

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Birsen KESİK

**ELEKTRON SIKLOTRON REZONANS MİKRODALGA PLAZMA (ECR-
MP) SİSTEMİ İLE YARIİLETKEN KARBON BİLEŞİKLERİNİN
ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

FİZİK ANABİLİM DALI

ADANA, 2011

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ELEKTRON SİKLOTRON REZONANS MİKRODALGA PLAZMA (ECR-
MP) SİSTEMİ İLE YARIİLETKEN KARBON BİLEŞİKLERİNİN
ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

Birsen KESİK

YÜKSEK LİSANS TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

Bu Tez .../.../2011 Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından
Oybirliği/Oyçokluğu ile Kabul Edilmiştir.

.....
Prof. Dr. Ramazan ESEN
DANIŞMAN

.....
Prof. Dr. Seyhan TÜKEL
ÜYE

.....
Yrd. Doç. Dr. M. Zeki KURT
ÜYE

Bu Tez Enstitümüz Fizik Anabilim Dalında hazırlanmıştır.
Kod No:

Prof. Dr. İlhami YEĞİNGİL
Enstitü Müdürü

Bu Çalışma Ç. Ü. Araştırma Projeleri Birimi Tarafından Desteklenmiştir.
Proje No: FEF2010YL31

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ELEKTRON SİKLOTRON REZONANS MİKRODALGA PLAZMA (ELECTRON CYCLOTRON RESONANCE MICROWAVE PLASMA, ECR- MP) SİSTEMİ İLE YARIİLETKEN KARBON BİLEŞİKLERİNİN ÜRETİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Birsen KESİK

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

Danışman : Prof. Dr. Ramazan ESEN

Yıl : 2011, Sayfa: 81

Jüri : Prof. Dr. Ramazan ESEN

: Prof. Dr. Seyhan TÜKEL

: Yrd. Doç. Dr. M. Zeki KURT

Bu çalışmada, Karbon bazlı yarıiletken ince filmler cam ve silisyum alttabanlar üzerine Elektron Siklotron Rezonans Mikrodalga Plazma (ECR-MP) yöntemi ile depolandı. Plazma oluşumu için metan (CH₄) gazı kullanıldı. Filmlerin optiksel, elektriksel, yapısal ve yüzey özellikleri belirlendi. Ek olarak, üretilen filmler üzerindeki tavlama etkisi araştırıldı. Tavlama sıcaklığı arttırılarak, elde edilen ince fimlerin optik özelliklerinin değişimine bakıldı. Her bir tavlama işleminden sonra Perkin-Elmer UV/VIS Lamda 2S (190-1100 nm) spektrofotometresi kullanılarak dalga boyu-geçirgenlik grafikleri çizildi. Geçirgenlik ve soğurma verileri ile soğurma kenarı, enerji bant aralığı gibi optik parametreleri hesaplandı. Elde edilen ince filmlerin yasak bant aralığının yaklaşık olarak 4.2 eV civarında olduğu saptandı ve tavlama ile birlikte yasak enerji aralığının azaldığı gözlemlendi. Ayrıca, üretilen karbon ince filmlerin yapısal özellikleri X-ışınları kırınımı (XRD) yöntemi, moleküler yapısı infrared (IR) spektrofotometresi ile yüzey morfolojisi ise Atomik Kuvvet Mikroskobu kullanılarak belirlendi.

Anahtar kelimeler: ECR-MP, CH₄, Karbon, Plazma

ABSTRACT

MSc THESIS

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF CARBON BASED THIN FILMS PRODUCED BY ECR-MP PLASMA SYSTEM

Birsen KESİK

**ÇUKUROVA UNIVERSITY
INSTITUTE OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES
DEPARTMENT OF PHYSIC**

Supervisor : Prof. Dr. Ramazan ESEN

Year : 2011, Pages: 81

Jury : Prof. Dr. Ramazan ESEN

: Prof. Dr. Seyhan TÜKEL

: Asst.Prof. Dr. M. Zeki KURT

In this work, Carbon semiconductor thin films were deposited with Electron Cyclotron Resonance-Microwave Plasma System (ECR-MP) on glass and silicon substrates. Electrical, optical, structural properties of the carbon semiconductor thin films were investigated. The Metan (CH_4) gas were used for producing plasma. The carbon semiconductor thin films were annealed at 200, 300, 400°C in nitrogen ambient. The annealing related changes of the optical parameters such as absorption, energy band gap, extinction coefficients have been determined. The optical properties of the films were obtained by a double beam computer controlled spectrophotometer (Perkin Elmer Lambda 2S) in the UV/VIS/NIR regions. Using the optical measurement results of the carbon films, energy band gap values were found to be 4.2 eV and found to decrease with annealing. X-ray diffraction technique was used to determine the structural parameters, the existent phases and the orientation of the carbon semiconductor thin films. The molecular structure of the films are determined by Infrared Spectrometer and the surface morphology of the films were studied by Atomic Force Microscopy.

Key words: ECR-MP, CH_4 , Carbon, Plasma

TEŞEKKÜR

Tez çalışmamda gerekli zemini hazırlayan bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım, hiçbir konuda desteğini ve hoşgörüsünü esirgemeyen, her aşamada bana yol gösteren tez danışmanım değerli hocam Prof. Dr. Ramazan ESEN' e sonsuz teşekkür ve saygılarımı sunarım. Bu süreç sırasında yardımlarını esirgemeyen sayın hocam Prof. Dr. Hamide Kavak' a teşekkürü bir borç bilirim.

Çalışmam süresince hiçbir zaman sorularımı yanıtsız bırakmayan ve her konuda yardımlarını gördüğüm Necdet Hakan Erdoğan'a çok teşekkür ederim. Her zaman ve her konuda sürekli yanımda olduğunu bana hissettiren, çalışmam süresince bana destek ve yardımcı olan sevgili arkadaşım Kamuran Kara' ya sonsuz teşekkür ederim. Ayrıca çalışmalarımın en yoğun ve stresli döneminde desteğini ve yardımlarını esirgemeyen sevgili ve değerli hocam Doç. Dr. Ebru Şenadım Tüzemen' e teşekkürü bir borç bilirim.

Her zaman anne gibi yanımda olup, tüm sıkıntılara ortak olan ve manevi desteğini hiçbir şekilde esirgemeyen Uzman Güzide Ünlü' ye sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Bu stresli dönemde bana anlayış gösteren, yanımda olan ve yardımlarını esirgemeyen sevgili arkadaşlarım Ali Çetinkaya' ya, Gülay Altındemir' e Elif Gören'e, Arş. Gör. Gönül Akça'ya ve uzakta olmasına rağmen yardımlarını hiç esirgemeyen arkadaşım Doğan Kaya'ya çok teşekkür ederim. Ayrıca plazma grubundaki tüm arkadaşlarıma teşekkürlerimi sunarım.

Beni bugüne kadar getiren, her zaman yanımda olan, maddi ve manevi konuda desteğini esirgemeyen annem Ayşe Kesik'e, babam Mahir Kesik'e ve biricik abim Bahtiyar Kesik'e sonsuz sevgi, saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

SAYFA

ÖZ	I
ABSTRACT	II
TEŞEKKÜR	III
İÇİNDEKİLER.....	IV
TABLolar DİZİNİ.....	VI
ŞEKİLLER DİZİNİ	VIII
SEMBOLLER	XII
1. GİRİŞ	1
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	3
3. MATERYAL VE METOD	9
3.1. Karbon Bazlı Materyaller	9
3.1.1. Elmas.....	11
3.1.2. Grafit	11
3.1.3. Fullerenler	12
3.1.4. Tek Katmanlı Nanotüpler.....	12
3.1.5. Elmas Benzeri Karbon (DLC)	14
3.2. Karbon Film Üretim Teknikleri	17
3.2.1. Fiziksel Buhar Depolama İle İnce Film Üretimi	18
3.2.2. Kimyasal Buhar Depolama İle İnce Film Üretimi.....	19
3.2.2.1. PECVD (Plazma Destekli Kimyasal Buhar Depolama, Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) Sistemi İle Üretim	19
3.2.3. Fiziksel ve Kimyasal Buhar Depolama İle Üretim.....	20
3.2.3.1. Katodik Vakum Ark Yöntemi	20
3.2.3.2. Magnetron Söktürme	20
3.2.3.3. Karbon İnce Film Üretiminde Kullanılan ECRP-MP Sisteminin Yapısı ve Sistemi Oluşturan Elemanlar	21
3.2.3.3.(1). Reaksiyon Odacığı.....	23
3.2.3.3.(2). Atom/İyon Hibrid Kaynağı	24
3.2.3.3.(3). Gaz Akış Basınç Kontrol Sistemi.....	25

3.2.3.3.(4). Turbo Moleküler Pompa Sistemi	26
3.2.3.3.(5). Soğutma Sistemi.....	27
3.2.3.3.(6). Metan Tüpü	28
3.2.3.4. Karbon Bazlı Yarıiletken İnce Filmlerin Üretilmesi	28
3.3. Film Karakterizasyonu	29
3.3.1. XRD Analizi	29
3.3.2. Atomik Kuvvet Mikroskobu.....	31
3.3.3. Filmlerin Optik Özelliklerinin Belirlenmesi	35
3.3.3.1. Soğurma Katsayısının Hesaplanması	36
3.3.3.2. Yasak Enerji Aralığının Bulunması.....	40
3.3.3.3. Film Kalınlığının Belirlenmesi	41
3.3.4. Hall Analizi	42
3.3.4.1. Hall Etkisi Olayı.....	42
3.3.4.2. Örnek Geometrisi	42
3.3.4.3. Direnç Ölçümleri İçin Tanımlar	43
3.3.4.4. Hall Ölçümü İçin Tanımlar	44
3.3.4.5. Hall Etkisi Ölçüm Sistemi ve Ölçme Tekniği.....	44
4. ARAŞTIRMA VE BULGULAR	47
4.1. Karbon Bazlı İnce Filmlerin X-ışını Çalışmaları.....	47
4.2. Karbon Bazlı İnce Filmlerin Morfolojik Özellikleri	51
4.3. ECR-MP Yöntemi İle Elde Edilen Karbon Bazlı İnce Filmlerin Optik Özellikleri	52
4.4. ECR-MP Yöntemi İle Elde Edilen Karbon Bazlı İnce Filmlerin Elektriksel Özellikleri	68
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	71
KAYNAKLAR.....	75
ÖZGEÇMİŞ	81

TABLolar DİZİNİ**SAYFA**

Tablo 3.1.	Karbondan meydana gelebilen izomerler ile boyutları ve bazı fiziksel özellikleri.....	14
Tablo 3.2.	Karbon malzemelerin özellikleri.....	15
Tablo 3.3.	Elmas, Grafit ve DLC malzemelerin özellikleri	17
Tablo 4.1.	XRD analiz sonuçlarının değerlendirilmesi.....	48
Tablo 4.2.	XRD analiz sonuçlarının değerlendirilmesi.....	49
Tablo 4.3.	1×10^{-4} Torr basınçta farklı güçlerde 1 saat süre ile elde edilen ince filmlerin enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinliği	55
Tablo 4.4.	8×10^{-5} Torr basınçta farklı güçlerde 1 saat süre ile elde edilen ince filmlerin enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinliği	58
Tablo 4.5.	1×10^{-4} Torr basınçta farklı güçlerde 1.5 saat süre ile elde edilen ince filmlerin yasak enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinliği	60
Tablo 4.6.	8×10^{-5} Torr basınçta farklı güçlerde 1.5 saat süre ile elde edilen ince filmlerin enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinliği	62
Tablo 4.7.	1×10^{-4} Torr basınçta, 100 W güçte aynı basınçta farklı sürelerde elde edilen ince filmlerin enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinliği.....	64
Tablo 4.8.	Farklı basınç ve güç oranlarında elde edilen karbon filmlerin iletkenlik ölçümleri.....	69

ŞEKİLLER DİZİNİ

SAYFA

Şekil 3.1. Karbonun sekiz allotropu.....	10
Şekil 3.2. Elmas yapısı.....	11
Şekil 3.3. Grafit yapısı	11
Şekil 3.4. Fulleren molekülünün yapısı	12
Şekil 3.5. Tek katmanlı karbon nanotüp	12
Şekil 3.6. (a) Grafit (sp^2), (b) Elmas (sp^3) bağları	13
Şekil 3.7. PEVCVD kaplama sistemine bir örnek şema	19
Şekil 3.8. ECR-MP sisteminin şematik gösterimi	22
Şekil 3.9. Reaksiyon odacığı	23
Şekil 3.10. Plazma tabancası	23
Şekil 3.11. Vakum odacığının iç kısmı	24
Şekil 3.12. Atom/İyon Hibrid kaynağı.....	24
Şekil 3.13. Gaz Akış-Basınç Kontrol Sistemi	25
Şekil 3.14. Gaz vanası.....	26
Şekil 3.15. Turbomoleküler pompa sistem	26
Şekil 3.16. Soğutma sistemi	27
Şekil 3.17. Film Üretiminde Kullanılan CH_4 Tüpü	28
Şekil 3.18. XRD (X Ray Diffraction, X ışınları Kırınımı) cihazı	31
Şekil 3.19. AFM (Atomik kuvvet mikroskop) sistemi ve denge çubuğunu şematik görünüşü	32
Şekil 3.20. Uç-numune yüzeyi arasındaki van der Waals kuvvetinin mesafe ile değişimi	33
Şekil 3.21. AFM cihazı ve yüzey morfolojisi şekilleri	34
Şekil 3.22. Perkin-Elmer UV/VIS Lambda 2S Spektrometresi	35
Şekil 3.23. İnce bir tabakadaki soğurma	38
Şekil 3.24. İnce bir filmde çok yansımali ışık geçirimi	39
Şekil 3.25. Amorf bir yarıiletkenin soğurma katsayısının enerji ile değişimi.....	41
Şekil 3.26. Hall ölçümünde kullanılan örnek geometrileri	43
Şekil 3.27. Hall ölçüm sistemi.....	45

Şekil 4.1.	1×10^{-4} Torr basınçta, 125W güçte 1saat süre ile silisyum alttaban üzerine depolanan filmin X-ışını kırınım deseni.....	47
Şekil 4.2.	1×10^{-4} Torr basınçta, 100W güçte 6saat süre ile silisyum alttaban üzerine depolanan tavllanmış filmin X-ışını kırınım deseni.....	48
Şekil 4.3.	1.5×10^{-4} Torr basınçta, 125W güçte 40 dakikada cam üzerine depolanan karbon bazlı filmin X-ışını kırınım deseni.....	50
Şekil 4.4.	1.8×10^{-4} Torr basınçta, 100W gücünde 1 saat süre ile cam üzerine depolanan karbon bazlı filmin X-ışını kırınım deseni.....	51
Şekil 4.5.	1×10^{-4} Torr basınçta, 100 W güçte, 1 saat süre ile cam alttaban üzerine depolanan filmin AFM görüntüsü	52
Şekil 4.6.	1×10^{-4} Torr basınçta, 75W, 100 W ve 125 W güçlerinde 1 saat süre ile elde edilen filmlerin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği	53
Şekil 4.7.	Farklı güç değerlerinde ve 1×10^{-4} Torr basınçta 1 saat süre ile elde edilen filmlerin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi.....	54
Şekil 4.8.	8×10^{-5} Torr basınçta, 75 W 100 W ve 125 W güçlerinde 1 saat süre ile elde edilen filmlerin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği	56
Şekil 4.9.	8×10^{-5} Torr basınçta 75 W, 100 W ve 125 W güçlerinde 1 saat süre ile elde edilen filmlerin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi	57
Şekil 4.10.	1×10^{-4} Torr basınçta, 100 Wve 125 W güçlerinde 1.5 saat süre ile elde edilen filmlerin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği	59
Şekil 4.11.	1×10^{-4} Torr basınçta, 100W ve 125W güçlerinde 1.5 saat süre ile elde edilen filmlerin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi	60
Şekil 4.12.	8×10^{-5} Torr basınçta, 75W ve 100W güçlerinde 1.5 saat süre ile elde edilen filmlerin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği	61
Şekil 4.13.	8×10^{-5} Torr basınçta, 75W ve 100W güçlerinde 1.5 saat süre ile elde edilen filmlerin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi.....	62

Şekil 4.14. 1×10^{-4} Torr basıncında ve 100 W güçte farklı depolama sürelerinde cam alttaban üzerine depolanan filmlerin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği.....	63
Şekil 4.15. 1×10^{-4} Torr basınçta, 100W güçte farklı sürelerde elde edilen filmlerin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi.....	64
Şekil 4.16. 2×10^{-4} Torr basınçta, 100 Watt güçte ve 6 saat süre ile elde edilen C8 filminin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği	65
Şekil 4.17. 2×10^{-4} Torr basınçta, 100 Watt güçte ve 6 saat süre ile elde edilen C8 filminin dalga boyuna bağlı soğurma eğrileri.....	66
Şekil 4.18. 2×10^{-4} Torr basınçta, 100 Watt güçte ve 6 saat süre ile elde edilen C8 filminin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi	67
Şekil 4.19. Hall ölçüm sistemi.....	68
Şekil 4.20. Karbon bazlı film üzerindeki In omik kontaklarının I-V karakteristikleri	69

SEMBOLLER

DLC	: Diamond like carbon - elmas benzeri karbon
PECVD	: Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition-Plazma Destekli Kimyasal Buhar Depolama,
ECR-MP	: Electron Cyclotron Resonance Microwave Plasma System
XRD	: X-Ray Diffraction-X-Işını Kırınımı
AFM	: Atomic Force Microscopy-Atomik Kuvvet Mikroskobu
UV	: Ultra Violet
RF	: Radyo Frekansı
AC	: Alternatif Akım
DC	: Doğru Akım
MW	: Micro Wave-Mikro Dalga
SWP	: Surface Wave Plasma- Yüzey Dalga Plazma
CVD	: Chemical Vapor Deposition- Kimyasal Buhar Depolama
XPS	: X-rays Photoelectron Spectroscopy-X ışınları fotoelektron spektroskopisi
SE	: Spectroscopic Ellipsometry
SEM	: Elektron Tarama Mikroskopisi
XRR	: X Işını Yansıması
FTPME	: Infrared fourier transform phase-modulated ellipsometry- Kızılötesi Fourier dönüşüm faz-modüllü elipsometre
CV	: Capacitance–voltage- kapasitans-voltaj
RBS	: Rutherford backscattering spectrometry-Rutherford geri saçılım spektroskopisi
CD	: Crystalline diamond-kristal elması
CNT	: Carbon nanotube-Karbon nanotüp

1. GİRİŞ

Karbon bazlı malzemeler yüksek derecede kararlılık, mekanik dayanıklılık, düşük ısıl genleşme katsayısı, kimyasal reaksiyona girmeme, aşınmaya dayanıklı, düşük sürtünme katsayısı, oda sıcaklığında yüksek ısıl iletkenlik, UV den IR'ye kadar geniş optik geçirgenlik, düşük sıkıştırılma, biyolojik uyumluluk özelliklerinden dolayı çok yaygın kullanım alanlarına sahiptir. Zehirli bir materyal değildir, ucuzdur ve doğada bol miktarda bulunmaktadır. Karbon filmler, fotovoltaiik güneş pilleri başta olmak üzere birçok elektro-optik aygıt uygulamaları için çekici bir malzeme olarak bilinmektedir. Bu sebeplerden dolayı, karbon filmlerin hem bilimsel hem de teknolojik önemi ön plana çıkmaktadır.

Elmas benzeri karbon ince filmler oldukça ilgi uyandıran kimyasal, ısısal, biyolojik, mekanik ve elektriksel özellikler sayesinde son yirmi yıldır birçok araştırmaya konu olmuşlardır. Günümüzde, DLC (Elmas Benzeri Karbon) kaplamaların, elmasa yakın yüksek sertlik, yüksek aşınma direnci, kızılötesi geçirgenlik, düşük sürtünme, kimyasal inertlik, düşük ısısal genleşme, yüksek ısısal iletkenlik ve yüksek elektriksel direnç gibi olağan üstü özelliklere sahip olduğu literatürde yer almaktadır.

1971 yılında, karbon ince filmler ile ilgili yapılan ilk araştırmalardan biri Aisenberg ve Chabot çalışması idi. Oda sıcaklığındaki malzemelere uygulanabilen bir iyon saçırma tekniği geliştirmişlerdir ve bu tekniği yalıtkan karbon ince filmlerin depolanmasında kullanmışlardır. Onların depoladıkları karbon ince filmler, elektriksel olarak yalıtkan, yüksek optik geçirgenliğe sahip, kırılma indisi 2.0'dan büyük, uzun süreli hidroflorik asit uygulamasına dayanıklı, sert tabakalardır. Ayrıca x-ray difraksiyonu ile ortaya konan elmasa yakın kafes sabiti ve 8-14 arasında bir değere sahip olan dielektrik sabiti ile elmas benzeri özelliklere sahip olduğunu ortaya koymuşlardır.

