha belirgin bir değişim gösterdiği söylenebilir.



Şekil 6.13: TlGaSe₂ kristali üzerinde hafıza etkisi uygulanması sonucunda kristal katmanlarına dik olarak yayılan boyuna ses hızındaki değişimler.

Şekil 6.14'te hafıza etkisi altında katmanlara dik olarak yayılan ve kristalin C_{44} elastik sabitine karşılık gelen enine ses dalgasındaki hız değişimleri sıcaklığa bağlı olarak gösterilmektedir.

Şekil 6.14'teki eğrilerde hafıza etkisi yokken ve varken elde edilen ölçüm sonuçları karşılaştırmalı olarak verilmektedir. Şekil 6.14'deki grafikte hafıza etkisinin C_{44} elastik sabitine karşılık gelen enine ses dalgası hızında bir etkiye neden olmadığı görülmektedir.



Şekil 6.14: TlGaSe₂ kristali üzerinde hafıza etkisi uygulanması sonucunda kristal katmanlarına dik olarak yayılan enine ses hızındaki değişimler.

6.4. TlGaSe₂ C₃₃ Elastik Sabiti için Teorik Tahminler ve DeneySEL Sonuçlarla Karşılaştırılması

Daha önceki bölümde TlInS₂ kristali için denklemlerle verilen Landau Faz Geçiş Teorisi tahminleri ile normal koşullar altındaki boyuna C₃₃(T) modu ile ilgili deneysel verilerin karşılaştırması yapıldığında TlInS₂ kristali için yapılan değerlendirmeleri TlGaSe₂ kristali içinde yapabiliriz. Denklem 4.12'den çıkarılan sonuç doğrultusunda T_i sıcaklığı dolaylarındaki normal - düzensiz faz geçiş bölgesi civarında C₃₃(T)'nin akustik anomalisi için elde edilen deney sonuçları Denklem 4.12 ile uyumlu olarak açıklanabilir. Teorik verilerden beklenildiği gibi Şekil 6.11, Şekil 6.13'deki eğrilerden de görüldüğü üzere T_i sıcaklığı dolaylarında C₃₃(T) elastik sabitinin sıcaklık bağımlılığı doğrusal olmayan farklı safha benzeri (step-like) davranış göstermektedir. T_i sıcaklığı altında, C₃₃(T) değişimi eğrisinin eğiminde bir değişim olmaktadır ve daha da soğutuldukça C₃₃(T)'nin sıcaklığa bağımlı olarak neredeyse doğrusal bir yükseliş göstermektedir. Bu doğrusal yükseliş $\sim \rho^2 u_{zz}^2$ terimindeki birincil ve ikincil düzen parametreleri arasındaki ikinci derecede-ikinci derecede çarpım ilişkisinden kaynaklanmaktadır. T_c sıcaklığındaki commensurate faz

geçiş bölgesi civarında C_{33} elastik sabit sıcaklık bağımlılığı ani bir yükselme anomalisi göstermektedir. c-ekseni boyunca yayılan boyuna ses hızının T_c civarındaki sıcaklık bağımlılığındaki bu olağandışılığın discommensuration ve faz solitonları tarafından neden olacağı açık bir şekilde gözükmemektedir. INC-faz geçişlerinin Landau fenomenolojik teorisinden [Blinc and Levanyuk, 1986], [Strukov and Levanyuk, 1998], [Izyumov and Syromyatnikov, 1990], bu tip anomalilerin c-ekseni boyunca yayılan boyuna akustik mod ve bununla ilişkili olan u_{xx} gerilim tensörü bileşeni olan genlik ve faz koordinatı düzen parametreleri arasındaki çarpın ilişkisinden kaynaklandığı söylenebilir.

TlGaSe₂ içerisinde ışık etkisinin ve hafıza etkisinin boyuna ultrasonik ses hızı ve bununla ilişkili $C_{33}(T)$ moduyla ilgili olarak şöyle bir değerlendirme yapılabilir. Bölüm 5'te TlInS₂ kristali üzerinde yapılan değerlendirme sonucuna benzer olarak TlGaSe₂ kristali içerisinde var olan doğal derin düzey kusurlar, ışık etkisi ve hafıza etkisi gibi dış alan etkileri sonucunda uyarılmaktadır ve özellikle faz geçiş noktalarında ani yükselmeler oluşturarak $C_{33}(T)$ elastik sabitinde anomaliler oluşturduğu düşünülmektedir.

6.5. TlGaSe₂ C_{44} Elastik Sabiti için Teorik Tahminler ve Deneysel Sonuçlarla Karşılaştırılması

C_{44} enine elastik sabitinin sıcaklık bağımlılığındaki akustik anomaliler Bölüm 4'te TlInS₂ kristali için verilen fenomenolojik teori ile tamamen açıklanabildiği daha önce ifade edilmişti. Benzer olarak TlGaSe₂ kristali içinde aynı yorum yapılabilir.

Şekil 6.12 ve Şekil 6.14'te verilen deneysel sonuçlar $C_{44}(T)$ 'nin T_i sıcaklık bölgesindeki eğrinin anlamlı bir değişiklik gösterdiğini ifade etmektedir. Bu davranış Landau fonksiyonunda u_{yx} gerilim tensörü ile genlik bileşeni arasında var olan ikinci derece çarpının hesaba katılmasıyla ikinci order faz geçişi teorisi tahminleri ile uyum içerisinde olduğu söylenebilir. Şekil 6.12 ve Şekil 6.14'teki deneysel sonuçlardan, C_{44} enine elastik sabitindeki T_c 'nin bir kaç derece üzerindeki doğrusalıktan olan büyük sapmalar Denklem 4.22'ye göre T_c yakınlarında varolan belirgin anomali ile uyduğu görülmektedir. Şekil 6.12 ve Şekil 6.14'teki verilen deneysel bulgular sonucunda Bölüm 5.6.1.2'de TlInS₂ kristalinin C_{44} elastik sabiti ile ilgili yapılan değerlendirmelerin TlGaSe₂ için aynı olduğunu ifade edebiliriz.

7. SONUÇLAR

Bu tez çalışmasında TlInS_2 katmanlı yarıiletken içerisinde varolan doğal kusurlar tarafından oluşturulan derin enerji düzeyleri PICTS yöntemi kullanılarak incelenmiştir. TlInS_2 ternari bileşeni içerisinde beş adet önemli doğal tuzak olduğu açığa çıkarılmıştır. Aynı zamanda TlInS_2 kristalinin c -kristolografik eksenleri boyunca yayılan boyuna ve enine ses dalgalarının hızları, TlInS_2 kristalinin katmanları doğrultusunda elektrik alan uygulanmasıyla oluşan electro-poling etkisi öncesi ve sonrası darbe yankı çakışma yöntemi kullanılarak ölçülmüştür. 0,30 eV ve 0,48 eV enerjiye sahip B5 ve B7 iki derin düzeyin boyuna dalğanın TlInS_2 kristali içerisindeki kusurların etkin olduğu sıcaklık bölgesinde ses hızındaki değişimlerden sorumlu olduğu sonucuna varılmıştır. Deney sonuçları üzerinde teorik çıkarımlar yapabilmek için ters piezoelektrik etkiyi temel alan bir model öne sürülmüştür. Bu modele göre, kristalin katmanları arasında elektrik alan oluşturulması kristal içersindeki kusurların etkin olduğu sıcaklık bölgesi içerisinde anlamlı büyüklükte, u_{zz} , iç örgü straini oluşturmaktadır. Bu sonuç daha önceki araştırmalar sonucu elde edilen TlInS_2 ternari bileşim ailesinin katmanlar arası ve katman içi ilginç ilişki ortaya çıkarmaktadır.

TlInS_2 kristali içerisinde boyuna ve enine ses hızının sıcaklık bağımlılığı, ışık ve INC faz bölgesi içerisinde Tann sıcaklığında uzun süreli tavlama etkisi bu çalışma ile literatürde ilk olarak deneysel ve teorik bir araştırma olarak gerçekleştirilmiştir. TlInS_2 içerisinde ultrasonik dalgaların boyuna ve enine ses hızlarının normal şartlar altındaki sıcaklık bağımlılıkları ve Landau model baz alınarak elde edilen teorik sonuçlar birirleriyle oldukça uyumlu olduğu gösterilmiştir.