DLC ve H-DLC filmlerinin sahip olduğu özelliklere bağlı olarak uygulama alanları genişlemektedir. Sonuç olarak elmas benzeri karbon filmlerinin sahip olduğu özellikler aşağıdaki şekilde özetlenebilir:

- (i) geçirgenlik;
- (ii) elektriksel yalıtkanlık;
- (iii) ısısal iletkenlik;
- (iv) asit baz ve çözeltilere karşı kimyasal direnç;
- (v) sertlik;
- (vi) taban malzemeye iyi yapışma;
- (vii) pürüzsüz yüzey;
- (viii) yüksek aşınma direnci;
- (ix) düşük sürtünme katsayısı;
- (x) biriktirme sırasında düşük (oda sıcaklığı) sıcaklık.

Karbon ince filmler magnetron söktürme, kimyasal buhar depolama, katodik plazma ark ile depolama gibi çeşitli yöntemlerle üretilebilmektedir. Bu çalışmada karbon bileşikleri Elektron Siklotron Mikrodalga Plazma (ECR-MP) depolama yöntemi kullanılarak üretildi. Filmlerin optiksel, yapısal, elektriksel, ve yüzey özellikleri belirlendi. Optik özellikleri incelenerek optik bant aralığının 4.2 eV olduğu belirlenmiştir ve tavlama sıcaklığı arttırıldıkça optik bant aralığı azalmıştır. Elektriksel özellikleri araştırılan karbon bazlı ince filmler n tipi ve yüksek dirence sahiptir. Cam üzerine depolanan ince filmler amorf yapıya sahiptir. Karbon film tabakası yüzeye düzgün şekilde kaplanmıştır.

2.ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, Elektron Siklotron Rezonans (Electron Cyclotron Resonance, ECR-CVD) yöntemi kullanılarak depolanan elmas benzeri karbon (Diamond Like Carbon, DLC) ince filmlerin özellikleri incelenmiştir. Bununla birlikte CH₄ plazma parametrelerinin film depolama üzerindeki etkileri de araştırılmıştır. Depolanma, malzemeye gelen iyonların katkılanmasıyla yapılmıştır. Katkılanan iyonlar ve radikallerdir. Malzemenin içine nüfuz eden iyonlarla elde edilen ince filmler ve aynı akı yoğunluğuna sahip olan 16 eV/Å enerjili radikallerin transferi ile elde edilen filmlerin yüksek nitelikli olduğu saptanmıştır. (H.Inaba ve ar. 2002)

Bu çalışmada azot katkılı amorf karbon ince filmler Mikrodalga (Micro Wave, MW), Yüzey Dalga Plazma (Surface Wave Plasma, SWP) ve kimyasal buhar depolama (Chemical Vapor Deposition, CVD) yöntemi kullanılarak kuvars alt tabanlar ve ısıya dayanıklı esnek poli tetra floro eten plastik yüzeyler üzerinde depolanmıştır. Azot katkılı amorf karbon ince filmlerin n tipi iletkenliğinin fotovoltaiik özellikleri belirlenmiştir. CVD odasında farklı gaz bileşim basınçları ile birçok ince film üretilmiştir. Gaz bileşim basıncı 50 Pa'dan 90 Pa'ya arasında değişmektedir. Üretimde karbon plazma kaynağı olarak metan, katkı olarak azot, taşıyıcı gaz olarak argon kullanılmıştır. X ışınları fotoelektron spektroskopisi (X-rays Photoelectron Spectroscopy, XPS) ölçümlerine göre plastik yüzeylerde depolanan ince filmlerdeki azot katkısının kuvars yüzeylerde depolanan ince filmlerdeki azot katkısından daha yüksek olduğu anlaşılmıştır. Optiksel ölçümlere göre plastik yüzeylerde depolanan ince filmlerin optik bant aralığı aynı parametreler kullanılarak kuvars alt tabanlar üzerine depolanan ince filmlerdeki optik bant aralığından daha düşük olduğu belirlenmiştir. Sıcaklığa bağlı iletkenlik ve fotoyanıt ölçümleri plastik yüzeylerdeki filmlerin elektriksel iletkenliğinin daha yüksek olduğunu gösterir. Deneysel sonuçlar, esnek plastik yüzeylerde depolanan amorf karbon ince filmlerin fotovoltaiik uygulamalar için kullanılabilir olduğunu göstermektedir. (Ashraf M.M. Omer, 2005)

Bu çalışmada ECR-CVD yöntemiyle elmas benzeri karbon ince filmler silisyum alt tabanlar üzerine depolanmıştır. Farklı RF (radyo frekansı) gücü

uygulanmış ayrıca 60V ve 150V arasında değişen DC besleme etkisi altında, metan ve argon gazlarının plazması kullanılarak ince filmler üretilmiştir. Depolanan ince filmlerin, XPS, SE (Spectroscopic Elipsometry), AFM (Atomik Kuvvet Mikroskopi), sertlik ve elastik genlik belirleme tekniği, Raman Spektroskopisi, SEM (Elektron Tarama Mikroskopisi) ve temas açısı ölçümü gibi farklı analiz yöntemleriyle ölçümleri yapılmıştır. Bu sonuçlar, 100V’ da depolanan ince film ile 60V ve 150V arasındaki diğer besleme voltajlarında depolanan ince filmlerle karşılaştırıldığında sp^3/sp^2 karbon bağlarının ve kırılma indislerinin (2.26-2.17) daha yüksek değerde olduğu, 400-1200 nm arsında geniş tayfa sahip olduğu, 0.8nm’de daha düşük sertliğe ve ince filmlerin daha fazla değme açısına (80°) sahip olduğu belirlenmiştir (R.M. Dey ve ark, 2008).

Bu çalışmada DLC ince filmler RF (13.56MHz) magnetron söktürme tekniği kullanılarak silisyum ve paslanmaz çelik alt tabanlar üzerine depolanmışlardır. İnce film depolama sürecinde karbon hedef (%99.99) ve argon-metan gaz karışımları kullanılmıştır. Plazmadaki kimyasal türlerin tayini, depolanma sırasında plazma ateşinin optiksel yayınım spektrumuna bakılarak yapılmıştır. İnce filmlerin Raman Spektrumuna bakılmış ve kızılötesi spektrometresi ile yansıma, soğurma, geçirme gibi özellikleri analiz edilmiştir. Depolanan ince filmlerin yüzey morfolojisi SEM ile belirlenmiştir. Elmas ve grafit piklerinin (I_D/I_G) Raman yoğunluğu, gaz karışımındaki metan (CH_4) yüzdesine bağlıdır. Optiksel yayınım spektrumu atomik hidrojen (H_α , H_β , H_γ) piklerine ek olarak yayınım spektrumunda baskın olarak nötral CH türelerine ait pikler ve elmas benzeri filmlerdeki prekürsör (öncül) türlerinin varlığından kaynaklı CH ile ilişkili pikler gözlenmiştir. Kızılötesi spektroskopisi ile yapılan geçirgenlik analizinde 2870 ve 2960 cm^{-1} ’de sp^3 CH_2 simetrik ve asimetrik pikler gözlenmiştir. Bu pikler aynı zamanda yüksek CH_4 konsantrasyonlarında depolanan elmas ve elmas benzeri filmlerde gözlenmiştir (N.A. Sanchez ve ark, 2000).

Bu çalışmada hidrojen ve metan gaz karışımları kullanılarak yeni bir Atmalı DC Plazma Boşalma kimyasal Buhar Depolama yöntemiyle, DLC filmler depolanmıştır. Metan konsantrasyonu (C_m) $CH_4/(H_2+CH_4)$ %3’den %40’a arttırıldığında, Raman spektrumuna bakılarak karbon filmlerin grafitizasyonunun arttığı söylenmektedir. C_m %30’a arttırıldığında, DLC ince filmler fotoiletken

özellik göstermiştir. İnce filmlerin beyaz ışıktaki fotoiletkenliği ($S=I_l/I_d$, I_l :ışık akımı, I_d :karanlık akım) oda sıcaklığında AM 1.5 koşulu altında güneş simülatörü ile ölçülmüştür. C_m %20'den daha düşük olduğunda ince filmlerin fotoiletkenlikleri belirlenememiştir. ESR ölçümleri, C_m azalırsa elektron spin yoğunluğunun da azaldığını göstermiştir. Sonuç olarak, ince filmlerin sp^2 içeriği, C_m %30 olduğunda arttığı anlaşılmıştır (S. Kawai ve ark, 2008)

Bu çalışmada hidrojenli amorf karbon ince filmlerin nanomekaniksel özellikleri nano çukur tekniği ile belirlenmiştir. Hidrojenli amorf karbon ince filmler ECR-MPCVD yöntemiyle silisyum alt tabanlar üzerine depolanmışlardır. Hidrojenli amorf karbon ince film üzerindeki negatif besleme etkisi Raman spektroskopisi ile incelenmiştir. Bu sonuçlar, besleme voltajını arttırarak ince filmlerin D pik yoğunluğunun G pik yoğunluğuna oranını (I_D/I_G) arttırdığını göstermiştir. Aynı zamanda bu sonuçlar besleme voltajının artmasıyla, Young modülünün ve sertlik derecesinin arttığını göstermiştir. Ek olarak, çukur derinliği arttıkça, hem Young modülü hem de sertlik derecesi azalmıştır (S.R. Jian ve ark, 2004)

Bu çalışmada hidrojenli amorf karbon (a-C:H) ince filmler ECR plazma reaktöründe asetilen gazının plazması kullanılarak depolanmıştır. İnce filmler RF ile indüklenen ve 80-300V beslemeli alt tabanlarda 0.2 mTorr vakum basıncında depolanmıştır. Seçilen ince filmlerin, örneğin optiksel bant aralığı, hidrojen bağı yapısı gibi özellikleri analiz edilmiştir. RF ile indüklenen ve yaklaşık 150-300 eV $C_2H_2^+$ iyon enerjilerine karşılık gelen 150 300V besleme voltajlarında ve yaklaşık $C_2H_2^+$ iyonundaki karbon başına 100 eV' a karşılık gelen 200V besleme voltajı uygulanan ince filmlerin içerisinde hidrojenin sabit kaldığı ve optiksel bant aralığı pikleri olduğu belirlenmiştir. Sonuç olarak bu sonuçlar, diğer araştırmacılar tarafından farklı depolama yöntemleri kullanarak yaptıkları deneylerle uyumlu olduğu anlaşılmıştır. Ayrıca bu çalışmada, alt taban akım yoğunluğu ve çıkan artık gazın kısmi basıncının analizi yapılmıştır (B.K. Kim ve ark, 2000).

Bu çalışmada, metalik magnetron söktürme yöntemi ve asetilen plazması ile kullanılarak ECR-MP boşalma yöntemi ile DLC ince filmler depolanmıştır. Negatif besleme voltajının etkileri ve çelik gibi yüksek hızdaki hidrojenli amorf karbon (a-C:H) depolamak için hidrokarbon akış oranı Raman Spektrumuyla ve onların

sertsizliği Rockwell yöntemiyle belirlenmiştir. Raman spektrumu farklı hidrokarbon akış oranlarında G çizgi pikinin değişimini ve genişliğini göstermektedir. DLC'nin I_D/I_G Raman yoğunluk oranı elde edilmiştir (J.F. Chang ve ark, 2002).

Bu çalışmada argon gazıyla seyreltilmiş metan kullanılarak ECR-CVD yöntemi ile oda sıcaklığında silisyum (111) alt tabanlar üzerine elmas benzeri karbon filmler depolanmıştır. Depolanma boyunca, DC besleme voltajı alt tabana RF gücü uygulanarak 25V-200V aralığında değiştirilmiştir. Alt taban besleme değerleri değiştirilerek depolanan ince filmlerin yoğunluğu XRR (X Işını Yansıması) analizi ile belirlenmiştir. Bu ölçümlerin sonuçları, Raman spektroskopisi ve UV' den alınan sonuçlarla ilişkilendirilmiştir. DLC ince filmler, düşük yoğunluklu üst yüzeyi, hacimsel yapısı ve alt taban ile filmin ara yüzü olmak üzere üç farklı katmana sahip bir yapı şeklinde modellendirilmiştir. Bu üç tabakalı modelde, filmlerin yoğunluğunu, kalınlığını, yüzey, ara yüzey ve ara tabaka pürüzlülüğünü hesaplamak için, XRR verileri kullanılmıştır. XRR ölçümlerinden elde edilen yüzey pürüzlülüğü AFM ölçümlerinin sonuçlarıyla ilişkilendirilmiştir (S.B. Singh ve ark, 2009).

ECR-MPCVD yöntemiyle farklı metan-hidrojen gaz karışımları altında silikon alt taban üzerine depolanan amorf hidrojenli karbon ince araştırılmıştır. Amorf hidrojenli karbon filmlerin, mikroyapısı, yüzey morfolojisi ve mekaniksel özellikleri, sırasıyla, Raman spektroskopisi, AFM ve nanoiz yöntemleri kullanılarak analiz edilmiştir. Bulgular, hidrojen içeriğinde bir artışın olduğunu, I_D/I_G oranının arttığını, fakat filmlerin yüzey pürüzlülüğünün azaldığını göstermiştir. Hidrojen katkısı arttıkça, hem sertliğin hem de Young modülünün arttığı belirlenmiştir. Ek olarak, temas stres-strain analizi yapılmıştır. Buradaki sonuçlar, kaynak gazında daha yüksek H_2 katkısı kullanılarak amorf hidrojenli karbon ince filmlerin mekaniksel özelliklerinin geliştirildiğini desteklemektedir (T.H. Fang ve ark, 2006).

İnce filmlerin titreşimsel ve yapısal özelliklerini araştırmak için Kızılötesi Fourier dönüşüm faz-modüllü elipsometre (Infrared fourier transform phase-modulated ellipsometry- FTPME) kullanılmıştır. Bu tekniğin performansını açıklamak için, kristal silikon üzerine plazmadan depolanan amorf hidrojenli karbon ince filmlerin farklı tiplerinin büyütülmesi sürecinde, yerinde (Ψ , Δ) ölçümleri elde edilmiştir. Filmlerin kırılma indisi ve kalınlığı, CH_n gerilme bölgesinde, (Ψ , Δ)

analizi kullanılarak belirlenmiştir. Bu titreşimsel aralık içinde, büyütme sürecinde oluşan bağların kimyasal doğasının tanımlanabileceği belirtilmiştir. a-C:H film özelliklerinde kritik öneme sahip olan iyon bombardımanı ve ara katman oluşumunun rolü zayıf plazma koşulları altında çalışılmıştır. C-H titreşimsel şiddet çalışmaları sayesinde, düşük iyon bombardımanında depolanan a:C-H (hidrojenli amorf karbon) için bir mikroyapı modeli verilebileceği belirtilmiştir (T. Heitz ve ark, 1998).

Bu çalışmada, karbon nitrür ince filmlerin termomekanik özellikleri araştırılmıştır. Termal genleşme katsayısı ve esneklik sabiti, azot konsantrasyonunun bir fonksiyonu olarak çalışılmıştır. % 0'dan başlayarak % 7'ye kadar değişen oranlarda azotun bileşiğe katılmasının bir sonucu olarak film yapısında büyük değişiklikler olduğu gözlenmiştir. Termal genleşme katsayısında yaklaşık olarak $2'$ den $9 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 'e kadar önemli bir artışın olduğu gözlenmiştir. Bu sonuçlar, sp^2 bölgelerinin konsantrasyonundaki ve cluster boyutundaki artışa bağlanmıştır (A. Champi ve ark, 2003).

Bu çalışmada azotlu elmas benzeri karbon (a-C:H:N) filmler üretmek için, karbon hedef metan/argon/azot plazma ile söktürülmüştür. Söktürme gazı içindeki azot gazı miktarı arttıkça, depolama oranı fark edilebilir şekilde artmıştır. Filmlerin kimyasal bileşimini incelemek için Rutherford geri saçılım spektroskopisi Rutherford backscattering spectrometry, RBS) kullanılmıştır. bileşiğe azotun girmesi, Raman spektrumunda yaklaşık 2200 ve 690 cm^{-1} 'de ortaya çıkan fazlardan iki piktende anlaşıldığı gibi filmin kimyasal bağ yapısını değiştirmektedir. Elektriksel özellikler kapasitans-voltaj (capacitance-voltage, CV) eğrileri kullanılarak ölçülmüştür. Filmlerin sertliğinin azot içeriğiyle birlikte azaldığı gösterilmiştir. Raman çalışmaları sayesinde filmlerdeki azot içeriği ile, filmin sertliği ve dielektrik sabiti arasında bir ilişki ortaya çıkarılmıştır (M. Guerino ve ark, 2004).

Elmas benzeri carbon kaplamaları, $1 \times 10^9 \text{ cm}^2$, $3 \times 10^9 \text{ cm}^2$, $7 \times 10^9 \text{ cm}^2$ CNT (carbo nanotube-karbon nanotüp) yoğunlukları ile birlikte RF plazma kimyasal buhar depolama yöntemi kullanılarak karbon nanotüb üzerine başarılı bir şekilde depolanmışlardır. CNT/DLC' den oluşan yeni birleşik filmler, özellikle de dayanıklılık için DLC filmlerin mekaniksel özelliklerini geliştirmiştir. CNT/DLC

birleşik filmleri ile karşılaştırmak için, silikon oksit alttaban üzerine DLC filmler depolanmıştır. CNT/DLC birleşik filmlerinin mekaniksel özelliklerini araştırmak için, dinamik bir mikro sertlik test edicisi ve disk üzerinde bilye tipi sürtünme (ball-on-disk type friction) test edicisi kullanılmıştır. CNT/DLC birleşik filminin çukur bölgelerinin SEM görüntüsü üçgen şeklinde bir iz göstermiştir, buna rağmen , çukur bölgelerde DLC kaplamalarının döküldüğü gözlenmiştir. Bu sonuçlar, CNT/DLC birleşik filmlerinin dayanıklılığının geliştirildiğini desteklemektedir. CNT/DLC bileşim filmlerinin esneklik katsayısı ve dinamik sertliği CNT yoğunluğunun artmasıyla birlikte lineer bir şekilde azalmıştır. Tüm CNT/DLC filmlerinin sürtünme katsayısı DLC kaplamaları için bulunan sonuçlara yakındır (H. Kinoshita ve ark, 2007).

Bu çalışmanın amacı, plazma destekli kimyasal buhar depolama yöntemiyle üretilen, kristal elmas (crystalline diamond, CD) içerikli DLC'nin karakterizasyonunu ve üretimini göstermektir. CDDLC filmler, SEM, XRD, AFM ve Raman saçılma spektroskopisi kullanılarak karakterize edilmiştir. Aynı zamanda ıslanma kontak açısı (wetting contact angle), stress ve sürtünme katsayıları da hesaplanmıştır. Buradaki sonuçlar, CDDLC filmlerinin yüksek sürtünme katsayısıyla birlikte çok hidrojenli ve hidrofobik olduğunu göstermiştir. Stress değerleri hemen hemen sabit tutulmuştur (F.R. Marciano ve ark. 2010).