Beklenmedik şekilde, C_{33} elastik sabitine karşılık gelen boyuna ses hızının sıcaklık bağımlılığında kristalin beyaz ışıkla aydınlatılmasıyla ve hafıza etkisi koşulları altında, TlInS_2 'nin yüksek sıcaklıklardaki paraelektrik faz bölgesi içerisinde tepe yapan geçiş safhaları (spike-like peaks) şeklinde anlamlı küçük büyüklükte anomaliler gözlenmiştir. Bu akustik anomaliler, kristale ışık etkisi verilmesi ve hafıza etkisi şartlarının uygulanmasıyla B5 ve B7 doğal derin düzey tuzakların uyarılmasıyla ilişkilidir. Işık etkisinin ve hafıza etkisinin TlInS_2 kristalinin düşük sıcaklık bölgelerindeki kusurları üzerinde bir etkisi olmadığı ve boyuna ses hızında bir değişikliğe neden olmadığı görülmüştür ve bu konu şimdilik

değerlendirilememiştir ve konu ile ilgili daha fazla çalışma yapılmasına ihtiyaç olduğu sonucuna varılmıştır.

Beyaz ışık aydınlatması ve hafıza etkisi koşullarında TlInS_2 içerisindeki enine ultrasonik dalgaların sıcaklık bağımlılığındaki ultrasonik anomaliler B5 doğal derin düzey tuzaklarla ilişkili olabilir. Kristale beyaz ışık uygulamayla aktive olan B5 doğal derin düzey kusurlar T_c sıcaklık bölgesi civarında INC-modülasyonunu etkileyebilmektedir. Enine ultrasonik ses hızının sıcaklık bağımlılığı eğrisindeki eğim üzerinde olan küçük değişimler Bölüm4'te sunulan fenomenolojik teori ile uyum içerisinde olduğu görülmüştür.

Hafıza etkisi şartları altında uyarılmış B5 doğal kusurlar INC-fazının dalga boyu modülasyonuna kenetlenmektedir. Bu kusurlar T_{ann} prosedürünün uygulandığı süre içerisinde dağılabilir ve DDW yapısı oluşturabilir. Kristal tavlama (annealing) sıcaklığında kurtulduğunda, DDW B5 doğal kusurların yavaş hareketi nedeniyle değişmez. DDW'nun INC modülasyonu sadece T_c 'de değil aynı zamanda INC-faz içerisinde de etkilediği düşünülmektedir.

Ayrıca TlGaSe_2 katmanlı yarıiletken kristalinin TlInS_2 kristalinde olduğu gibi C_{33} ve C_{44} elastik sabitlerinin normal koşullarda sıcaklıkla olan ilişkisi, ışık etkisi ve hafıza etkisi altındaki etkileri incelenmiştir. TlGaSe_2 kristalinin katmanlara dik olarak yayılan boyuna ve enine ses dalgalarının değişimleri darbe yankı çakışması yöntemi kullanılarak sıcaklığa bağlı olarak ölçülmüştür. TlGaSe_2 kristalinin normal koşullar altında elde edilen C_{33} ve C_{44} elastik sabitlerinin sıcaklığa bağlı davranışının daha önce literatürde yapılan sonuçlarla tam olarak uyumlu olduğu görülmüştür. TlGaSe_2 ferroelektrik yarıiletkeninin ışık etkisi ve hafıza etkisi altında elde edilen sonuçlarla kristalin özellikle INC-faz bölgesi olmak üzere doğal derin düzey kusurlarının etki altındayken açığa çıktığı tespit edilmiş ve etkinin kaldırılmasıyla kaybolduğu sonuçlarına varılmıştır.

TlInS_2 ve TlGaSe_2 kristalleri üzerine yapılan bu tez içerisindeki çalışmalar kristallerin normal koşullar altında sıcaklığa bağımlılığını ve özellikle elektrik alan etkisi, ışık etkisi, hafıza etkisi gibi dış etkiler altında kristallerin doğal kusurlarının kristallerin mekanik özelliğini temsil eden elastik sabitler üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Tez çalışması sonucunda elde edilen veriler ve çıktıların kristallerin sensör ve cihaz olarak kullanılmasında mühendislik uygulamalarına ışık tutacağı düşünülmektedir. Kristallerin, dış alan etkisinde iken doğal kusurların aktif olduğu sıcaklık bölgesindeki değişimler, uygulanan dış etki ile anahtar ve sensör olarak

kullanılması yönünde kullanılabileceği düşünülebilir. TlInS_2 ve TlGaSe_2 kristallerinin faz geçişleri ve doğal kusurlarının aktive olması düşük sıcaklıklarda var olmaktadır. Düşük sıcaklıkta var olan bu faz geçişleri ve faz geçişlerindeki dış etkilerin neden olduğu sonuçlar özellikle uzay teknolojisi uygulamalarında katkılar sunabileceği öngörülmektedir. Kristallerin faz geçişlerine karşılık gelen sıcaklık noktalarında daha hassas yapılacak ölçümlerle, sıcaklık metrolojisinde referans sıcaklık noktası olarak kullanılabileceği diğer bir sonuç olarak düşünülmektedir.



KAYNAKLAR

Abdullaev N. A., (2006), "Elastic properties of layered crystals", *Physics of the Solid State*, 48 (4), 663–669.

Abramowitz M., Stegun I. A., (1964), "Handbook of Mathematical Functions with Formulas, Graphs and Mathematical Tables", 1th Edition, Dover Publications.

Allakhverdiev K. R., Akhmed-zade N. D., Mamedov T. G., Mamedov T. S., Seidov M. G. Y., (2000), "Behavior of the layered crystals TlInS_2 and TlGaSe_2 near phase transitions in a static electric field", *Low Temperature Physics*, 26 (1), 56–61.

Allakhverdiyev K. R., Mammadov T. G., Suleymanov R. A., Gasanov N. Z., (2002), "Pressure and Temperature Effects on Electronic Spectra of TlGaSe_2 type Crystals", *Institute of Physics of the Azerbaijan National Academy of Sciences, CİLD VIII*, No:4

Aydinli A., Ellialtıoğlu R., Allakhverdiev K. R., Ellialtıoğlu S., Gasanly N. M., (1993), "Low-temperature phase transitions in TlGaS_2 layer crystals", *Solid State Communications*, 88 (5), 387–390.

Babaev S. S., Başaran E., Mammadov T. G., Mikailov F. A., Salehli F. M., Seyidov M. Y., Suleymanov R. A., (2005), "The effect of impurities on the phase transitions in the ferroelectric semiconductors TlInS_2 and TlGaSe_2 ", *Journal of Physics Condensed Matter*, 17 (12), 1985–1993.

Blin R., Levanyuk A. P., (1986), "Incommensurate Phases in Dielectrics - Materials", 1st Edition, Amsterdam North-Holland.

Cankurtaran M., Çelik H., (1995), "Yüksek Sıcaklık Süperiletkenlerinin Elastik Özelliklerinin Ultrasonik Teknikle İncelenmesi", Proje No:TBAG-1209, Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu, Türkiye

Cedrone N. P., Curran D.R., (1954), "Electronic Pulse Method for Measuring the Velocity of Sound in Liquids and Solids", *The Journal of the Acoustical Society of America*, 26 (6), 963-966.

Cummins H. Z., (1990), "Experimental studies of structurally incommensurate crystal phases", *Physical Reports*, 185 (5–6), 211–409.

David A. D., (2007), "Theory of Defects in Semiconductors", 1th Edition , Springer.

Delgado G. E., Mora A. J., Pérez F. V., González J., (2007), "Crystal structure of the ternary semiconductor compound thallium gallium sulfide, TlGaS_2 ", *Physica B: Condensed Matter*, 391 (2), 385–388.

Dvorak V., Hudak O., (1983), "The shear stiffness in the incommensurate phase of A_2BX_4 -type crystals", *Ferroelectrics*, 46 (1), 19–24.

Eicke R. W., (1993), "Imperfections in III/V Materials, ", 1st Edition, Academic Press.