3. MATERYAL VE METOD

3.1. Karbon Bazlı Materyaller

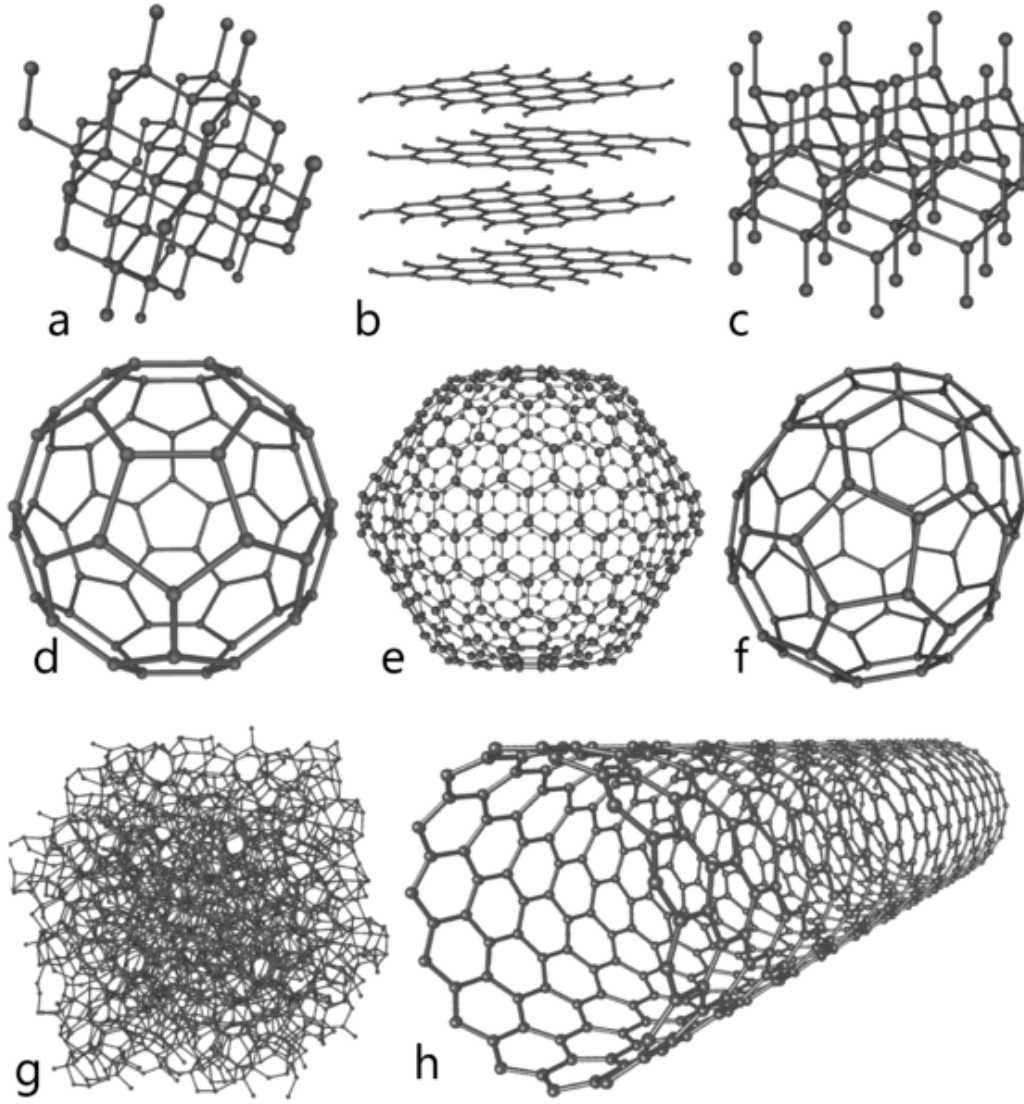
Karbon atomu periyodik tabloda IV. Grup elementidir ve 6 elektrona ($1s^2 2s^2 2p^2$) sahiptir. Karbon atomları kendi aralarında sp^3 , sp^2 ve sp^1 gösterimleriyle ifade edilen üç farklı bağlanma gösterirler. Bu özelliğinden dolayı karbon elementi istisnai bir özelliğe sahiptir.

Karbon ve karbon bileşikler bu bağlanma geometrilerinden dolayı yapısal dizilimine göre elmasan grafit kadar farklı özellikler gösterir.

Aynı maddenin değişik kristal biçimlerine allotrop denir; allotrop sözcüğü Yunanca bir sözcük olup "değişik biçim" anlamına gelmektedir. Elmas ve grafit, karbonun allotroplarıdır. Elmasın yapısında bulunan her bir karbon atomu yapı içindeki diğer dört karbon atomlarına bağlanarak üç boyutlu katı bir yapı sergiler; grafitte ise karbon atomları, üst üste yığılmış geniş, yassı levhalar oluşturacak biçimde, iki boyutlu düzlemde birbirlerine bağlanmıştır. Karbonun belirgin, kendilerine özgü bir yapısı ya da biçimi olmayan allotropuna da amorf karbon denir.

Karbon allotropları, Ströck tarafından sekiz alt grup altında sınıflandırılmışlardır (Şekil 3.1).

- a) Elmas
- b) Grafit
- c) Altıgen elmas (Lonsdaleite)
- d) Fulleren C60
- e) Fulleren C540
- f) Fulleren C70
- g) Amorf Karbon
- h) Tek katmanlı karbon nanotüp



Şekil 3.1. Karbonun sekiz allotropu (Özkömür, 2008)

3.1.1. Elmas



Şekil 3.2. Elmas yapısı (Erkoç, 2001)

Elmasın özellikleri, bütünüyle birbirine kenetlenmiş dörtyüzlü karbon atomlarının oluşturduğu kristal yapısından kaynaklanır; bu atomların her biri, en yakın dört komşusuna ortaklaşa bağlanmıştır. Karbon-karbon bağının olağanüstü dayanıklılığı ve ortaklaşa bağlarla kenetlenmiş yapısı, elmasın sert ve eylemsiz olmasını sağlayan nedenlerdir.

3.1.2. Grafit

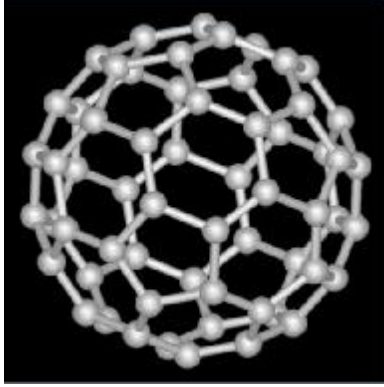


Şekil 3.3. Grafit yapısı (Erkoç, 2001).

Grafit, karbonun yaygın bir allotropudur. Grafitte her bir karbon atomu aynı düzlemde bulunan diğer üç atoma altıgen halkalar oluşturacak şekilde bağlanır. Oluşan ağ iki boyutludur ve bu şekilde meydana gelen tabakalar birbirine zayıf Van

der Waals kuvveti ile bağlanır. Bu yüzden, tabakalar birbirlerinin üzerinde kolayca kayar. Grafit çok yüksek sıcaklıklara dayanabilir, ayrıca çok iyi bir elektrik iletkenidir.

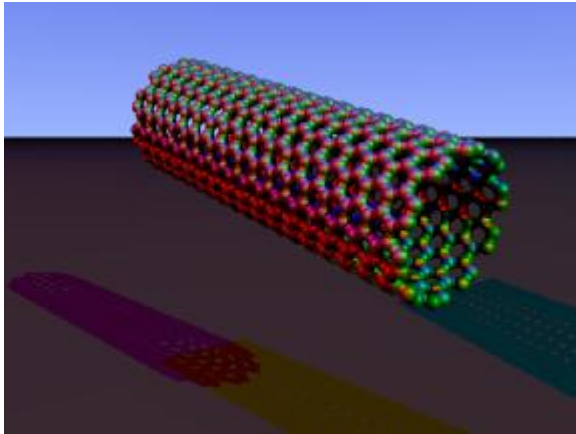
3.1.3. Fullerenler



Şekil 3.4. Fulleren molekülünün yapısı (Erkoç, 2001).

Karbonun yapay allotropları olan Fullerenler, grafit benzeri yapılara sahiptir fakat grafit gibi saf altıgen değil, aynı zamanda beşgen ve hatta bazen yedigen kristaller de içerir. Bu yapı, altıgen kristallerden oluşan ana düzlemin kıvrılarak küreler, elipsoidler ve silindirler oluşturmaya yol açar.

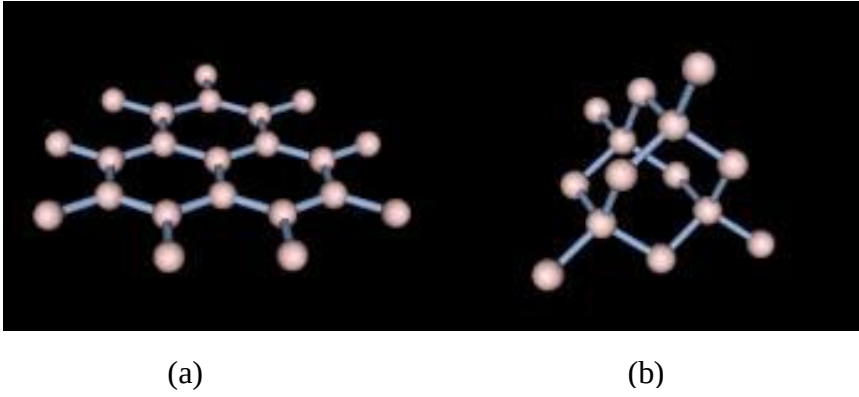
3.1.4. Tek Katmanlı Nanotüpler



Şekil 3.5. Tek katmanlı karbon nanotüp (Erkoç, 2001).

Tek sıra karbon atomundan oluşan bir grafin katmanının, silindir şeklinde bükülerek uçlarının birleştirildiği ve grafin içersindeki bağların aynısından oluşturulduğu yapı tek katmanlı bir karbon nanotüp yapısıdır.

Diğer taraftan, hem grafitteki baskın bağ olan sp^2 , hem de elmastaki baskın bağ olan sp^3 bağlı karbon içeren amorf yapıdaki karbon şekline DLC (diamond like carbon - elmas benzeri karbon) denmiştir. Bu kaplamalar, Şekil 3.6' da da görüldüğü gibi çok kısa aralıklı sıralanmış sp^3 tipi dörtyüzlü tetrahedral bağlar ile karakterize elmas, sp^2 tipi üç köşeli-trigonal bağlar ile karakterize grafitik fazların birlikte bulunduğu amorf bir yapıdır.



Şekil 3.6. (a) Grafit (sp^2), (b) Elmas (sp^3) bağları (Erdemir ve ark, 1997)

Robertson'un sınıflandırmasına göre; DLC, dört alt grup altında kategorize edilebilir.

- 1) Amorf Karbon (a-C)
- 2) Hidrojenize Amorf Karbon (a-CH)
- 3) Tetragonal Amorf Karbon (ta-C)
- 4) Hidrojenize Tetragonal Amorf Karbon (ta-CH)

Amorf karbon gruplarında sp^2 bağı baskın, tetragonal amorf karbon gruplarında ise sp^3 bağı baskın haldedir.

Aynı zamanda karbon periyodik tabloda mevcut elementler içerisinde 0 (sıfır) boyuttan 3 (üç) boyuta kadar izomerleri olan tek elementtir. Bu izomerler, üç boyutlu

(3B) yarıiletken elmas yapı, iki boyutlu (2B) yarımetalik grafit, bir boyutlu (1B) iletken ve yarıiletken nanotüpler ve sıfır boyutlu (0B) nanotoplardır.

Tablo 3.1. Karbondan meydana gelebilen izomerler ile boyutları ve bazı fiziksel Özellikleri (Erkoç, 2001)

Boyut	0B	1B	2B	3B
İzomer	C60 nanotop	nanotüp karbin	grafit fiber	elmas amorf
Bağ şekli	sp^2	$sp^2(sp^1)$	sp^2	sp^3
Yoğunluk (gr/cm^3)	1.72	1.2-2.0 2.68-3.13	2.26 2	3.515 2-3
Bağ uzunluğu (Å)	1.40 (C=C) 1.46 (C-C)	1.44 (C=C)	1.42 (C=C) 1.44 (C=C)	1.54 (C-C)
Elektronik özellik	Yarıiletken $E_g = 1.9$ eV	Metal veya yarıiletken	Yarı metal (metalimsi)	yalıtkan $E_g = 5.47$ eV

Karbonun 1B ve 0B yapıları nanometre düzeyinde oldukları için, bu sistemlere nanotüpler ve nanotoplar denir. Karbondan meydana gelebilen izomerler ile boyutları ve bazı fiziksel özellikleri yukarıdaki tabloda görüldüğü gibi özetlenebilir.

3.1.5 Elmas Benzeri Karbon (DLC)

Elmas ince filmler, Tablo 3.2’de sunulduğu gibi fiziksel ve kimyasal özellikleri olağandışı bir malzemedir. Sert, ısıyı ileten, elektriği yalıtan ve oldukça düşük sürtünme katsayısına sahip bir malzemedir.

Tablo3.2. Karbon malzemelerin özellikleri (Ahlatçı, 1999).

Özellik	Elmas	Grafit	Sıçratılmış a-C	a-C:H (sert)	Plazma DLC	İyonIşını DLC
Sertlik (kg/mm ²)	10 ⁴	-	20-50	1500-5000	1200-4500	1200-9500
Elastisitemodülü (Gpa)	1050	-	-	-	-	-
Çekme muk. (N/mm ²)	13.7x10 ⁹	-	-	-	-	-
Sürtünme katsayısı	0.05	-	-	-	-	-
Yoğunluk (g/cm ³)	3.51	2.26	2	1.6-2.0	1.5-1.8	1.7-2.8
Dielektrik sabiti	5.5	-	-	-	-	-
Kırılma alanı (V/cm)	10 ⁷	-	-	-	-	-
Elektron/boşluk hareketliliği (cm ² /v.s)	1200/2000					
Bant aralığı enerji farkı (eV)	5.45	-0.04	0.4-0.7	0.8-1.7	1.2-2.2	0.4-3.0
Isı iletkenliği (W/cm ² .°C)	20	-	-	-	-	0.07
Elektrik yalıtkanlığı (Ω.cm)	10 ¹⁶	-	-	-	-	-
Isısalgenleşme katsayısı (1/°C)	0.8x10 ⁶	-	-	-	-	-

DLC filmlerinin sahip olduğu özellikler, ince filmlerinin üretim yöntemine ve parametrelerine bağlı olarak değişim göstermektedir.

Elmasın sahip olduğu en önemli özellik, yüksek sıcaklık yarıiletkenliğidir. Yüksek sıcaklık ve yüksek frekanslı işlemler için elmasın, transistör olarak kullanımı günümüz gelişmeleri arasındadır.

Optik uygulamalar için elmasın IR ve/veya optik geçirgenlik özelliği öne çıkmaktadır. Düşük basınçlı iyon ışını biriktirme ile üretilen DLC filmleri optik olarak saydamdır. Daha yüksek biriktirme basıncında üretilen filmler daha az

geçirgenlik gösterirler. DLC filmlerin optik saydamlığı, elektromanyetik radyasyonla etkileşen serbest elektronların varolmadığını ve filmlerin elektriksel olarak yalıtkan olduğunu göstermektedir. Daha hızlı basınçlarda ve daha yüksek hızlarda biriktirilen filmler daha az yalıtıcıdır.

Elektronik ve IR ilişkili uygulamalara ek olarak elmas filmleri, sertliğin, ısısal iletkenliğin/genleşmenin, kimyasal soyluluğun önemli olduğu uygulamalar ile implant malzemesi olarak tıpta kullanılmaktadır. Elmas, radyasyona dayanıklı bir malzemedir. Ayrıca düşük ısısal genleşme katsayısına sahiptir.

Geçirgen DLC filmler, plastic lenslerde koruyucu kaplama olarak kullanılmaktadır. DLC kaplamalar serttir, plastiklere iyi yapışma özelliğine sahiptirler ayrıca düşük biriktirme sıcaklıklarında üretimleri yapılabilir. Bu özelliklerinden dolayı DLC kaplamalar optik uygulamalar için çok önemlidir.

Yüksek direnç, geniş bant aralığı gibi elektriksel özelliklerin yanında ısısal özelliklere de sahip olmaları elmas benzeri kapları elektrik devresi uygulamaları için avantajlı konuma getirmektedir. Yüksek ısısal iletkenlik ve yüksek elektriksel direnç, DLC'yi yüksek sıcaklık devreleri için dielektrik tabakası olarak çekici yapmaktadır. Ayrıca negatif electron ilgisine sahip olan elmas, electron tabancası ve düz yüzey panel göstericisi için soğuk katot malzemesi olarak kullanılmaktadır (Ahlatçı, 1999).

Elmas benzeri fazların sertlik ve kimyasal asallık gibi özellikleri yüksek orandaki sp^3 oranından kaynaklanmaktadır. Farklı koordinasyonlardaki karbon atomlarının birbirlerine oranı depolama yöntemine ve amorf hidrokarbonlarda hidrojen miktarına bağlıdır. Bu farklı bağ yapılarını bir arada bulundurması nedeniyle DLC filmler elmas, grafit ve hidrokarbon polimerlerin geniş özelliklerini taşıyabilmektedirler. DLC filmlerin tribolojik davranış özellikleri tamamen depolama tekniklerine bağlıdır (Erdemir ve ark,2001).

Tetrahedral karbon-karbon bağları, çok yüksek sertlik, kimyasal inertlik, yüksek elektriksel direnç, yüksek yalıtkanlık (dielektrik) sabiti, yüksek ısı iletkenlik, yüksek yoğunluk ve optik saydamlık sağlar. DLC'nin özellikleri, kaplama mekanizması ile kontrol edilebilen sp^3 bağlarının hacimsel oranı ile ilişkilendirilmiştir. Çünkü DLC'nin bağ yapısı onun özellikleri üzerinde büyük bir etkiye sahiptir. Bu nedenle, çeşitli kaplama şartlarında depolanan DLC'nin bağlanma

ve mekanik özellikleri geniş ölçüde araştırma konusu olmuştur. Kaplama yöntemine ve/veya parametrelerine bağlı olarak, sp^2/sp^3 bağ oranı değişebilir ve bu yapıların içerisinde yüksek oranda hidrojene rastlanılabilir. Tablo 3.3.'de görüldüğü gibi DLC filmlerin özellikleri bu açıdan değişkenlik gösterir (Libardi ve ark, 2004).

Tablo 3.3. Elmas, Grafit ve DLC malzemelerin özellikleri (Erdemir ve ark, 2001)

	a-C	a-C:H	Grafit	Elmas
Kristal Yapı	Amorf sp^3 ve sp^2 bağları karışık durumda	Amorf sp^3 ve sp^2 bağları karışık durumda	Hekzagonal	Tetragonal
Form	Düzgün veya pürüzlü	Düzgün	---	Kristalize
Sertlik (H_v)	1200-3000	900-3000	---	7000-10000
Yoğunluk (g/cm^3)	1,6-2,2	1,2-2,6	2,26	3,51
Elektriksel Direnç (Ω/cm)	$>10^{10}$	10^6-10^{14}	0,4	$>10^{16}$
Isıl İletkenlik ($W/m.K$)	---	---	3500	2000
Kimyasal Stabilite	Asal	Asal	Asal	Asal
Hidrojen Oranı (H/C)	---	0.25-1	---	---
Büyütme Oranı ($\mu m/sa$)	2	5	---	1000

3.2. Karbon Film Üretim Teknikleri

İnce film üretimi için kullanılan metodlar fiziksel, kimyasal ve hem fiziksel hem kimyasal metodlar olmak üzere üç temel gruba ayrılabilir.

3.2.1. Fiziksel Buhar Depolama ile İnce Film Üretimi

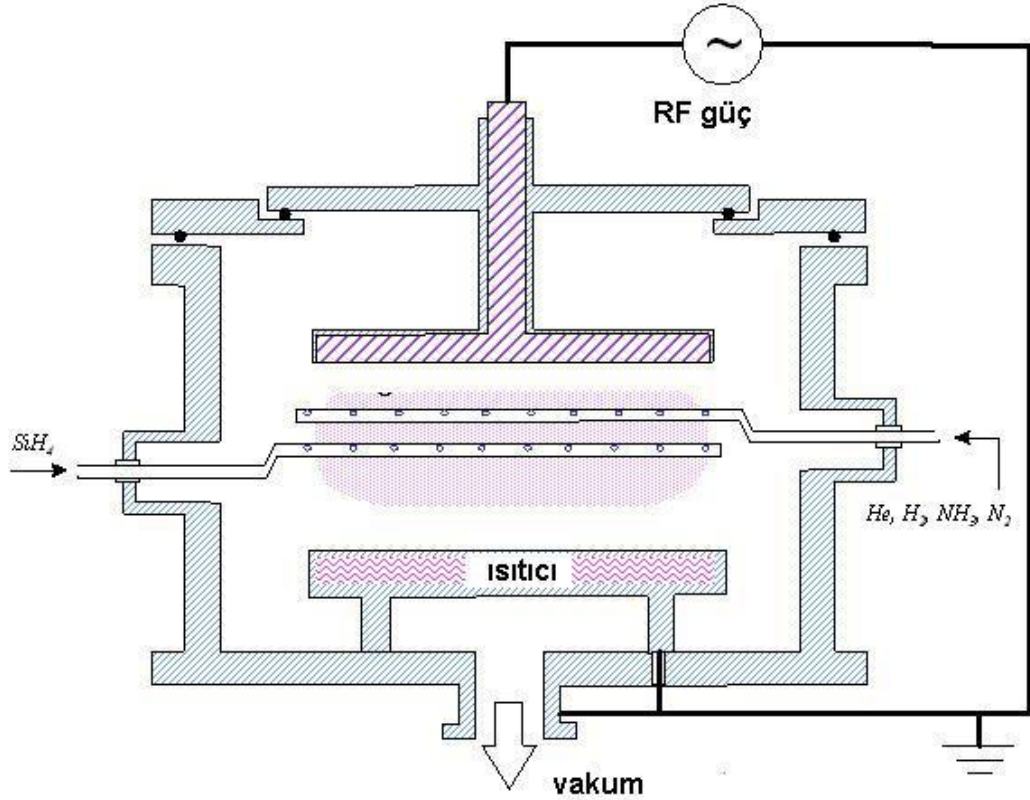
Elmas benzeri ince filmlerin üretiminde iyon ışını biriktirme (Ion Beam Deposition), iyon kaplama (Ion Plating) ve iyon destekli biriktirme (Ion Assisted Deposition) gibi fiziksel buhar biriktirme teknikleri kullanılmaktadır.

İlk DLC ince filmler, Aisenberg ve arkadaşları tarafından iyon ışını depolama yöntemi ile 1969 yılında üretilmiştir. Burada düşük basınç tankındaki plazmadan çıkartılan karbon ve argon iyonlarının ışını kullanılmıştır. Sistem su soğutmalıdır. Sistemde kullanılan anot ve katot elektrotlar, yüksek saflıkta karbondan yapılmıştır. Bu nedenle burada üretilen DLC filmlerinde argon dışında safsızlık bulunmamaktadır. Biriktirmede kullanılan karbon iyonları, argon iyonları ile yüksek saflığa sahip karbon katodunun sıçratılması ile elde edilmektedir. Burada sıçratılmış karbon atomları, argon plazma içinde iyonize edilmekte ve su soğutmalı elektromagnetlerin sağladığı eksenel manyetik alan, plazma yoğunluğunu artırmak için kullanılmaktadır. Ayrıca eksenel manyetik alan, plazmadan biriktirme ünitesine karbon ve argon iyonlarının çıkmasına ve taban malzemeye yönelmesine yardımcı olmaktadır. Karbon filmlerinin kirlenmesini önlemek için saf elektrot kullanılmasına rağmen biriktirme hızını artırmak için hidrokarbon gazı Ar plazma içine ilave edilmektedir.

İyon kaplama, iyon ışını biriktirmeye benzemektedir. Bu yöntemde film malzemesi, iyonlarla taşınmakta ve negatif olarak besleme voltajı yüklenmiş taban malzemeye yönlendirilmesi ile elmas benzeri ince film üretilmektedir (Ahlatçı, 1999).

3.2.2 Kimyasal Buhar Depolama ile İnce Film Üretimi

3.2.2.1 PECVD (Plazma Destekli Kimyasal Buhar Depolama, Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) Sistemi ile Üretim



Şekil 3.7. PEVCVD kaplama sistemine bir örnek şema (Özkömür, 2008).

PECVD ile 200°C altındaki sıcaklıklarda DLC kaplama işlemi gerçekleştirilebilmektedir. PECVD tekniği ile üst düzeyde pürüzsüz ve adhezyonu kuvvetli film tabakaları oluşturulabilir. PECVD kaplama tekniğinin şematik gösterimi şekil 3.7’de gösterilmiştir. Diğer yöntemlere göre daha düşük olan DLC kaplama oluşturma sıcaklığı, kaplanan materyal ve kaplama materyali arasındaki ısısal genleşme katsayılarının uyumsuzluğundan kaynaklanabilecek adhezyondaki muhtemel azalmanın engellenmesini sağlamaktadır. Oluşturulan DLC film tabakası

yüksek adhezyona ve yüksek iç yapışma kuvvetine sahiptir. Oluşturulan film tabakasının kalınlığı yaklaşık 2-3 mikron kadardır.

PECVD tekniğinde, depolama çemberi katot ve anot plakalar ile biçimlendirilmiştir. Alttaban, iyon bombardımanını en üst seviyeye çıkarmak amacıyla katot üzerinde konumlandırılır ve anot tabaka ise topraklanır.

Besleme voltajı ve depolanma basıncı, film yüzeyinden atomların sıçramasını en aza indirmek açısından önemli parametrelerdir. Besleme voltajı genellikle -100V ile -1000V arasında değişir. Depolanma basıncı ise 10 ile 100 mTorr arasındadır (Özkömür, 2008).

3.2.3 Fiziksel ve Kimyasal Buhar Depolama ile Üretimi

3.2.3.1 Katodik Vakum Ark Yöntemi

Bu teknikte boşalma içerisinde aşırı yüksek bir akım vardır. Hedefe birkaç milimetre çapında küçük bir spottan giren akım ile bir ark oluşturur. Hedef malzeme buharlaştırılır ve şiddetli deşarj altında hedef malzeme büyük oranda iyonize edilmiş olur. Negatif gerilime maruz tutulan taban malzeme ise yine iyon ve nötral atomları üzerinde toplar. Kaplama esnasında ark hedef yüzeyinde rasgele hareket ederken, manyetik alan arkın hareketini control etmek için kullanılabilir. Film kalitesi iyon kaplamadaki kadar iyidir ancak hedef malzeme yüzeyinden sıçratılabilecek ve taban malzeme yüzeyine düşebilecek kadar büyük, aynı zamanda film yoğunluğunu bozmayacak kadar küçük hedef malzeme zerreciklerine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu problem düşük ark gerilimlerinde çalışarak (çöktürme oranı da düşecektir) yada katot önünde bir mıknatıs hareket ettirmek suretiyle arkı yönlendirerek minimize edilebilmektedir.

3.2.3.2. Magnetron Söktürme

Temel püskürtme yönteminde, bir hedef (veya katod) tabaka hedefin önünde bulunan ateşlenen plazmada üretilen enerjik iyonlar tarafından bombardıman edilir.

Bu bombardıman işlemi ince film gibi bir alttabanda yoğunlaşabilen hedef atomların söktürülmesine neden olur. İkincil elektronlar aynı zamanda iyon bombardımanının bir sonucu olarak hedef yüzeyden yayılırlar ve bu elektronlar plazmanın korunmasında önemli bir rol oynarlar. Bu yöntem yıllardır bilinen bir yöntemdir ve çoğu malzeme bu teknik kullanılarak başarılı bir şekilde depolanmıştır. Ancak bu yöntemin plazmadaki düşük depolanma oranları, düşük iyonizasyon etkileri ve yüksek alttaban ısı etkileri gibi dezavantajları da bulunmaktadır.

Magnetronlar tarafından hedef yüzeye paralel bir şekilde oluşturulan manyetik alan ikincil elektronların hareketini hedefin çevresine sınırlandırır. Magnetler, bir kutbun hedefin merkezi ekseninde konumlanması ve ikinci kutbun hedefin dış kenarı etrafındaki magnetlerin bir halkası yakınında şekillenmesiyle düzenlenir. Bu yolla elektronları tuzaklamak bir iyonlaştırıcı elektron-atom çarpışma olayının olasılığını arttırır. Bir magnetronun arttırılmış iyonizasyon etkisi hedef bölgede yoğun bir plazma ile sonuçlanır. Bu sonuç hedefin arttırılmış iyon bombardımanına daha yüksek püskürtme oranları vermesine ve böylece alttabanda daha yüksek depolanma oranlarına neden olur (Kelly ve ark., 2000).

3.2.3.3 Karbon İnce Film Üretiminde Kullanılan ECR-MP Sisteminin Yapısı ve Sistemi Oluşturan Elemanlar

Şekil 3.8’de Karbon üretiminde kullanılan ECR-MP sistemi şematik olarak gösterilmiştir. Sistemi oluşturan elemanlar ve özellikleri konunun devamında tanıtılmıştır.

3.2.3.3.(1) Reaksiyon Odacığı

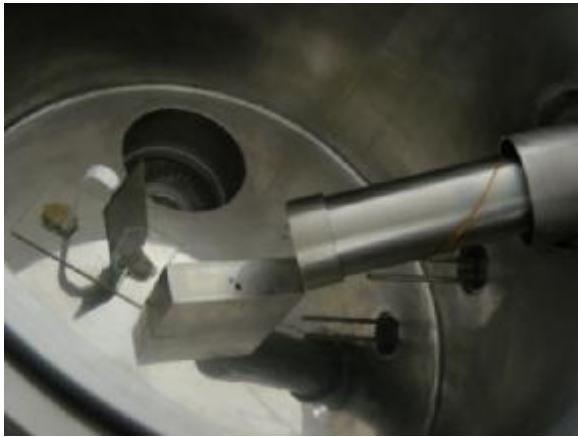
Şekil 3.9. Reaksiyon odacığı

Reaksiyon odacığı 28 cm yükseklik ve 39 cm çapta 304 paslanmaz çelikten, silindirik bir gövde yapısına sahiptir. Sistemin mikrodalga plazma bölümünün yarısı dışarıda ve vakum sistemine bağlıdır. 2 ısı çift basınç ölçer, 1 iyon basınç ölçer, biri reaksiyon odacığında diğer ikisi ise plazma kaynağı üzerinde olmak üzere 3 gözlem penceresi, 1 vana ve alt taban tutucu bulunmaktadır. İyon basınç ölçerin uç kısmına takılabilen bir SRS GW-100F basınç sensörü bulunmaktadır. Basınç kontrolü bazen bu kısımdan yapılmaktadır. Çalışma öncesi sistem odacığı vakuma alındığında 10^{-7} Torr taban basıncına kadar düşürülmektedir.



Şekil 3.10. Plazma tabancası

Şekilde görüldüğü gibi plazma tabancası yarısı odacığın içerisinde yarısı da dışarıda kalacak şekilde gridler yardımıyla sisteme tutturulmuştur. Sistem 2.45 GHz, 150 watt gücündeki mikrodalga elektromanyetik sinyali ECR rezonans oyuğunu beslemektedir. Yüksek saflıktaki metan gazı MKS akış kontrol sistemi ile 0-20sccm akış hızında rezonans odacığına gönderilmektedir. Gelen iyon demetinin çıkış çapı 3 cm' dir.



Şekil 3.11. Vakum odacığının iç kısmı

Şekil 3.11 plazma kaynağının vakum odacığı içerisindeki konumunu gösterir. Plazma kaynağının uç kısmında ızgara bulunmaktadır. Vakum odacığında, plazma üzerine gelecek şekilde yerleştirilmiş alt taban tutucu ve alttabana gelen plazmayı daha rahat gözlemleyebilmek için ayna bulunmaktadır. Plazma kaynağından alttabana gelen iyon demetinin aynaya yansıması vakum odacığı üzerindeki gözlem penceresinden gözlenmektedir.

3.2.3.3.(2) Atom/İyon Hibrid Kaynağı



Şekil 3.12. Atom/İyon Hibrid kaynağı.

Şekil 3.12’de görülen atom/iyon hibrid kaynağı ile sistemin güç, akım ve gerilim değerleri ayarlanabilmektedir. En soldaki gösterge 25-150 Watt aralığında değişebilen gücü, ortadaki gösterge 0-2keV ayarlanabilir gerilimi ve en sağdaki gösterge ise 0-1mA aralığında değişebilen iyon akımını göstermektedir. Burada iyon enerjisi maksimum değere ayarlanıp(2 keV), güç değeri 25-150 Watt arası istenilen değerde ayarlanabilirken, akım 0,06 mA’de tutulmaktadır.

3.2.3.3.(3) Gaz Akış-Basınç Kontrol Sistemi



Şekil 3.13.Gaz Akış-Basınç Kontrol Sistemi

Gaz akış-basınç kontrol sistemi gaz akışının ve basınç kontrolünü sağlar. 4 akış ve 1 basınç kanalı bulunmaktadır. Bu sistem sayesinde reaksiyon odacığına giren gaz miktarı ayarlanarak, reaksiyon odacığının sahip olacağı basınç ayarlanabilmektedir. Gaz akışını kontrol etmek ve ölçmek için dizayn edilen MKS 1179A gaz akış kontrol sisteminin ölçüm aralığı 10 sccm’den 20 slm (20000 sccm)’ye kadar değişmektedir. Bu sistem oldukça hızlı ve tekrarlanabilir 0,2 sccm hassasiyetle gaz akışını kontrol eder. Bu sisteme uygun bir basınç transformatörü eklenirse basınç kontrolünü de yapabilir. Bu türleri minimum gücü kullanır.



Şekil 3.14. Gaz vanası

Şekil 3.14’ de gösterilen gaz vanası bir metal contaya tam denk gelen isteğe bağlı düz safir tabanı olan hareketli bir pistonla sahiptir. İki yüzey arasında oluşan contada sürtünme, yapışma ve kesilme yoktur. Kaçak oranı kontrolü 10^{-10} Torr L/S (minimum) kadardır. Çalışma basıncı atmosfer basıncından 10^{-11} Torr’a kadar değişir. 450°C ’ye kadar dayanabilir (Kurt J. LESKER, 1954). Hassas gaz vanası sayesinde reaksiyon odacığına giren gaz miktarının ayarlanabilmesiyle reaksiyon odacığının sahip olacağı basınç kolay bir şekilde ayarlanabilmektedir.

3.2.3.3.(4) Turbomoleküler Pompa Sistemi



Şekil 3.15. Turbomoleküler pompa sistem

Çalışma öncesi sistem odacığı Varian 301 (350 L/s) turbo-pompa ve DS302 (15 m³/h) rotary pompa ile 1×10^{-7} Torr taban basıncına düşürülmektedir. Dönme hızı dakikada 56.000 devir, Taban basıncı $< 1.5 \times 10^{-8}$ Torr, Pompalama hızı:

8" CF ya da ISO 160: N₂: 280 l/s ;He: 230 l/s ; H₂: 210 l/s

6" CF ya da ISO 100: N₂=250 l/s, He=220 l/s, H₂ = 200 l/s

Sıkıştırma oranı;

N₂: $> 2 \times 10^8$; He: 1×10^5 ; H₂: 2×10^4 , dır.

(<http://cires.colorado.edu/jimenez-group/QAMSRResources/Docs/V301.pdf>)

3.2.3.3.(5) Soğutma Sistemi



Şekil 3.16. Soğutma sistemi.

Şekil 3.16’da gösterilen soğutma sistemi üretim sırasında mikrodalga kaynağının ısınmaması için aynı anda soğutma yapmaktadır. Soğutma işlemi, soğutulan saf suyun ECR plazma kaynağında sirkülasyon yaptırılarak gerçekleştirilmektedir.

3.2.3.3.(6) Metan Tüpü

Şekil 3.17.Film Üretiminde Kullanılan CH₄ Tüpü

Metan (CH₄) tüpünden reaksiyon odacığına metan gazı gönderilerek hem film üretimi için gerekli basıncı hem de karbon bazlı ince film üretmek için ortamda gerekli metan gazı sağlanmış olmaktadır.

3.2.3.4 Karbon Bazlı Yarıiletken İnce Filmlerin Üretilmesi

İlk aşamada üzerine film depolanacak olan cam alt taban önce yıkanarak temizlenir; daha sonra yıkama asitinin içerisinde bir süre bekletilir. Bekleme işleminden sonra saf suyla üzerindeki asitten arındırılarak metanol ile doldurulmuş behere daldırılıp çıkarılır. Son olarak, cam alttabana azot tüpü ile basınçlı hava püskürtülerek kuruma işlemine tabi tutulur.

İkinci aşamada içerisi daha önceden metanol ile temizlenmiş olan reaksiyon odacığının içerisinde bulunan alttaban tutucunun üzerine cam alttaban yerleştirilir. Alttaban tutucu iyon demetlerinin camın üzerine düşecek şekilde plazma kaynağının önüne yerleştirilir. Bütün bu işlemler tamamlandıktan sonra reaksiyon odacığının kapağı kapatılır ve taban basıncı 1×10^{-7} Torr değerine ulaşana kadar vakum pompası çalıştırılır. Sistem taban basıncına ulaştıktan sonra ortama metan gazı verilmeye başlanır. Başlangıçta 5 sccm civarında gaz akışı verilerek basınç 3×10^{-4} Torr civarında olacak şekilde ayarlanır. İyon enerjisi maksimum moda getirilir ve

magnetron gerilimi yavaşça arttırılır. Güç 125 Watt olacak şekilde ayarlanıp plazmanın tutuşması için gaz akışı yavaş yavaş arttırılır (Plazmanın oluşması sırasında basınç 3.5×10^{-3} Torr'dan daha yukarı bir değerde olmamalıdır). Plazma elde edilince kaynak sıcaklığının stabilize olması için 2-5 dk beklenir. Daha sonra basınç 1×10^{-4} Torr ve 8×10^{-5} Torr basınçlarda ve 75 , 100, 125 Watt güç değerlerinde film üretilmiştir.

En yüksek iyon yoğunluğu en düşük çalışma basıncında elde edilir. Plazma çalışırken güç arttıkça iyon akımı da artmalıdır. Daha fazla depolama için alt taban ısıtılmalıdır. Depolama bittiğinde sistem kapatılır.

3.3 Film Karakterizasyonu

3.3.1. XRD Analizi

X-Işınları Kırınımı (X-Ray Diffraction-XRD), x-ışınları tarafından oluşturulan kırınım deseninden atomik düzeyde bilgi edinmek için kullanılmaktadır. X-ışınları ölçümleri kristale zarar vermeksizin yapısı hakkında bilgi veren güçlü bir yöntemdir. X-ışınlarının dalgaboyu, 1 Angstrom civarındadır ve bir kristal içindeki atomlar arası mesafe mertebesinde. Bu nedenle kristallerin atom dizilişlerinin incelenmesinde X-ışınlarına ihtiyaç duyulur.

X-ışınları kırınımı günümüzde malzeme karakterizasyonu için endüstriyel ve bilimsel araştırmalarında; fizik, kimya, biyoloji, biyokimya, malzeme ve metalürji, jeoloji, madencilik, çimento, seramik ve teknolojik uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. X-ışınları kırınım desenlerinden, bir katıdaki düzlemler arasındaki mesafe (atomların oluşturduğu sıralar), tek kristalin veya taneciğin yönelimin, bilinmeyen bir malzemenin kristal yapısı, tanecik boyutu, stresi ve şekli hakkında bilgi elde edilebilir.

XRD uygulamaları, malzemelerin içerdiği fazları belirlemede, nicel faz analizinde, sıcaklık, basınç v.s. fiziksel parametrelere bağlı faz değişimlerinde, tanecik boyutu, tanecik yönelimi, kimyasal kompozisyonu belirlemede ve örgü sabitlerini bulmak için kullanılır.

Örgü parametrelerini belirleyebilmek için Bragg yasasından yararlanabiliriz.

$$2d\sin\Theta=n\lambda \quad (3.1.)$$

eşitliği Bragg denklemi olarak bilinir, burada, d düzlemler arası mesafe ve n kırınımın mertebesidir. Bragg yansıması sadece

$$n\lambda \leq 2d \quad (3.2.)$$

dalgaboyu şartında meydana gelir. Bu koşulu sağlamak görünür ışık dalgaboyu ile mümkün olmadığından X-ışınları kullanılmaktadır. Kırınıma uğramış demetler (yansımalar) Bragg yasası ile tanımlanan belirli açılarda oluşabilir.

Tanecik büyüklüğünü hesaplamak için, aşağıda verilen Scherer denklemini kullanabiliriz:

$$D=0.9\lambda/\beta\cos\Theta \quad (3.3.)$$

Burada, D tanecik büyüklüğü, , kullanılan X-ışınının dalga boyu, , radyan cinsinden kırınım pikinin yarı maksimumdaki genişliği ve XRD pikinin Bragg kırınım açısıdır (Y. Zhang, 2006).



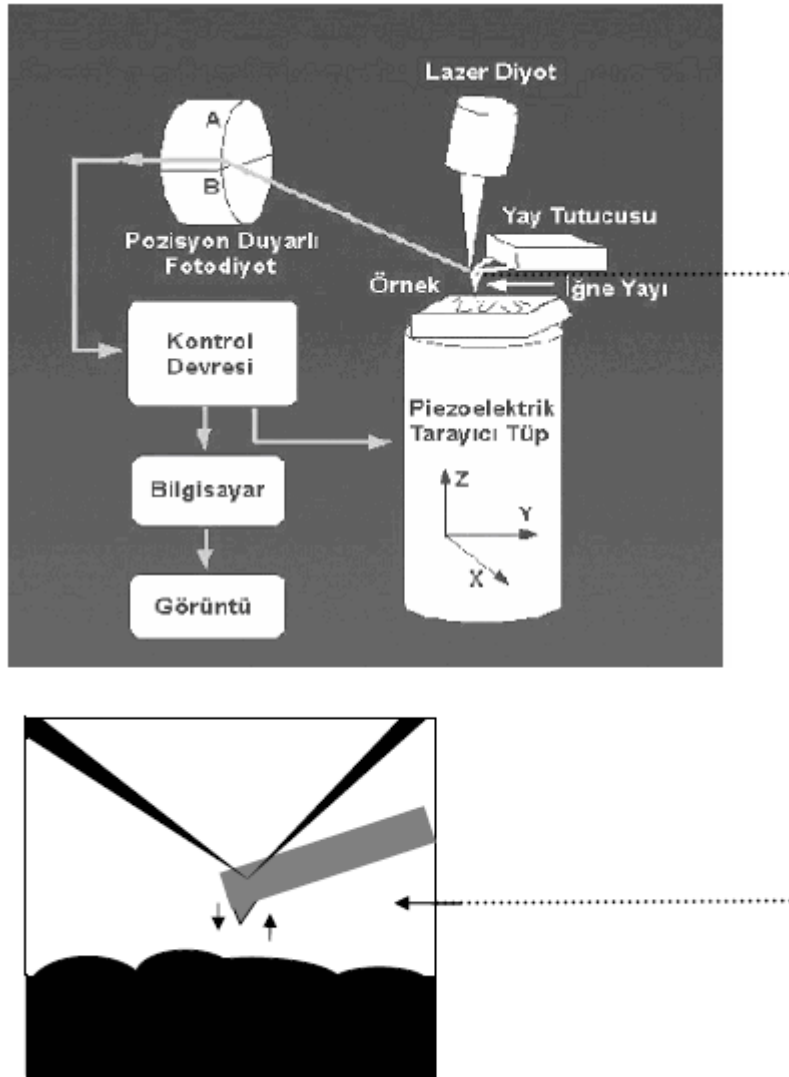
Şekil 3.18. XRD (X Ray Diffraction, X ışınları Kırınımı) cihazı.