El-Nahass M. M., Sallam M. M., Abd Al-Wahab A. H. S., (2009), "Optical and photoelectric properties of TlInS₂ layered single crystals", Current Applied Physics, 9 (2), 311–316.

Fridkin V. M., (1980), "Ferroelectrics-Semiconductors", 1st Edition, Consultants Bureau.

Gadzhiev B. R., Seidov Mir-Hasan Yu., Abdurakhmanov V. R., (1995), "Low-temperature singularities of elastic moduli of layered TlInS₂ crystal", Fizika Nizkikh Temperature, 21 (1241), 950–953.

Gadzhiev B. R., Seidov Mir-Hasan Yu., Abdurakhmanov V. R., (1996), "Incommensurate-incommensurate phase transition in the sequence of structural phase transitions in a layered TlInS₂ crystal", Soviet. Physics.-Solid State Physics, 38 (3).

Garland C. W., Novotny D. B., (1969), "Ultrasonic Velocity and Attenuation in KH₂PO₄", Physical Review, 177 (2), 971-977.

Gashimzade F. M., Gadzhiev B. R., (1985), "Dielectric permeability of TlGaSe₂ in the incommensurate phase", Institute of Physics NAN Azerbaijan, 39., 10-14.

Golovko V. A., Sannikov D. G., (1989), "Effects of external shear stress on anomalies of physical quantities at phase transitions in ferroelectrics of the K₂SeO₄ family with incommensurate phase", Journal of Physics: Condensed Matter, 1 (32), 5497–5507.

Grivickas V., Bikbajevs V., Gavryushin V., Linnros J., (2008), "Strong photoacoustic pulses generated in TlGaSe₂ layered crystals", Journal of Physics: Conference Series, 100 (4), 1–5.

Guseinov G. D., Mooser E., Kerimova E. M., Gamidov R. S., Alekseev I. V., Ismailov M. Z., (1969), "On Some Properties of TlInS₂(Se₂, Te₂) Single Crystals", Physica Status Solidi (B), 34 (1), 33–44.

Henkel W., Hochheimer H. D., Carlone C., Werner A., Ves S., Schnering H. G. V., (1982), "High-pressure Raman study of the ternary chalcogenides TlGaS₂, TlGaSe₂, TlInS₂, and TlInSe₂", Physical Review B, 26 (6), 3211–3221.

Hurtes C., Boulou M., Mitonneau A., Bois D., (1978), "Deep level spectroscopy in high resistivity materials", Applied Physics Letters, 32 (12), 821-823.

Ilisavskii Y. V., Sternin V. M., Suleimanov R. A., Salaev F. M., Seidov M. Y., (1991), "Ultrasonic Investigation of Phase Transitions in TlInS₂ and TlGaSe₂ layered Crystals", Soviet. Physics.-Solid State Physics, 33 (1) (57–60).

Ingenier D., (2007), “Sound speed resolved by photoacoustic technique”, 53 (3), 213–217.

Isik M., Gasanly N. M., Ozkan H., (2009), “Deep traps distribution in TlInS₂ layered crystals”, In Acta Physica Polonica A, 115 (3) 732-737.

ISO/IEC Guide 98-3, (2008) Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement, International Organisation for Standardization.

Izyumow Y. A., Syromyatnikov V. N., (1990), “Phase Transitions and Crystal Symmetry”, 1st Edition, Kluwer Academic Publishers.

Jahnke E., Emde F., (1945), “Tables of Functions with Formula and Curves”, 1st Edition, Dover Publications.

Jamet J. P., (1988), “Defect-density waves and memory effects in modulated systems”, Phase Transitions, 11, (1-4), 335-371.

Karotki A. V., Sheleg A. U., Shevtsova V. V., Mudryi A. V., Mustafaeva S. N., Kerimova E. M., (2012), “Optical Properties of Thallium Indium Disulfide (TlInS₂) Single Crystals”, Journal of Applied Spectroscopy, 79 (3), 398-403

Kashida S., Kobayashi Y., (1999), “X-ray study of the incommensurate phase of TlInS₂”, Journal of Physics:Condensed Matter, 11 (4), 1027–1035.