Bu çalışmada amorf karbon ince filmler cam ve silisyum alttabanlar üzerine ECR-MP yöntemi ile üretilmiş ve yapısal özellikleri için $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ dalga boyuna sahip Cu-K α kaynaklı Rigaku-2000D/Max XRD cihazı kullanılmıştır (Şekil 3.18). XRD analizleri 20-85 derece tarama aralığında, 0.4 derece/dak tarama hızında ve 0,1 derece tarama adımlarında yapılmıştır. Filamente 30 kV ve 15 mA'lık enerji uygulanmıştır. İnce filmlerden elde edilen kırınımalar neticesinde ortaya çıkan grafikler, XRD cihazını kontrol eden bilgisayarda mevcut standart JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pik listeleri ile karşılaştırılarak değerlendirilmiştir.

3.3.2. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

Binning, Quate ve Gerber tarafından 1986'da bulunan AFM, yüzey özelliklerini (morfolojisini) angstrom mertebesinde 100-150 mikrona kadar ölçen bir tekniktir. Şekil 3.19'da AFM'nin çalışma prensibi görülmektedir. Burada görülen

sivri uç (iğne) genellikle silisyum dioksitten yapılan kantilever adı verilen ve belli bir kuvvet sabitine sahip denge çubuğuna bağlanmıştır. Bu sivri uç ile numune yüzeyi taranır. Yani, denge çubuğu yüzeye yaklaştırılarak sivri uç ile yüzey arasında oluşan elektrostatik, Van der Waals, sürtünme ve manyetik kuvvet gibi güçlerin oluşmasından dolayı denge çubuğunda küçük sapmalar meydana gelir. Oluşan bu sapmanın optik araçlarla ölçülmesi ile yüzey morfolojisi tespit edilir. Böylece, büyüme modu, numune yüzeyindeki kusur tipleri ve kusur yoğunluğu hatta numunenin yüzey pürüzlülüğü hakkında bilgi edinilebilir.



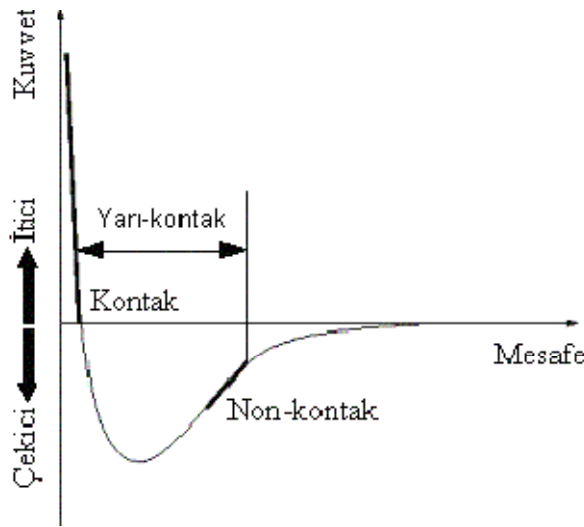
Şekil 3.19. AFM (Atomik kuvvet mikroskop) sistemi ve denge çubuğunu şematik görünüşü (Şişman İ., 2006).

AFM ölçümleri üç farklı modda gerçekleştirilir. Bunlar;

- 1) Kontak mod
- 2) non-kontak mod
- 3) yarı kontak mod

olarak sıralanır.

Bu modlar sivri uç ve yüzey arasındaki mesafeye göre belirlenir.



Şekil 3.20. Uç-numune yüzeyi arasındaki van der Waals kuvvetinin mesafe ile değişimi (Oura ve ark.)

Şekil 3.20' de görüldüğü gibi uç ve yüzey arasındaki kuvvetlerin mesafeye bağlı değişimi verilmiştir. Şekilde eğrinin sağ tarafında görüldüğü gibi, sivri uç numunenin yüzeyine yaklaştırıldığı anda sivri uç yüzey tarafından zayıf bir biçimde çekilir. Bu çekim, uç-yüzey arasındaki mesafenin azalmasıyla uç ve yüzeydeki atomların elektron bulutları ile birbirlerini elektrostatik olarak itmeye başladığı mesafeye kadar artar. Sivri uç ile yüzey arasındaki mesafenin biraz daha azalmasıyla itici kuvvet artar ve net kuvvet kimyasal bağ uzunluğu sayesinde bir mesafede sıfır olur. Böylece sivri uç ile numune yüzeyi arasında fiziksel kontak başlar. Şekildeki eğrinin sol tarafında görüldüğü gibi, bundan sonraki daha yakın mesafelerde ise itici kuvvet baskın olmaya başlar. Bu modda ya sabit yükseklikte tarama sonucu kantilever sapmasından ya da kantilever sapması sabit tutularak yüzey yükseklik değişiminden yüzey morfolojisi elde edilebilir. Kontak modda sivri uç-yüzey

arasındaki mesafe A^0 mertebesindedir. Non-kontak modda ise 50-150 A^0 mertebesindedir. Bu modda sivri uç zayıf çekici kuvvetlere tabiidir. Bu çekici kuvvet kontak moddaki kuvvetlerden daha zayıftır. Şekilde 3.20’de kuvvet-mesafe eğrisinden de görüldüğü gibi yüzey yükseklik değişimine daha az duyarlıdır. Bu nedenle bu modda kontak moddakinden farklı bir mekanizma kullanılır. Kantilever, rezonans frekansına yakın bir frekansta titreştirilerek, sivri uç numunenin yüzeyine yaklaştırıldığında frekans veya genlikteki değişimler saptanır. Non-kontak ölçümler dış titreşimlerden, uç ve kantilever kalitesinden çok etkilenir. Yarı-kontak modnon-kontakmodun biraz değişik biçimidir. Bu moddakantilever kendi rezonans frekansından titreştirilir ve uç her bir salınımında yüzey ile anlık temas sağlar. Numuneye yaklaştığında salınımın şiddetinde meydana gelen değişim esas alınır. Fakat bu modda kuvvetler non-kontak moddakinden daha yüksek olduğundan ölçüm ucun kalitesine veya dış titreşimlere karşı duyarsızdır (Çörekçi S., 2008, Şişman İ., 2006).



Şekil 3.21. AFM cihazı ve yüzey morfolojisi şekilleri.

Şekil 3.21’ de gösterilen AFM cihazı laboratuvarımızda bulunmaktadır. Üretilen ince filmlerin yüzey morfolojisindeki değişim, XE-70 AFM moleküler görüntüleme sistemi kullanılarak incelenmiştir.

3.3.3 Filmlerin Optik Özelliklerinin Belirlenmesi

Üretilen ince filmlerin optik özelliklerini belirlemek için önce oda sıcaklığındaki optik geçirgenlikleri ölçülmektedir. Bu ölçümler 190 – 1100 nm dalga boyu aralığına sahip Perkin-Elmer UV/VIS Lamda 2S Spektrometresi ile yapılmaktadır. Ölçümlerde elde edilen optik geçirgenlik değerlerinin alt taban soğurmasından bağımsız olmasını sağlamak için önce sistemin zemin düzeltmesi yapılarak camdan geçen ışınım %100 olarak normalize edilmektedir. Elde edilen geçirgenlik ve soğurma eğrilerinden, soğurma katsayısı, enerji bant aralığı, film kalınlığı, bant keskinliği Urbach kuyruğu, kırılma indisi, dağınım ve osilatör enerjileri, dielektrik sabitleri bulunabilir.



Şekil 3.22.Perkin-Elmer UV/VIS Lamda 2S Spektrometresi

3.3.3.1. Soğurma Katsayısının Hesaplanması

Soğurucu özelliğe sahip örnek üzerine tek renkli ışık demeti düşürüldüğünde gelen ışığın bir kısmının ilk yüzeyden ve diğer bir kısmında ışığın örnekten ayrıldığı yüzeyden yansıdığı gerçeği ihmal edilirse,

$$-\Delta I = I_T - I_0 = I_0 \alpha \Delta x \quad (3.4.)$$

bağıntısı elde edilir. Burada I_0 ; gelen ışığın şiddeti, I_T ; ortamdan geçen ışığın şiddeti, Δx ; ışığın geçtiği bölgenin kalınlığı, α sabiti soğurma katsayısıdır ve soğurucu ortamın ve ışığın dalga boyunun karakteristiğini gösterir. Işığın şimdi iki ya da daha fazla ince Δx kalınlığındaki tabakalardan geçtiğini düşünelim. Soğurma katsayısı, verilen materyalin karakteristiğini gösterecek ve gelen ışın şiddetinden bağımsız olacaktır. Böylece Δx kalınlığındaki plakanın arkasına yerleştirilen ikinci plaka ile ilk plakadan geçen ışığın şiddeti biraz daha az azalacaktır. Fakat buraya gelen ışık şiddeti birinciye gelenden az olacağından daha az kayıp olacaktır. Fakat mutlak kayıp az olsa da her iki tabakadan olan ışık kaybı oranı eşit olacaktır. Bu N tabaka olsa da geçerli olur. Bu durumda aşağıdaki bağıntılar elde edilecektir.

$$\Delta I = -I_0 \alpha \Delta x \quad (3.5.)$$

$$\alpha = -\frac{\Delta I}{I_0 \Delta x} \quad (3.6.)$$

Burada α soğurucu materyalin her birim kalınlıktan kaynaklanan azalma oranını veya soğuruculuğunu göstermektedir. Katmanları dx gibi çok küçük kalınlıklara indirgersek, ışık her katmanı geçerken soğurulan ilk ışık şiddeti oranının kesri olan

$\frac{dI}{I_0}$ oranı böylece ;

$$\frac{dI}{I_0} = -\alpha dx \quad (3.7.)$$

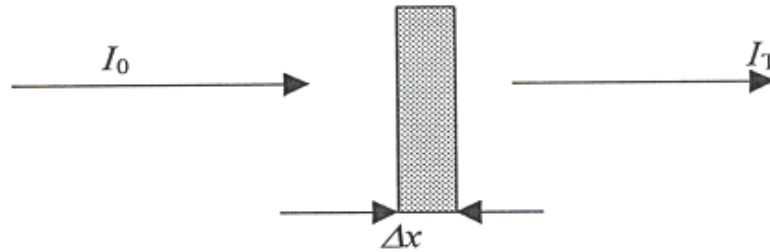
şekline gelecektir. Toplam x kalınlığından geçen ışık şiddetindeki azalmayı bulmak için bu ifade, $x=0$ da I_0 ve $x=x$ de I_T olmak üzere entegre edilirse;

$$\int_0^x \frac{dI}{I_0} = -\alpha \int_0^x dx \quad (3.8.)$$

$$\ln\left(\frac{I_T}{I_0}\right) = -\alpha x \quad (3.9.)$$

$$I_T = I_0 e^{-\alpha x} \quad (3.10.)$$

Elde edilen bu üssel soğurma yasasıdır ve Lambert tarafından geliştirilmiştir.



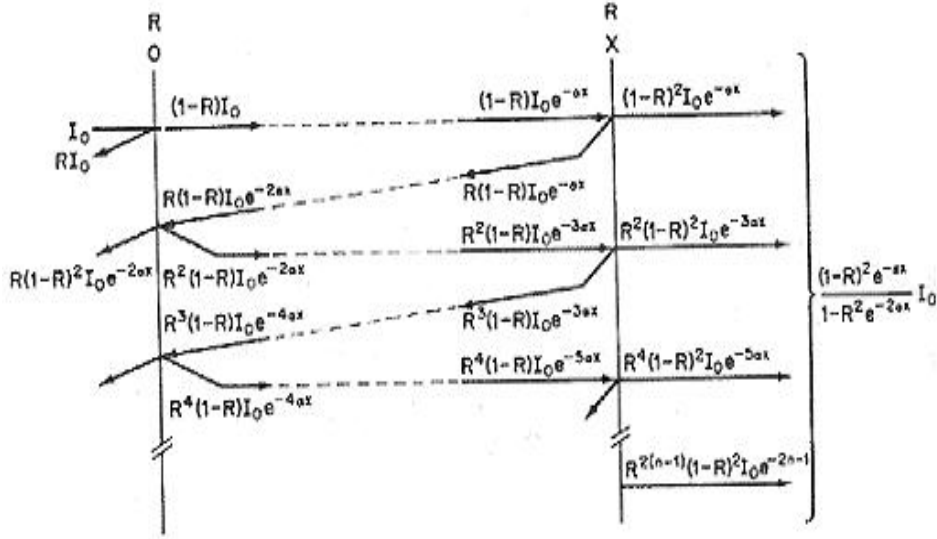
Şekil 3.23. İnce bir tabakadaki soğurma (Meyer, 1972).

Buradan gördüğümüz gibi soğurma için Beer-Lambert yasası:

$$\alpha = \frac{I}{I(l)} \frac{dI(l)}{dx} \quad (3.11.)$$

şeklinde yazılabilir. Burada $I(\lambda)$ ışık şiddetini, x ortam içinde gidilen yolu ve α soğurma katsayısını göstermektedir.

Toplam geçirgenliği ince bir film için bulmak için şekilde gösterildiği gibi iki bölge alabiliriz.



Şekil 3.24. İnce bir filmde çok yansımali ışık geçirimi. (Pankove, 1971)

Girişim ihmal edildiği zaman d kalınlığındaki bir ince filme I_0 şiddetinde tek renkli ışık düşürülürse film içine giren ışık miktarı I ;

$$I = (1 - R) I_0 \quad (3.12.)$$

şeklinde yazılabilir. İkinci bölgeye ulaşan ışık şiddeti ise;

$$I = I_0 (1 - R) e^{-\alpha d} \quad (3.13.)$$

şeklindedir. Filminden geçen ışık miktarı;

$$I = I_0 (1 - R)^2 e^{-\alpha d} \quad (3.14.)$$

olur. Bu şekilde iç yansımalar devam ettirilirse yansıyan ışık miktarının her yansımada bir;

$$I = R^{2n} (1 - R)^2 I_0 e^{-(2n+1)ad} \quad (3.15.)$$

terimi kadar arttığı görülür. Bu artış göz önüne alındığında filmin toplam ışık geçirgenliğinin;

$$I = (1 - R)^2 I_0 e^{-ad} \left(\sum_r R^{2n} e^{-2n\alpha d} \right) \quad (3.16.)$$

olduğu görülür. Bu geometrik bir seridir. Böylece toplam geçirgenlik örnek tarafından yansıtılan ışık şiddetinin örnek üzerine gelen ışık şiddetine oranı şeklinde tanımlanır.

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (3.17.)$$

Bu iç yansımalar şekilde gösterildiği gibi devam ettirilirse toplam geçirgenlik;

$$T = \frac{(1 - R)^2 e^{-ad}}{1 - R^2 e^{-2ad}} \quad (3.18.)$$

şekline indirgenir. Bu son denklemde çok soğurucu bölge için $d \gg 0$ yaklaşımı yapıldığında;

$$T = (1 - R)^2 e^{-ad} \quad (3.19.)$$

T, daha sade bir hal alır. Burada eğer R ve d bilinirse, eşitlik a için çözülebilir.

$$A = \log_{10} \left(\frac{1}{T} \right) \quad A = -\log_{10} T \quad (3.20.)$$

$$T = (1 - R)^2 e^{-ad} \quad (3.21.)$$

$$2.3 \log_{10} T = \ln[(1 - R)^2 e^{-ad}] \quad (3.22.)$$

$$-2.3A = \ln(1 - R)^2 - a d \quad (3.23.)$$

$$\alpha = \frac{1}{d} [2.3A + \ln(1 - R)^2] \quad (3.24.)$$

elde edilir. Soğurma katsayısı, denklemdeki R yansıma değeri içeren kısmı ihmal ederek hesaplanmaktadır. A ifadesi spektrometreden aldığımız soğurma verileridir. Kısaca,

$$a = \frac{1}{d} [2.3A] \quad (3.25.)$$

olur.

Optik geçirgenliğe bağlı soğurma katsayısı hesaplama formülü ise,

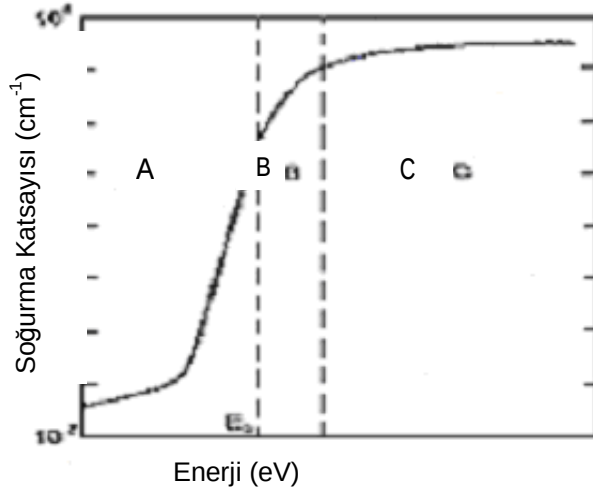
$$a = -\frac{1}{d} \left[\ln\left(\frac{T}{100}\right) \right] \quad (3.26.)$$

şeklinde hesaplanır (Kara, 2008).

3.3.3.2. Yasak Enerji Aralığının Bulunması

Amorf bir yarıiletkenin soğurma katsayısının enerjiye göre değişimi şekil 3.25’de görülmektedir. Burada işaretlenen A bölgesi enerji aralığındaki yapı kusurlarının oluşturduğu elektron enerji durumlarına bağlı soğurma olup $\alpha < 1 \text{ cm}^{-1}$ dir. B bölgesi Urbach kuyruğu denen değerlik ve iletkenlik bandı elektron enerji durumlarının uzantılarının oluşturduğu ($1 < \alpha < 10^4 \text{ cm}^{-1}$) bölgedir. Bu bölgeler arasındaki sınırlar kesin değil, iç içe girmiş haldedir. Yarıiletkenin yasak enerji

aralığı B bölgesine düşer. Ölçülen soğurma katsayısından E_g aşağıdaki yöntem ve yaklaşımlar kullanılarak hesaplanabilir. C bölgesi ise banttı bantta geçişlerin oluşturduğu bölge olup fotoiletkenlik yöntemiyle bile tamamı ölçülemeyen $\alpha > 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$ bölgesidir.



Şekil 3.25. Amorf bir yarıiletkenin soğurma katsayısının enerji ile değişimi. (Mott, 1979)

Dolaylı bant aralıklı yarıiletkenlerde soğurma katsayısı olarak

$$\alpha(h\nu) = A^* (h\nu - E_g \pm \hbar\Omega)^2 \quad (3.27.)$$

ifadesi kullanılır. Burada A, soğurma E_g , yasak enerji aralığıdır (Pankove, 1971). Buradan soğurma katsayısının enerjiyle çarpımının karekökünün enerjiye karşı çizilen $((\alpha E)^{1/2} - E)$ grafiğinin teğetinin enerji eksenini kestiği nokta E_g yasak enerji aralığını verir.

3.3.3.3. Film Kalınlığının Belirlenmesi

Filmin soğurma katsayısı literatür araştırmalarından doğrudan belirlenerek kalınlık hesabı yapılır. Cam üzerine depolanan ince film için 300 nm dalga boyuna

karşılık gelen soğurma katsayısı 10^5 olarak belirlenip kalınlık hesabı denklem (3.28) kullanılarak hesaplanır (X.T. Zhou ve ark, 2000).

$$d = \frac{1}{a} (2.3 * A) \quad (3.28.)$$

Burada A soğurma, a soğurma katsayısı ve d filmin kalınlığıdır. Ayrıca, filmlerin dakikadaki büyüme hızı (nm/dak) elde edilen kalınlık değerleri kullanılarak hesaplanabilir.

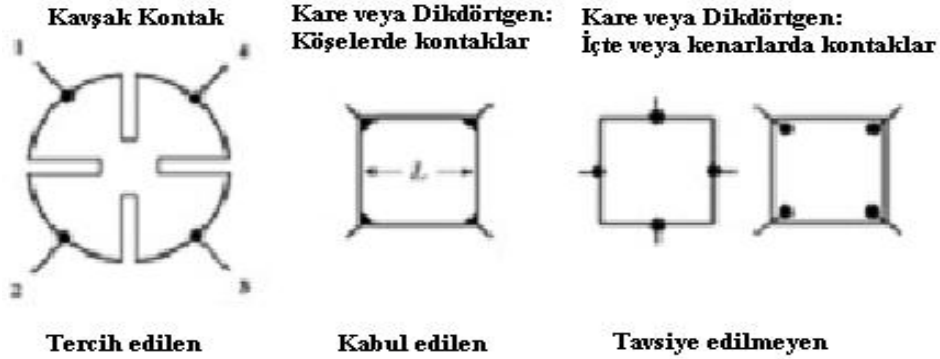
3.3.4. Hall Analizi

3.3.4.1. Hall Etkisi Olayı

Bir yarıiletkende taşıyıcı yoğunluğu safsızlık yoğunluğundan farklı olabilir. İyonize safsızlık yoğunluğu, sıcaklığa ve safsızlık enerji düzeyine bağlıdır. Taşıyıcı yoğunluğunu direkt olarak ölçmenin bir yolu da Hall olayı metodudur. Hall olayı aynı zamanda değişik yük taşıyıcılarının varlığının ortaya çıkmasında uygun bir yöntemdir. Çünkü ölçüm direk olarak taşıyıcı tipini belirlememize yardımcı olur (Erdoğan, 2010).

3.3.4.2. Örnek Geometrisi

Yarıiletken malzemenin ince tabakalarından örneklerin üretilmesi ve şekil 3.28'de gösterildiği gibi uygun geometrilere adapte edilmesi tercih edilen bir durumdur. Kontakların ortalama çapları (D) ve örnek kalınlığı (d), kontaklar arası uzaklık (L) den daha küçük olmalıdır.



Şekil 3.26. Hall ölçümünde kullanılan örnek geometrileri

Gerekli donanımlar aşağıdaki gibi sağlanmalıdır.

- Kalıcı magnet veya elektromagnet (500-5000 Gauss)
- Sabit akım kaynağı ($10 \mu A$ ' den $100 mA$ ' e)
- Yüksek giriş impedans voltmetresi ($1 \mu A$ ' den $1V$ ' ye)
- Örnek sıcaklık ölçüm probu (Yüksek doğrulukla çalışmak için $0.1^\circ C$ çözünürlük)

3.3.4.3. Direnç Ölçümleri için Tanımlar

Dört iletken tel, örnek üzerindeki dört omik kontakta Şekil 3.28' deki gibi saat yönünün tersinde 1, 2, 3, 4 ile gösterildiği gibi bağlanır. Termomanyetik etkileri minimize etmek için dört iletken telin hepsi aynı gruptan seçilmelidir. Benzer şekilde dört omik kontak da aynı malzemeden oluşmalıdır.

Aşağıdaki parametreleri tanımlayacak olursak (Şekil 3.26)

ρ = Örnek direnci (Ωcm)

d = İletken tabaka kalınlığı (cm)

I_{12} =Kontak 1' den girip kontak 2 den çıkan pozitif dc akımı I , benzer şekilde diğerleri de $I_{23} I_{34} I_{41} I_{21} I_{14} I_{43} I_{32}$ (A) olarak gösterilecektir.

V_{12} =manyetik alan yok iken ($B = 0$), 1 ve 2 kontakları arasındaki dc gerilimi ($V_1 - V_2$), benzer şekilde diğerleri de V_{23} , V_{34} , V_{41} , V_{21} , V_{14} , V_{43} , V_{32} (V) olarak gösterilecektir (Erdoğan, 2010).

3.3.4.4. Hall Ölçümü İçin Tanımlar

Hall ölçümü manyetik alan varlığında gerçekleştirilir ve eğer tabaka kalınlığı biliniyorsa, tabaka taşıyıcı yoğunluğu n_s ve hacimsel taşıyıcı yoğunluğu n veya p' yi belirlemeye yarar. Hall gerilimi kalın ve aşırı katkılanmış örnekler için oldukça küçük olabilir (mikrovoltlar civarında) Bugün iyi özellikli voltmetreler kullanıldığından Hall geriliminin küçük olması doğru ölçüm sonuçları almamızı etkilememektedir. Fakat kontakların simetrik olmayan yerleşimi, örnek şekli ve düzensiz sıcaklık dağılımı birçok probleme sebep olabilir. Bu problemleri aşmak için Hall ölçümlerinin iki setini kurmak gerekmektedir. Buna göre ilgili tanımlar şu şekildedir.

I_{13} = Kontak 1' den giren ve kontak 2' den çıkan bir dc akımı enjekte edilir. Benzer Şekilde, I_{31} , I_{42} , I_{24} .uygulanır.

B = Sabit ve düzgün manyetik alan şiddeti z eksenine paralel sağlanır

Pozitif z eksen yönünde B pozitif

Negatif z eksen yönünde B negatif

$V_{24P} = I_{13}$ akımı için pozitif manyetik alanla birlikte 2 ve 4 telleri arasında ölçülen Hall gerilimi, benzer şekilde diğerleride V_{42P} , V_{13P} , V_{31P} şeklindedir.

Bezer tartışmalar tersine çevrilmiş manyetik alanın varlığında yapılırsa V_{24N} , V_{42N} , V_{13N} , V_{31N} gerilimleri ölçülür (Erdoğan, 2010).

3.3.4.5. Hall Etki Ölçüm Sistemi ve Ölçme Tekniği

Hall Etkisi ölçümünü yapmak için Şekil 3.27'de gösterilen bilgisayar kontrollü HMS3000 sistemi kullanılmıştır.



Şekil 3.27. Hall ölçüm sistemi

Hall ölçümleri için işlemler aşağıdaki gibi olacaktır.

- Pozitif bir B uygulanır
- 1 ve 3 tellerine bir I_{13} akımı uygulanır ve V_{24P} Hall gerilimi ölçülür.
- 3 ve 1 tellerine bir I_{31} akımı uygulanır ve V_{42P} ölçülür.
- Manyetik alan tersine çevrilir (negatif B)
- Sırasıyla I_{13} , I_{31} , I_{42} ve I_{24} ile birlikte V_{24N} , V_{42N} , V_{13N} ve V_{31N}

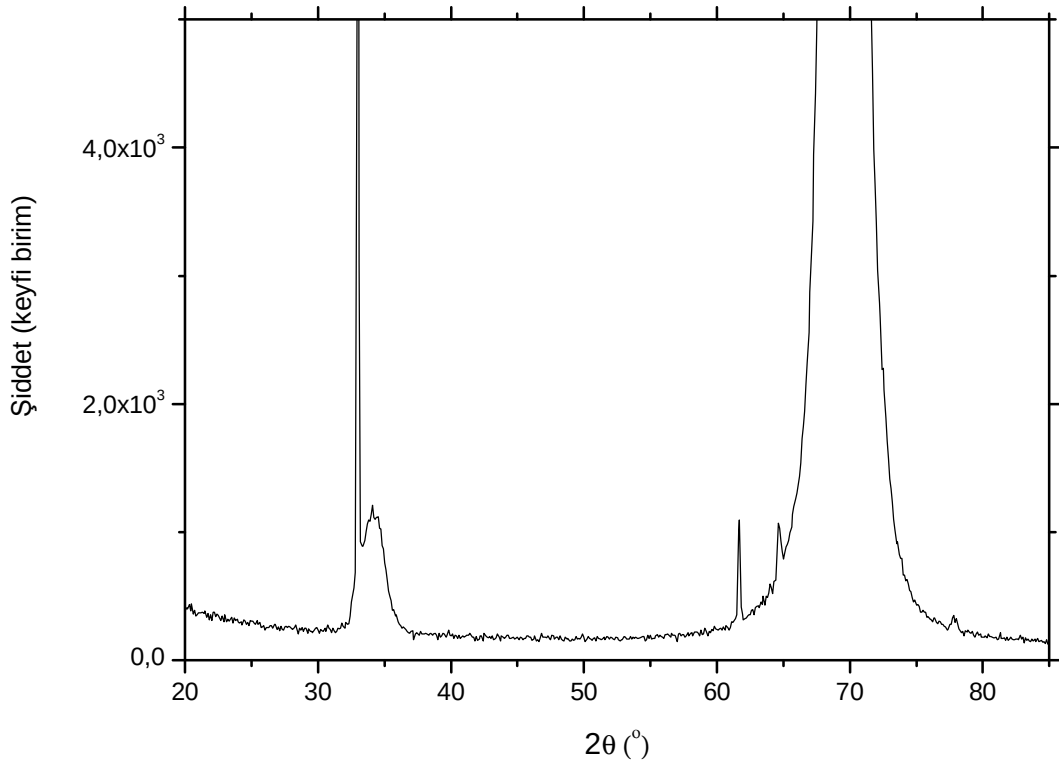
ölçümleri yapılır.

Yukarıdaki sekiz Hall gerilim ölçümleri “ V_{24P} V_{42P} , V_{13P} , V_{31P} , V_{24N} , V_{42N} , V_{13N} ve V_{31N} ” örneğin tipini (n veya p) ve tabaka taşıyıcı yoğunluğu n_s 'yi belirlemeye yarar. Hall mobilitesi, tabaka yoğunluğu n_s ve direnç ölçümünden sağlanan R_s belirlenerek bulunur (Erdoğan, 2010).

4. ARAŞTIRMA VE BULGULAR

4.1. Karbon Bazlı İnce Filmlerin X-Işını Çalışmaları

XRD yöntemi kullanılarak ECR-MP sistemi ile elde edilen filmlerin X-ışını analizi laboratuvarımızda bulunan Rigaku RadB difraktometre sistemi ($\text{CuK}\alpha_1$, 1.5405 Å, 30 kV, 15 mA, tarama hızı 0.4 derece/dakika) kullanılarak 20°-85° difraksiyon açısı (2θ) aralığında yapıldı.

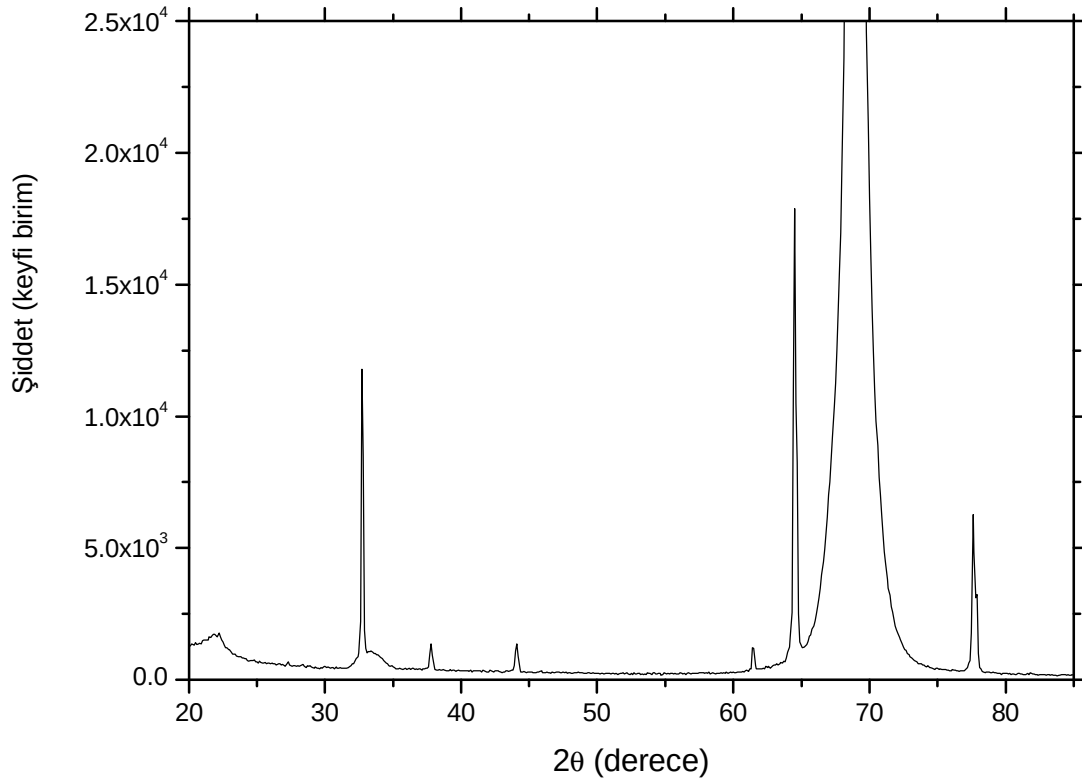


Şekil 4.1. 1×10^{-4} Torr basınçta 125W güçte 1 saat süre ile silisyum alttaban üzerine depolanan filmin X-ışını kırınım deseni.

Şekil 4.1’de görülen XRD spektrumu incelendiğinde $2\theta=33, 34.1, 61.7, 64.6, 69.1, 77.8$ değerlerinde pikler gözlenmektedir. $2\theta=33$ ve 69.1 de gözlenen pikler sırasıyla (200) ve (100) silisyum alttabana ait piklerdir (Zhang ve ark., 2006; Kayani ve ark., 2009). Tablo 4.1’de X-ışını kırınım desenlerinin incelenmesiyle elde edilen değerler ve film özellikleri görülmektedir.

Tablo 4.1 XRD analiz sonuçlarının değerlendirilmesi.

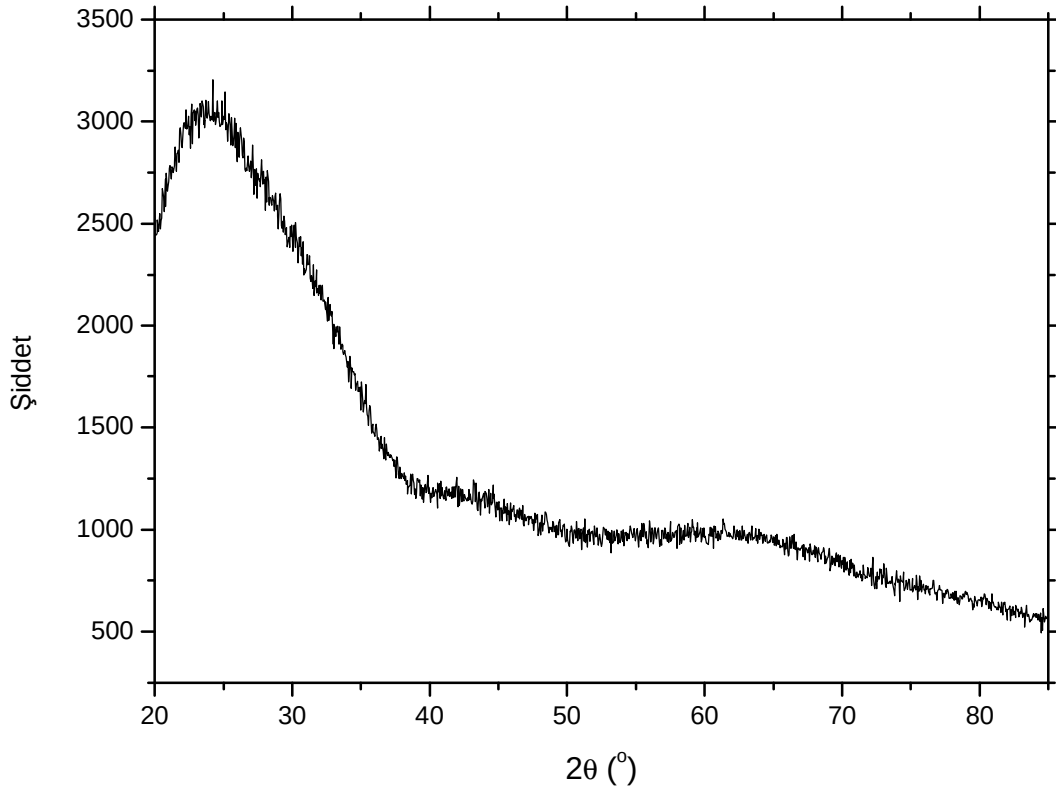
Açı (2θ)	34.1	61.7	64.6	77.8
Yarı maksimum genişlik (FWHM)	1.98	0.21	1.4	0.46
Atama	(10 $\bar{1}$ 1)	(10 $\bar{1}$ 12)	(10 $\bar{1}$ 11)	(110)
Film tipi	8H-SiC	8H-SiC	8H-SiC	Grafit
Tanecik büyüklüğü, D (nm)	4.01	37.8	5.67	16.2
Düzlemler arası uzaklık d (nm)	0.26	0.15	0.14	0.12
Araştırmacılar	(Qamar ve ark, 2011)	(Qamar ve ark, 2011)	(Qamar ve ark, 2011)	(Milev ve ark, 2008)

Şekil 4.2. 1×10^{-4} Torr basınçta 100 W güçte 6 saat süre ile silisyum alttaban üzerine depolanan tavlanmış filmin X-ışını kırınım deseni.

Şekil 4.2’de görülen XRD spektrumu incelendiğinde $2\theta=21.9$, 32.7 , 37.8 , 44.055 , 61.4 , 64.5 , 69.1 , 77.6 değerlerinde pikler gözlenmektedir. $2\theta=21.9$ açısına ait pikin yönelimi bulunamamıştır. Ancak alttabana ait olmadığı bilinmektedir. Literatur araştırmalarından $2\theta=32.7$, ve 69.1 açılara ait piklerin silisyum alttabana ait olduğu anlaşılmıştır (Zhang ve ark., 2006; Kayani ve ark., 2009). Tablo 4.2’de X-ışını kırınım desenlerinin incelenmesiyle elde edilen değerler ve film özellikleri görülmektedir.

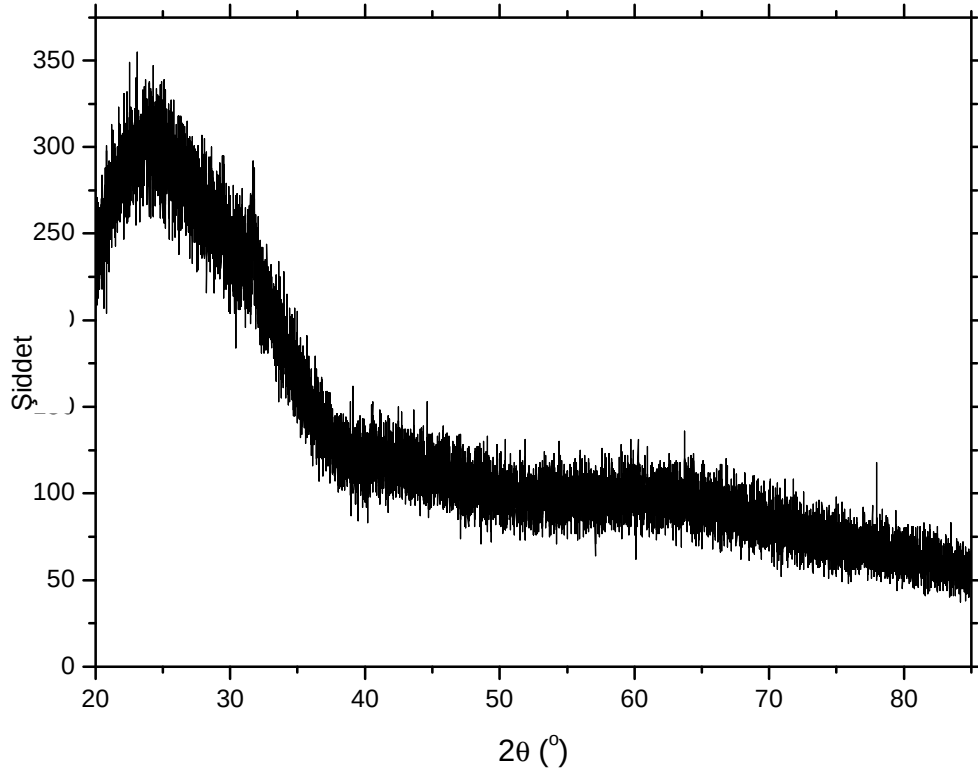
Tablo 4.2. XRD analiz sonuçlarının değerlendirilmesi.