Kirbaş C., Seyidov M. Y., (2019), “Influence of native structural defects activated by illumination and under the memory effect conditions on ultrasonic wave propagation in TlInS₂ ferroelectric-semiconductor with incommensurate phase”, Materials Research Express, 6 (8), 085914.

Kittle C., (2005), “Introduction to Solid State” 8th Edition, John Wiley and Sons.

Lang D. V., (1974), “Deep-level transient spectroscopy: A new method to characterize traps in semiconductors”, Journal of Applied Physics, 45 (7), 3023–3032.

Lederer P., Jamet J. P., Montambaux G., (1986), “Modulated phases, memory effect and Defect Density Waves in thiourea”, Ferroelectrics, 66 (25), 145-152.

Lemanov V. V., Esayan S. K., (1987), “Ultrasonic study of incommensurate phase transitions in ferroelectrics”, Ferroelectrics, 73 (1), 125–144.

Lüthi B., (2005), “Physical Acoustics in the Solid State” 2nd printing of the 1st Edition, Springer.

Hanias M.P., Anagnostopoulos A.N., Kambas K., Spyridelis J., (1992), “Electrical and optical properties of as-grown TlInS₂, TlGaSe₂ and TlGaS₂ single crystals”, Materials Research Bulletin, 27 (1), 25–38.

Mamin R. F., Teitelbaum G. B., (1988), “Thermodynamic Theory of Incommensurate Phases in a Semiconductor”, Soviet Physics-Solid State, 39, 3536-3539.

McMorrow D. F., Cowley R. A., Hatton P. D., Banyas J., (1990), “The structure of the paraelectric and incommensurate phases of TlGaSe_2 ”, Journal of Physics: Condensed Matter, 2 (16), 3699–3712.

McScimin H. J., (1950), “Ultrasonic Measurement Techniques Applicable to Small Solid Specimens”, The Journal of the Acoustical Society of America, 22 (4), 413–418.

McSkimin H., (1961), “Pulse Superposition Method for Measuring Ultrasonic Wave Velocities in Solids”, The Journal of the Acoustical Society of America, 683, 12–16.

Migliori A., Maynard J. D., (2005), “Implementation of a modern resonant ultrasound spectroscopy system for the measurement of the elastic moduli of small solid specimens”, Review of Scientific Instruments, 76 (12), 1-7.

Migliori A., Sarrao J. L., Visscher W. M., Bell T. M., Lei M., Fisk Z., Leisure R. G., (1993), “Resonant Ultrasound Spectroscopic Techniques for Measurement of the Elastic Moduli of Solids”, Physica B, 183, 1–24.

Mikhailov F. A., Başaran E., Mammadov T. G., Seyidov M. Y., Şentürk E., (2003), “Dielectric susceptibility behaviour in the incommensurate phase of TlInS_2 ”, Physica B:Condensed Matter, 334 (1–2), 13–20.

Müller D., Hahn H., (1978), “Untersuchungen über ternäre Chalkogenide. XXIV. Zur Struktur des TlGaSe_2 ”, ZAAC - Journal of Inorganic and General Chemistry, 438 (1), 258–272.

Nye J. F., (1985), “Physical properties of crystals:their representation by tensors and matrices”, 2nd Edition, Oxford University Press.

Odrinskii A. P., (2014), “Photo-induced current transient spectroscopy of the ferroelectric-semiconductor TlGaSe_2 ”, Physics of the Solid State, 56 (2), 335–340.

Odrinskii A. P., Mammadov T. G., Seyidov M. H. Y., Alieva V. B., (2014), “Photoelectric activity of structural defects of a single crystal of the ferroelectric-semiconductor TlInS_2 : La”, Physics of the Solid State, 56 (8), 1605–1609.

Özdemir S., Süleymanov R. A., Civan E., Firat T., (1996), “Thermally stimulated current in layered semiconductor TlInS_2 with incommensurate phase”, Solid State Communications, 98 (5), 385-390.

Panich A. M., (2008), “Electronic properties and phase transitions in low-dimensional semiconductors”, Journal of Physics Condensed Matter, 20 (29), 293202 (42pp).