Açı (2θ)	37.8	44.055	61.4	64.5	77.6
Yarı maksimum genişlik (FWHM)	0.17	0.19	0.22	0.13	0.17
Atama	(400)	(111)	(101)	(101)	(110)
Film tipi	SiC	DLC	8H-SiC	8H-SiC	Grafit
Tanecik büyüklüğü, D (nm)	46.7	42.7	36.1	61.08	46.1
Düzlemler arası uzaklık d (nm)	0.24	0.21	0.15	0.14	0.12
Araştırmacılar	(Kim ve ark, 2007)	(Pang ve ark, 2010; Patsalas ve ark, 2001; Roy ve ark, 2010)	(Qamar ve ark, 2011)	(Qamar ve ark, 2011)	(Milev ve ark, 2008)



Şekil 4.3. 1.5×10^{-4} Torr basıncında, 125 W güçte, 40 dakikada cam üzerine depolanan karbon bazlı filmin X-ışını kırınım deseni.

Şekil 4.3’de görülen X-ışını kırınım deseninden cam alttaban üzerine depolanan filmin hidrojenize tetragonal amorf karbon yapıda olduğu anlaşıldı. Aksine şekil 4.1’de görüldüğü gibi silisyum alttaban üzerine depolanan filmin kristal yapıda olduğu görülmüştür. Sonuç olarak tek kristal üzerine yapılan örneklerin daha düzenli olduğu, karışık fazlı olduğu ve karbon iyonlarının silisyum alttaban ile etkileşerek ilk oluşan tabakalarda silisyum karbür oluşturduğu görüldü.

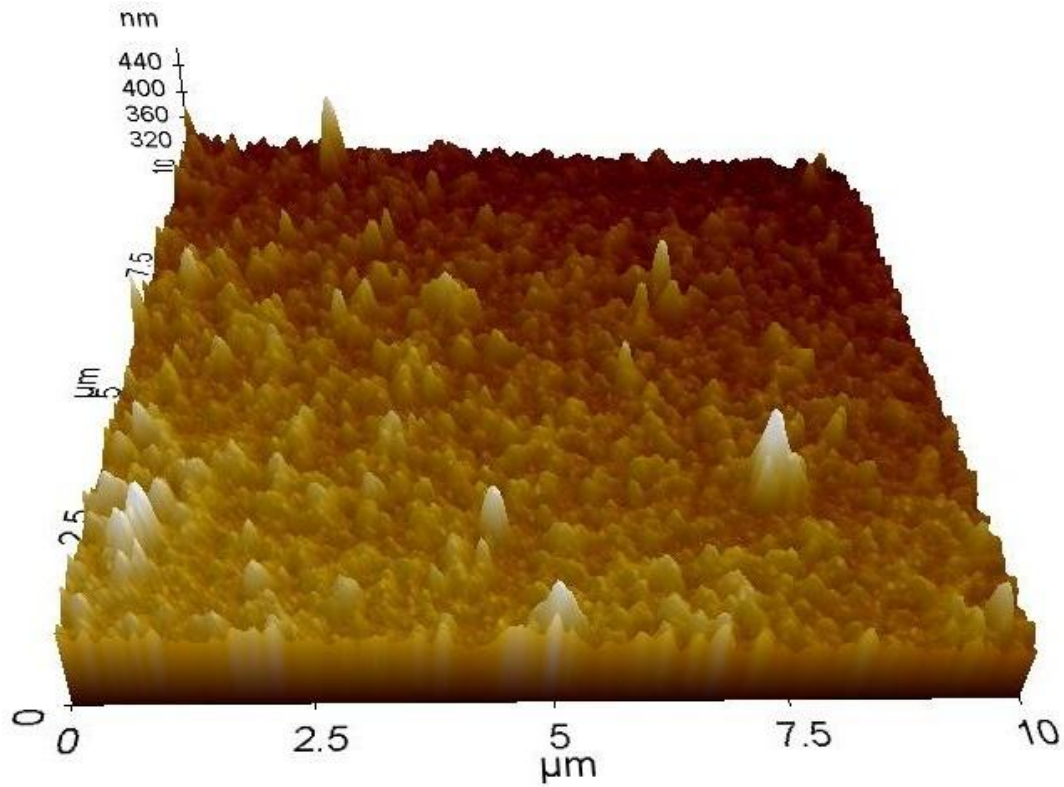


Şekil 4.4. 1.8×10^{-4} Torr basınçta 100 W gücünde 1 saat süre ile cam üzerine depolanan karbon bazlı filmin X-ışını kırınım deseni.

Şekil 4.4’de görülen X-ışını kırınım deseninde $2\theta=31.72^\circ$ civarında bir pik tespit edildi. Bu pikin literatür araştırmalarından karbona ait olduğu tespit edilmiştir (Roy ve ark.). Yapılan hesaplamalar sonucunda tanecik büyüklüğü (D), 41.7 nm ve düzlemler arası uzaklığı (d), 0.28 nm olarak bulunmuştur.

4.2. Karbon Bazlı İnce Filmlerin Morfolojik Özellikleri

Laboratuvarımızda bulunan XE-70 AFM moleküler görüntüleme sistemi ile üretilen ince filmlerin yüzey morfolojisindeki değişim görüntüleri alındı.



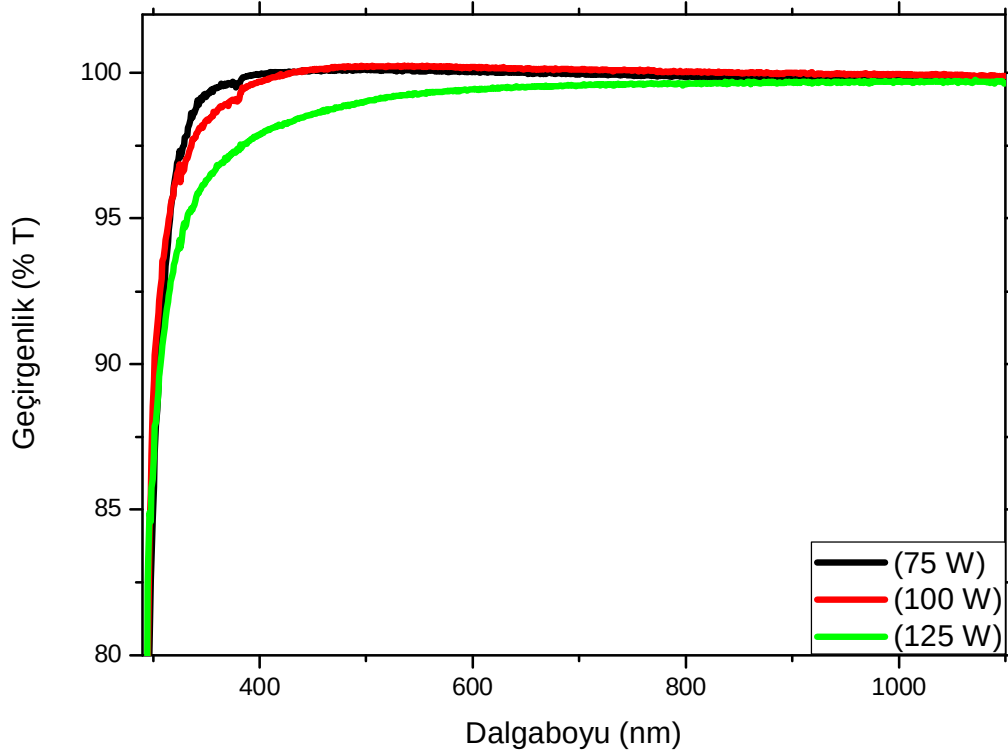
Şekil 4.5. 1×10^{-4} Torr basınçta, 100 W güçte, 1 saat süre ile cam alttaban üzerine depolanan filmin AFM görüntüsü.

Şekil 4.5'deki AFM görüntüsü incelendiğinde karbon film tabakasının yüzeye düzgün şekilde kaplandığı ve boşluk bırakılmadığı görünmektedir. Tepe ve çukur değerleri ± 350 nm değerinde olduğu görülmektedir. Düzgün granülleşme görülmektedir. Düzlem dışında taşan tepeleşme 1×1 μm de 10 adet civarında sayılmıştır. Bu tepecikler de çok küçük standart sapma içindedirler.

4.3 ECR-MP Yöntemi İle Elde Edilen Karbon Bazlı İnce Filmlerin Optik Özellikleri

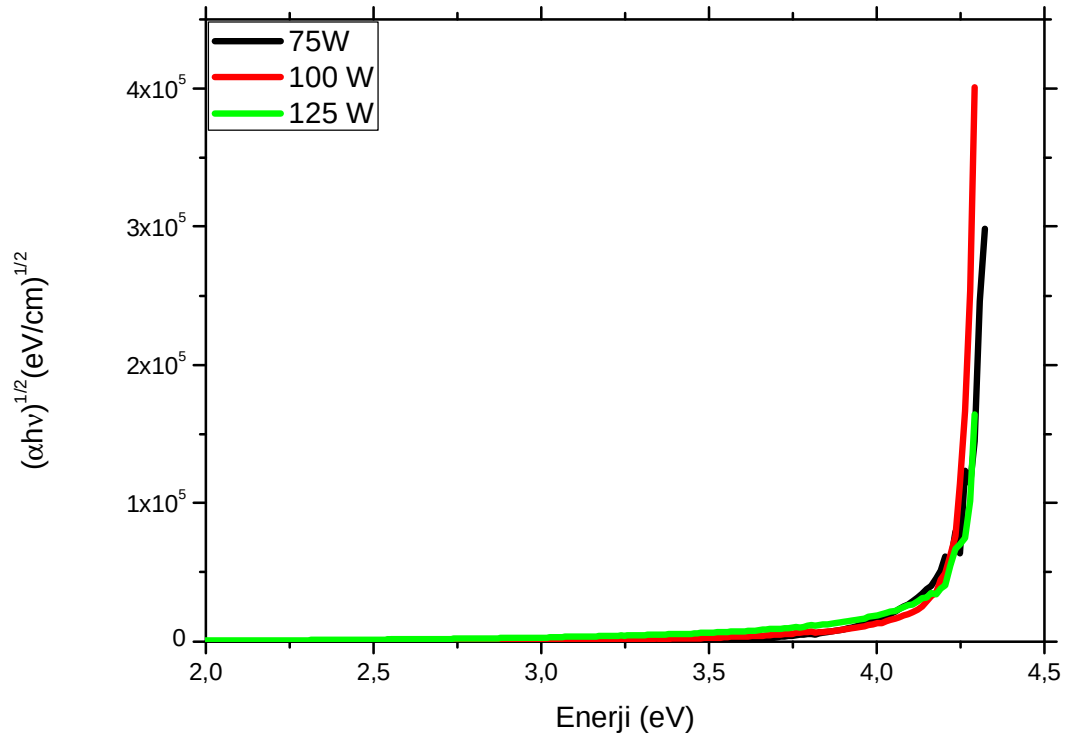
ECR-MP sistemi kullanılarak üretilen karbon bazlı ince filmlerin optik özelliklerini belirlemek için oda sıcaklığında optik geçirgenlik ve soğurma spektrumları alındı. Bu ölçümler 190 – 1100 nm dalga boyu aralığına sahip Perkin-Elmer UV/VIS Lambda 2S Spektrometresi ile yapıldı. Ölçümlerde elde edilen optik

geçirgenlik değerlerinin alt taban soğurmasından bağımsız olmasını sağlamak için önce sistemin zemin düzeltmesi yapılarak camdan geçen ışınım %100 olarak normalize edildi. Dalga boyuna bağlı olarak optik geçirgenlik ölçümlerinden elde edilen filmlerin görünür bölgede % 90'ın üzerinde geçirgen oldukları saptandı.



Şekil 4.6. 1×10^{-4} Torr basınçta, 75, 100 ve 125W güçlerinde 1saat süre ile elde edilen filmlerin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği.

Şekil 4.6'da görüldüğü gibi, basınç aynı tutulup sadece plazma gücü değiştirilerek 1 saat süre ile elde edilen filmlerin optik ölçümleri yapılmıştır. Şekil 4.6'da üretilen filmlerin 400 nm'den yüksek değerlerde geçirgenlik %100'e yakındır. 400 nm'den daha düşük değerlerde bir düşme gözlenmektedir. Geçirgenliğin yüksek olması filmlerin çok ince olduğunu göstermektedir. Burda güç arttırıldıkça geçirgenliğin azaldığı gözlenmiştir. 100 ve 125 W'ta üretilen filmler de ince olmakla birlikte 75 W'ta üretilen film diğerlerine göre daha yüksek bir geçirgenliğe sahiptir.



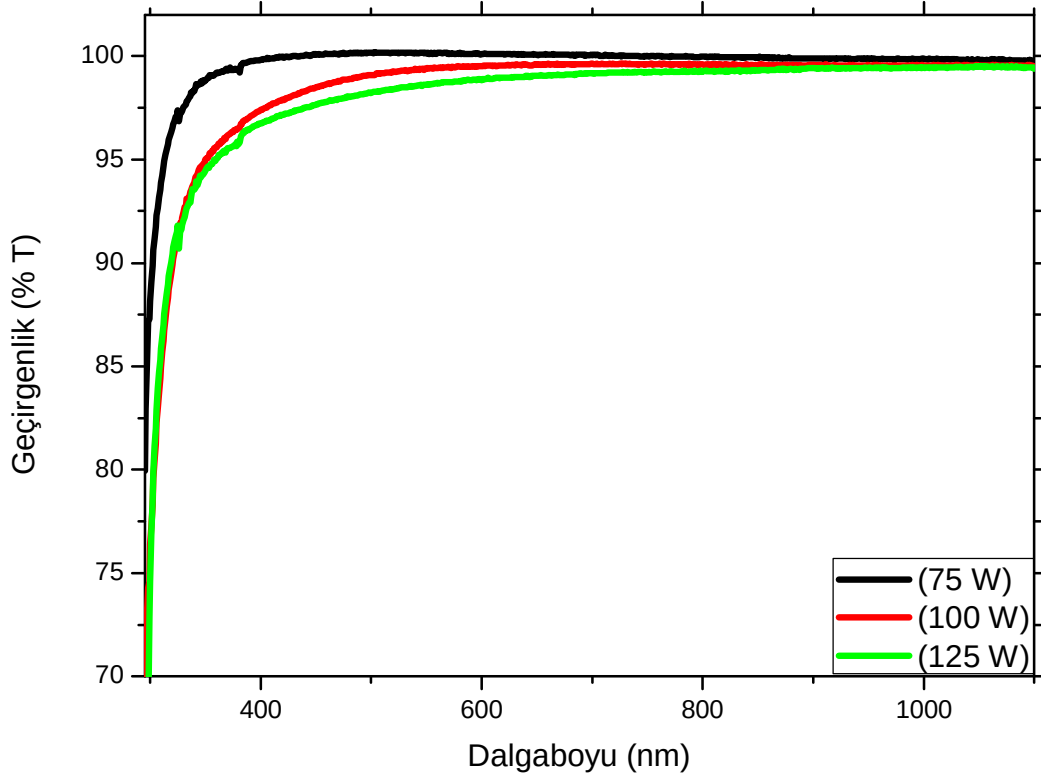
Şekil 4.7. Farklı güç değerlerinde ve 1×10^{-4} Torr basınçta 1 saat süre ile elde edilen filmlerin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi.

Not: Analizi yapılmış örneklerin numaraları tablolarda koyu tonla gösterilmiştir.

Tablo 4.3. 1×10^{-4} Torr basınçta farklı güçlerde 1 saat süre ile elde edilen ince filmlerin yasak enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinliği.

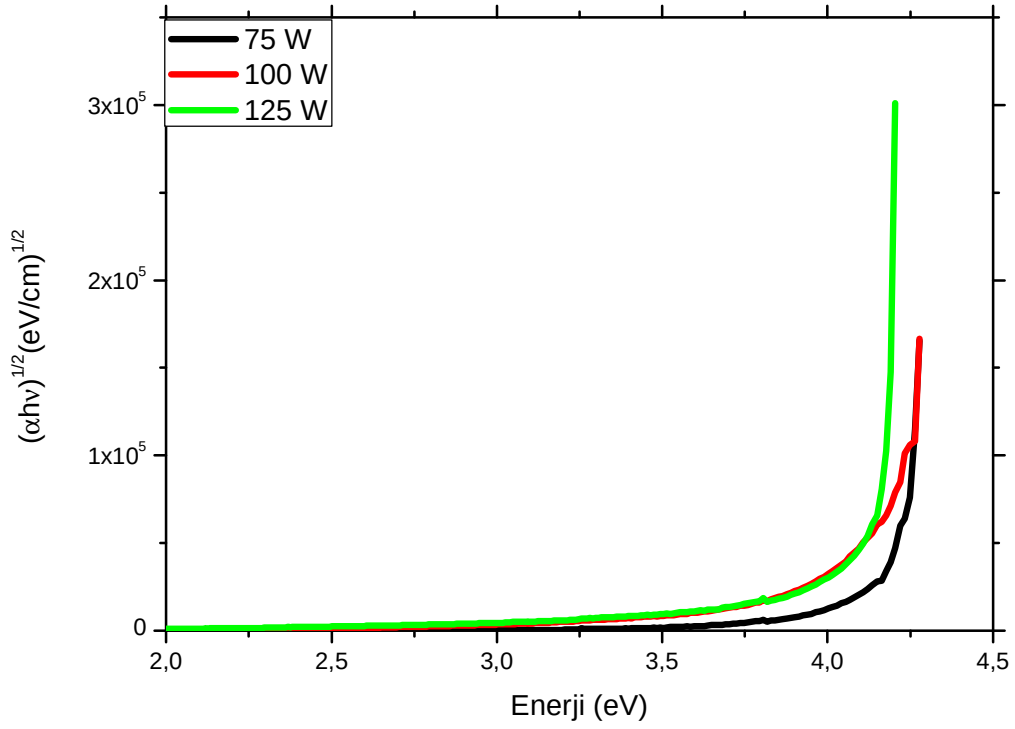
Filmin adı	Süre	Plazma gücü (Watt)	Yasak enerji bant aralığı (eV)	Bant kenarı keskinliği (cm/eV) ^{-1/2}
S-45	1 saat	75	4.30	1.2×10^6
S-47	1 saat		4.1	2.8×10^6
S-23	1 saat	100	2.91	5.6×10^4
S-43	1 saat		4.25	6.4×10^6
S-29	1 saat	125	2.82	3.5×10^3
S-30	1 saat		4.26	3.2×10^6

S-45, S-43 ve S-30 nolu filmlerin geçirgenliğin dalgaboyuna karşı eğrisi ve $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E' ye karşılık grafikleri şekil 4.6 ve şekil 4.7'de verilmiştir. Bu filmlerin yasak enerji bant aralığı hesaplamaları ve bant kenarı keskinlikleri Tablo 4.3'de verilmiştir. Tablonun incelenmesinden bant kenarı keskinliğinin yasak enerji aralığına sıkı bağlı olduğu görülmektedir. Sentezlenen örnekler içerisinde tetrahedral bağlı amorf yapı, grafit yapı ve elmas özellikli yapı birlikte görülebilmektedir. Yasak enerji aralığı ne kadar büyükse filmin kristalografik özelliğinin elmasımsı yapıya (DLC) yakın olduğu söylenebilir. Bu filmlerin bant kenarı keskinlikleri de 10^6 gibi büyük değerler aldığı görülmektedir. İletkenliği yüksek, yasak enerji aralığı düşük filmlerde ise bant kenarı keskinliği 10^3 değerlerine düşmektedir. Bant kenarı keskinliği Urbach kuyruklanmasının bir göstergesi, ölçümü olduğu için düşük yasak enerjili filmlerin daha çok yapı kusurları içerdiği görülmektedir.



Şekil 4.8. 8×10^{-5} Torr basınçta, 75, 100 ve 125W güçlerinde 1 saat süre ile elde edilen filmlerin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği.

Şekil 4.8’de görüldüğü gibi, basınç 8×10^{-5} Torr’a düşürülerek aynı güç değerlerinde elde edilen filmlerin optik ölçümleri yapılmıştır. Şekil 4.6’da 1×10^{-5} Torr basıncında elde edilen filmlerin optik geçirgenlik eğrileriyle kıyaslandığında çok fazla bir değişikliğin meydana gelmediği gözlenmiştir. Basıncın düşürülmesi yüzde geçirgenlikte ciddi bir değişiklik meydana getirmemiştir.