Panich A. M., Kashida S., (2008), “Single-crystal NMR for the layered semiconductor TlGaSe_2 ”, *Journal of Physics Condensed Matter*, 20 (39), 395211 (8pp).

Papadakis E. P., (1966), “Ultrasonic Diffraction Loss and Phase Change in Anisotropic Materials”, *The Journal of the Acoustical Society of America*, 40 (4), 863–876.

Papadakis E. P., (1967), “Ultrasonic Phase Velocity by the Pulse-Echo-Overlap Method Incorporating Diffraction Phase Corrections”, *The Journal of the Acoustical Society of America*, 42 (5), 1045–1051.

Papadakis E. P., (1972), “Absolute Accuracy of the Pulse-Echo Overlap Method and the Pulse-Superposition Method for Ultrasonic Velocity”, *The Journal of the Acoustical Society of America*, 52 (3), 843–846.

Suleymanov R. A., Seyidov M. H., F. M. S., (1990), “Elastic Properties of TlInS_2 and TlGaSe_2 layer”, *Physics of the Solid State*, 33, (6), 1797-1800

Royer D., Dieulesaint E., (2000), “Elastic waves in solids”, 1st Edition, Springer.

Scott J. F., (1983), “Acoustic-phonon dispersion at incommensurate phase transitions”, *Ferroelectrics*, 47 (1), 33–56.

Seyidov M. H. Y., Suleymanov R. A., Babaev S. S., Mammadov T. G., Nadjafov A. I., Sharifov G. M., (2009), “Photodielectric effect in TlInS_2 activated by the La impurity”, *Physics of the Solid State*, 51 (2), 264–269.

Seyidov M. H. Y., Suleymanov R. A., Salehli F., Babayev S. S., Mammadov T. G., Nadjafov A. I., Sharifov G. M., (2009), “Unusual memory effects in an incommensurate phase of the TlInS_2 ferroelectric semiconductor”, *Physics of the Solid State*, 51 (3), 568–576.

Seyidov M. H. Yu., (1995), “Experimental and Theoretical Studies on Phase Transitions in TlInS_2 and TlGaSe_2 Layered Crystals”, Doctoral Thesis, Institute of Physics, Academy of Sciences of Azarbaidhjan.

Seyidov M. H. Yu., Mikailzade F. A., Suleymanov R. A., Aliyeva V. B., Mammadov T. G., Sharifov G. M., (2017), “Polarization switching in undoped and La-doped TlInS_2 ferroelectric-semiconductors”, *Physica B: Condensed Matter*, 526, 45–53.

Seyidov M. H. Yu., Suleymanov R. A., Odrinsky A. P., Nadjafov A. I., Mammadov T. G., Samadli E. G., (2011), “Photoinduced Current Transient Spectroscopy of TlInS_2 Layered Crystals Doped with Er, B, and Tb Impurities”, *Japanese Journal of Applied Physics*, 50 (5), 05FC08.

Seyidov M. H. Yu., Suleymanov R. A., Salehli F., (2009), “Effect of the negative chemical pressure on the temperatures of phase transitions in the TlInS_2 layered crystal”, *Physics of the Solid State*, 51 (2513).

Seyidov M. Yu., Suleymanov R. A., (2010), “Negative thermal expansion due to negative area compressibility in TlGaSe₂ semiconductor with layered crystalline structure”, Journal of Applied Physics, 108 (6), 063540.

Seyidov M. Yu., Suleymanov R. A., Mikailzade F. A., Kargin E. O., Odrinsky A. P., (2015), “Characterization of deep level defects and thermally stimulated depolarization phenomena in La-doped TlInS₂ layered semiconductor”, Journal of Applied Physics, 117 (22), 224104.

Seyidov M. H. Yu., Suleymanov R. A., Odrinsky A. P., Kirbaş C., (2016), “Effect of deep native defects on ultrasound propagation in TlInS₂ layered crystal”, Physica B: Condensed Matter, 497, 86–92.

Seyidov M. Yu., Suleymanov R. A., Yakar E., (2009), “Thermal expansion and memory effect in the ferroelectric-semiconductor TlGaSe₂”, Journal of Applied Physics, 106 (2), 023532.

Seyidov M. Yu., Suleymanov R. A., Yakar E., Ahin Y., Akgöz M., (2011), “Memory effect and new polarized state in the incommensurate phase of TlGaSe₂ ferroelectric - Semiconductor”, Journal of Applied Physics, 110 (1), 013529.

Skumiel A., Kaczmarek M., (1993), “Continuous wave methods applied in determining the velocity of fast ultrasonic waves in saturated porous media”, Measurement Science and Technology, 4 (12), 1440–1445.

Stavola M., (1999), “Identification of Defects in Semiconductors”, 1st Edition, Academic Press.

Strukov B. A., Levanyuk A. P., (1998), “Ferroelectric Phenomena in Crystals”, 1st Edition, Springer.

Tilley R. J. D., (2008), “Defects in Solids”, 1st Edition, John Wiley & Sons.

Truell R., Elbaum C., Chick B. B., (1969), “Ultrasonic Methods in Solid State Physics”, 1st Edition, Academic Press.

Vakhrushev S. B., Zhdanova V. V., Kvyatkovskii B. E., Okuneva N. M., Allakhverdiev K. R., Aliev R. A., Sardarly R. M., (1984), “Incommensurate phase transition in a TlInS₂ crystal”, Letters to Journal of Theoretical and Experimental Physics, 30 (6), 291-293.

Volkov A. A., Kozlov G. V., Pimenov A. G., Sinitski A. V., (1992), “Dielectric function of solids and order-disorder problem” Ferroelectrics 126 (1), 157-162.

Walter G. M., Hidemann E. A., (1956), “Optical Methods for the Ultrasonic Determination of the Elastic Constants of Sapphire”, 72 (1948), 756–760.

Web 1, (2012), <https://www.olympus-ims.com/en/ultrasonic-transducers/contact-transducers>, (Erişim Tarihi: 22.02.2020)

Yakar E., (2012), “TlGaSe₂ Katmanlı Kristalinin Negatif Isıl Genleşmesinin Dış Etkiler Altında İncelenmesi”, Doktora Tezi, Gebze Teknik Üniversitesi.



ÖZGEÇMİŞ

Cafer KIRBAŞ 1969 yılında Ankara’da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Ankara’da tamamladı. 1996 yılında Orta Doğu Teknik Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünden mezun oldu. 1999 yılında Orta Doğu Teknik Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünden yüksek lisansını tamamladı. 1996 yılından beri TÜBİTAK UME Akustistik Laboratuvarında Araştırmacı olarak çalışmaktadır. Çalışma konuları; akustik metrolojisi üzerine kalibrasyonlar ve deneyler, akustik gaz termometrisi, yerçekimi ivmesi ölçümleri, ferroelektrik yarıiletkenlerin doğal kusurlarının akustik yöntemle incelenmesi üzerine araştırmalardır. Ulusal ve uluslararası çok sayıda projede yürütücü ve araştırmacı olarak görev almıştır. Ulusal ve uluslararası dergilerde ve bilimsel konferanslarda yayınlanmış 40’ın üzerinde bildiri ve makaleleri bulunmaktadır. 2008 yılından beri Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilimdalında Doktora öğrenimini sürdürmektedir.

EKLER

EK-A : Tez Çalışması Kapsamında Yapılan Yayınlar

Seyidov Mirhasan Yu., Suleymanov R. A., Odrinsky A. P., Kirbaş C., (2016), “Effect of deep native defects on ultrasound propagation in TlInS₂ layered crystal”, Physica B:Condensed Matter, 497, 86-92.

Kirbaş C., Chumakov Yurii M., Seyidov M. Y., (2018), “Manifestation of the memory effect in elastic properties of TlInS₂ ferroelectric - semiconductor detected by ultrasonic measurements”, 9th International Conference on Materials Science and Condensed Matter Physics, Chişinău, Moldova, 25-28 September.

Kirbaş C., Seyidov M. Y., (2019), “Influence of native structural defects activated by illumination and under the memory effect conditions on ultrasonic wave propagation in TlInS₂ ferroelectric-semiconductor with incommensurate phase” , Materials Research Express, 6 (8), 085914