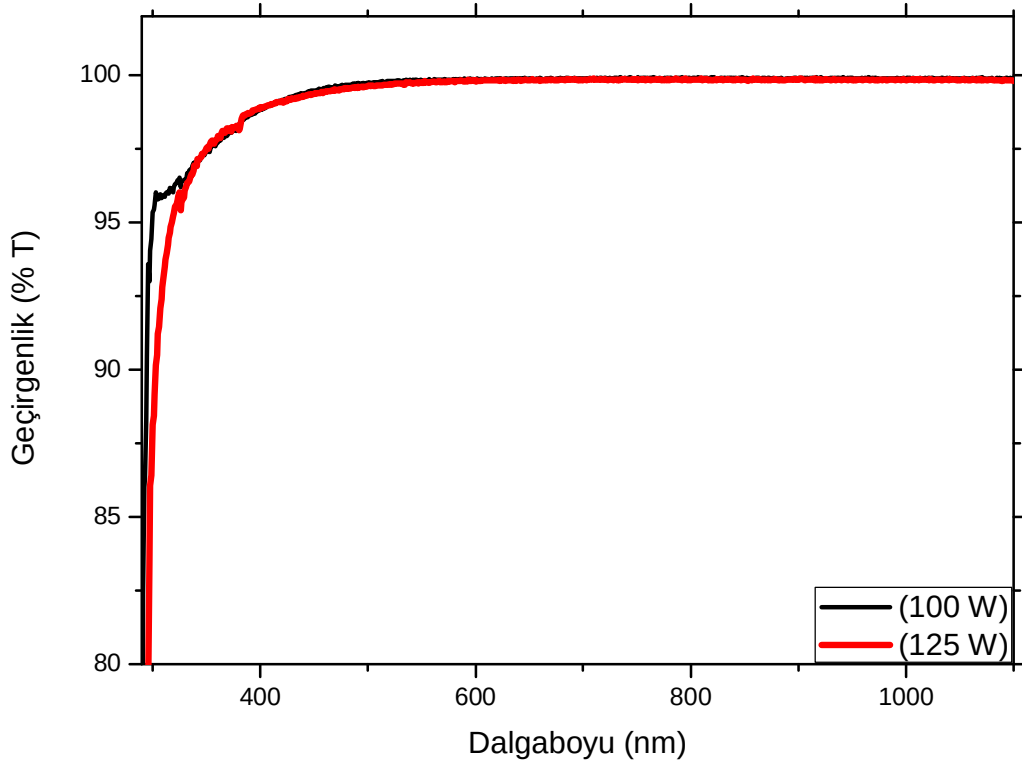
Şekil 4.9. 8×10^{-5} Torr basınçta 75 W, 100 W ve 125 W güçlerinde 1 saat süre ile elde edilen filmlerin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi.

Şekil 4.7 ve şekil 4.9’da doğrudan olmayan optik geçişlere sahip olan karbon ince filmlerin optik enerji aralığını belirlemek için $(\alpha h\nu)^{1/2}$, nin enerjiye karşı grafiği çizilerek elde edilen eğriye çizilen teğetin enerji eksenini kestiği noktaya göre yasak enerji aralığı kestirimi yapılmıştır.

Tablo 4.4. 8×10^{-5} Torr basınçta farklı güçlerde 1 saat süre ile elde edilen ince filmlerin enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinliği.

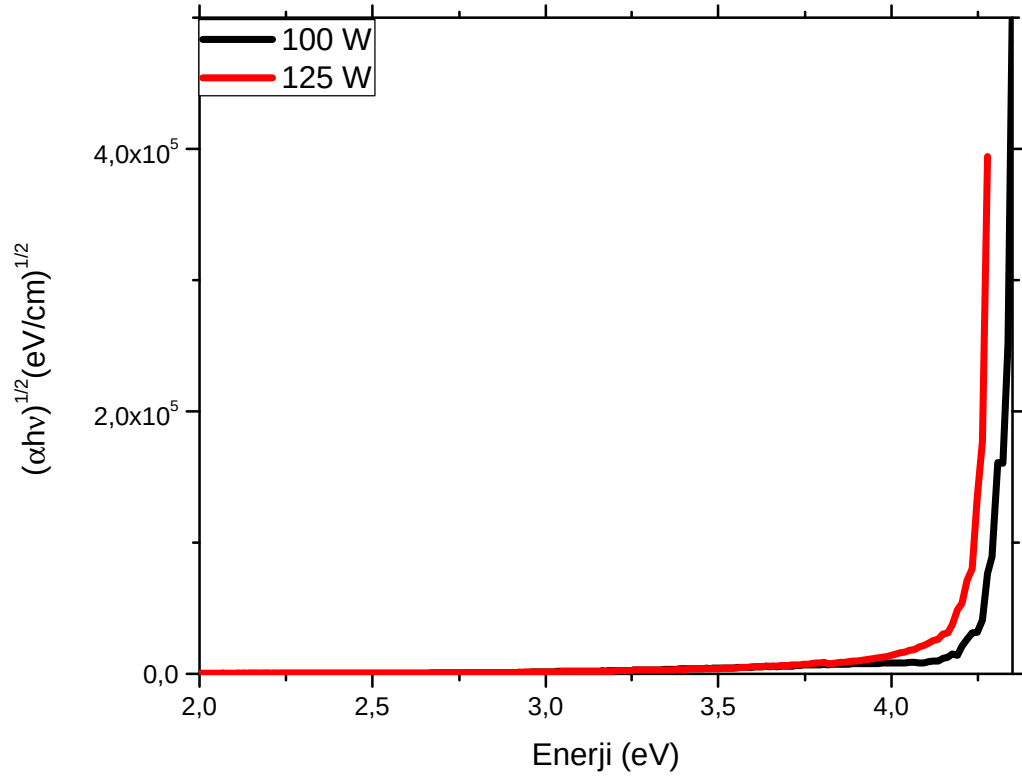
Filmin adı	Süre	Plazma gücü (Watt)	Yasak enerji bant aralığı (eV)	Bant kenarı keskinliği (cm/eV) ^{-1/2}
S-31	1 saat	50	4.13	17.4×10^5
S-25	1 saat	75	4.23	3.06×10^6
S-42	1 saat		4.3	1.07×10^6
S-24	1 saat	100	4.07	4.8×10^5
S-41	1 saat		4.3	1.3×10^6
S-28	1 saat	125	4.26	7.4×10^5
S-44	1 saat		4.18	5.1×10^5

S-25, S-24 ve S-44 nolu filmlerin geçirgenliğin dalgaboyuna karşı eğrisi ve $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E'ye karşılık grafikleri şekil 4.8 ve 4.9' da gözlenmiştir. Bu filmlerin yasak enerji bant aralığı hesaplamaları ve bant kenarı keskinlikleri tablo 4.4'de verilmiştir. Bu filmlerin yasak enerji bant aralığı değerlerinin birbirine yakın olduğu gözlenmiştir. Tablonun incelenmesinden bant kenarı keskinliğinin yasak enerji aralığına sıkı bağlı olduğu görülmektedir. Bu filmlerin bant kenarı keskinlikleri de 10^5 gibi büyük değerler aldığı görülmektedir. Bant kenarı keskinliği Urbach kuyruklanmasının bir göstergesi, ölçümü olduğu için düşük yasak enerjili filmlerin daha çok yapı kusurları içerdiği görülmektedir.



Şekil 4.10. 1×10^{-4} Torr basınçta, 100W ve 125W güçlerinde 1.5 saat süre ile elde edilen filmlerin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği.

Şekil 4.10’da görüldüğü 125 W güçteki filmin yüzde geçirgenliği 100 W güçteki filmin yüzde geçirgenliği ile aynıdır. Buradan kalınlıklarının da aynı olduğu söylenilebilir ve film kalınlığında süre ile bir artış gözlenmediği sonucuna varılır. Bunun nedeni, ortamda fazla hidrojen bulunduğunda oluşan filmin kalınlığının “sputter etching” yani iyon dağlamasına uğraması ve zaman içerisinde yüzeyin pozitif yüklenerek film yüzeyine yönelen pozitif yüklü karbon ve karbon radikallerini itmesidir.

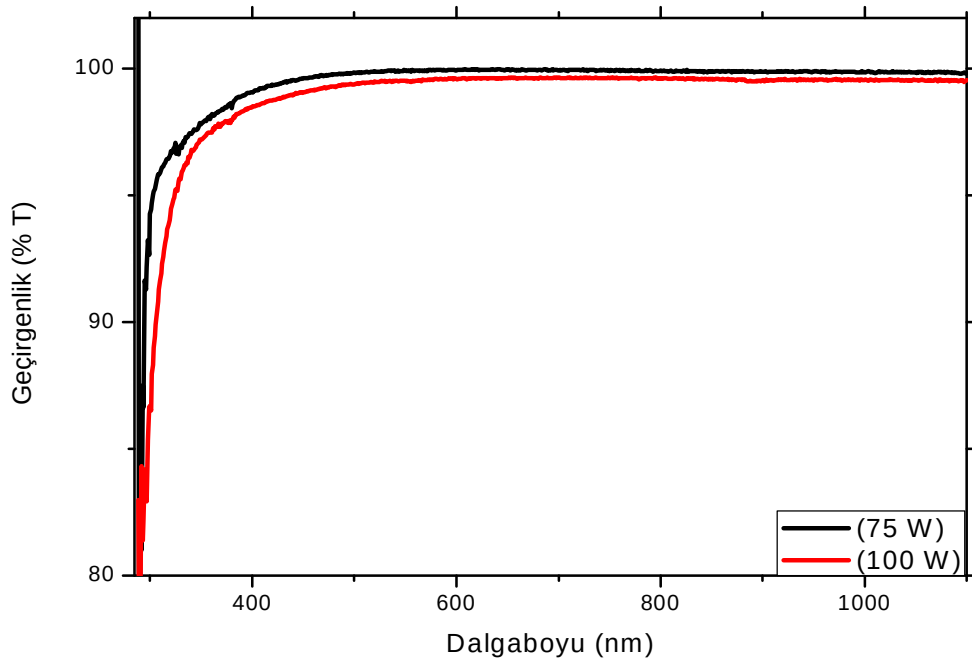


Şekil 4.11. 1×10^{-4} Torr basınçta, 100W ve 125W güçlerinde 1.5 saat süre ile elde edilen filmlerin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi.

Tablo 4.5. 1×10^{-4} Torr basınçta farklı güçlerde 1.5 saat süre ile elde edilen ince filmlerin yasak enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinliği.

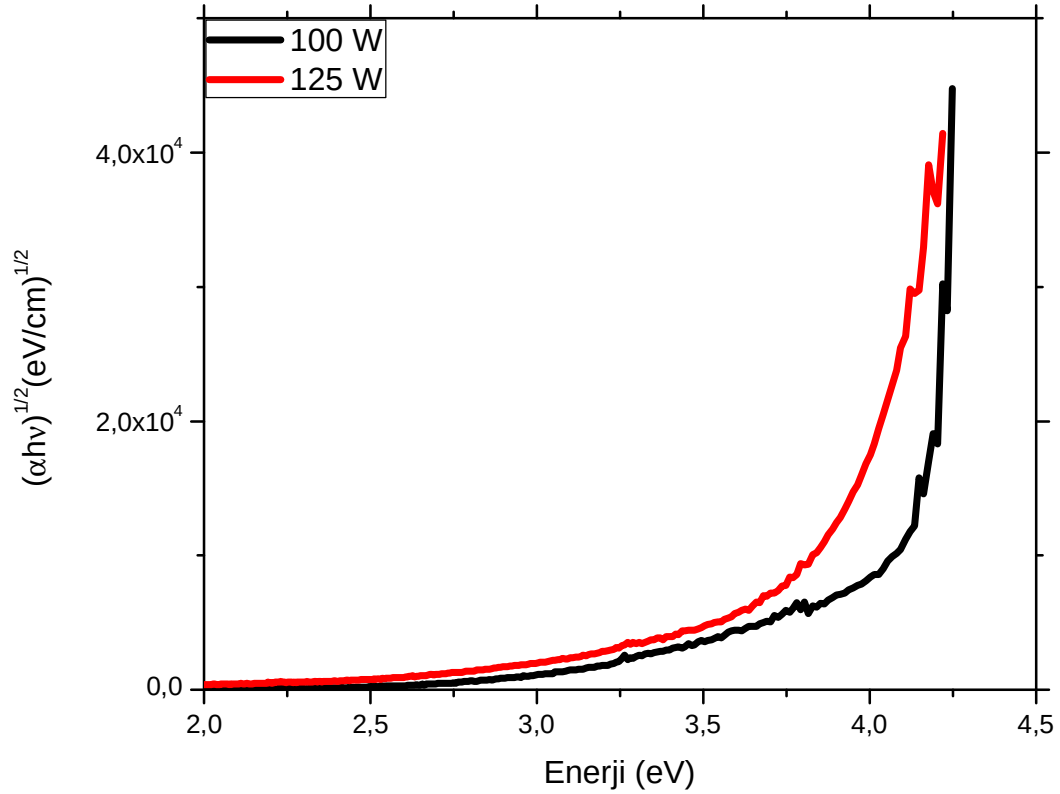
Filmin adı	Süre	Plazma gücü (Watt)	Yasak enerji bant aralığı (eV)	Bant kenarı keskinliği $(\text{cm/eV})^{1/2}$
S-33	1.5 saat	100	4.24	2.3×10^6
S-38	1.5 saat		4.16	7.7×10^5
S-32	1.5 saat	125	4.19	3.8×10^6
S-36	1.5 saat		4.25	8.8×10^6

S-33 ve S-36 nolu filmlerin geçirgenliğin dalgaboyuna karşı eğrisi ve $(\alpha h\nu)^{1/2}-E'$ ye karşılık grafikleri şekil 4.10 ve 4.11’de gözlenmiştir. Bu filmlerin enerji bant aralığı hesaplamaları ve bant kenarı keskinlikleri tablo 4.5’de verilmiştir. Elde edilen garfiklerden ve tablodan da görüldüğü sürenin değiştirilmesi yasak enerji bant aralığında ve bant kenarı keskinliğinde bir değişikliğe neden olmamıştır.



Şekil 4.12. 8×10^{-5} Torr basınçta, 75W ve 100W güçlerinde 1.5 saat süre ile elde edilen filmlerin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği.

Şekil 4.12’de aynı basınç farklı plazma güçlerinde 1.5 saat süre ile elde edilen filmlerin optik geçirgenlik eğrileri çizilmiştir. Daha önce şekil 4.8’de de gözlendiği gibi burada da 75 W’ta üretilen filmin diğerine göre daha yüksek bir geçirgenliğe sahip olduğu gözlenmektedir. Buradan depolama süresinin film kalınlığına bir etkisi olmadığı anlaşılmıştır.

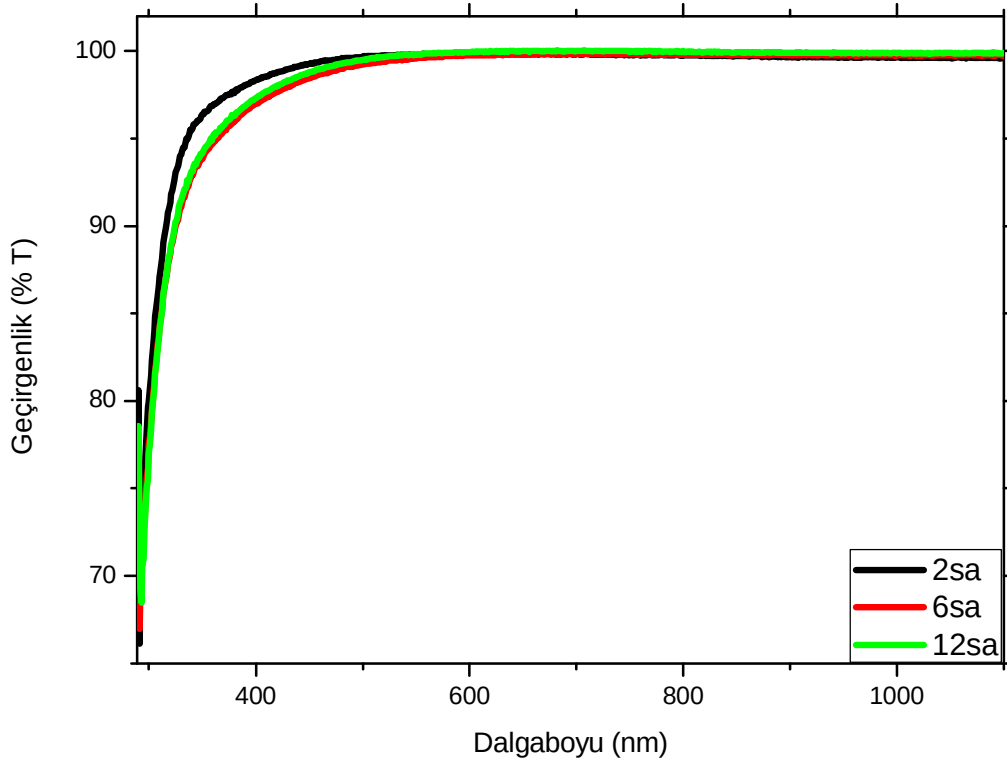


Şekil 4.13. 8×10^{-5} Torr basınçta, 75W ve 100W güçlerinde 1.5 saat süre ile elde edilen filmlerin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi.

Tablo 4.6. 8×10^{-5} Torr basınçta farklı güçlerde 1.5 saat süre ile elde edilen ince filmlerin yasak enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinliği.

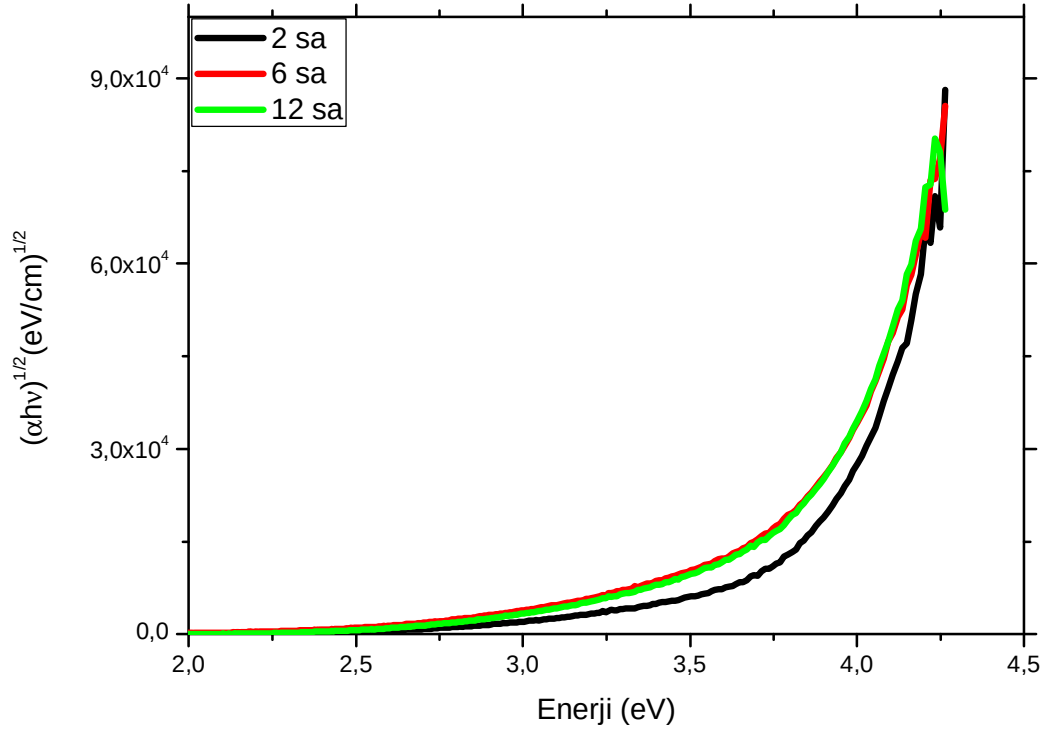
Filmin adı	Süre	Plazma gücü (Watt)	Yasak enerji bant aralığı (eV)	Bant kenarı keskinliği $(\text{cm/eV})^{-1/2}$
S-34	1.5 saat	75	4.25	4.2×10^6
S-35	1.5 saat	100	3.97	8.3×10^5

S-33 ve S-36 nolu filmlerin geçirgenliğin dalgaboyuna karşı eğrisi ve $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E' ye karşılık grafikleri şekil 4.11 ve 4.12'de gözlenmiştir. Bu filmlerin enerji bant aralığı hesaplamaları ve bant kenarı keskinlikleri tablo 4.6'da verilmiştir.



Şekil 4.14. 1×10^{-4} Torr basıncında ve 100 W güçte farklı depolama sürelerinde cam alttaban üzerine depolanan filmlerin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği.

Şekil 4.14’de görüldüğü gibi depolama süresinin değişmesi geçirgenlik değerlerinde anlamlı bir değişiklik yapmamıştır. Bu durum filmlerin çok ince olması ile açıklanabilir. Plazmada bulunan yüksek enerjili hidrojen iyonlarının film sistemini dağladığı (etching) diğer üretim sistemlerinden de bilinmektedir. Bu etkinin çok iyi anlaşılabilmesi için plazmadaki iyonizasyon değerlerinin ve enerji dağılımının da bilinmesi gerekmektedir. Sonraki çalışmalarda bu parametreler belirlenecektir.



Şekil 4.15. 1×10^{-4} Torr basınçta, 100W güçte farklı sürelerde depolanan filmlerin $(\alpha hv)^{1/2}$ -E değişimi.

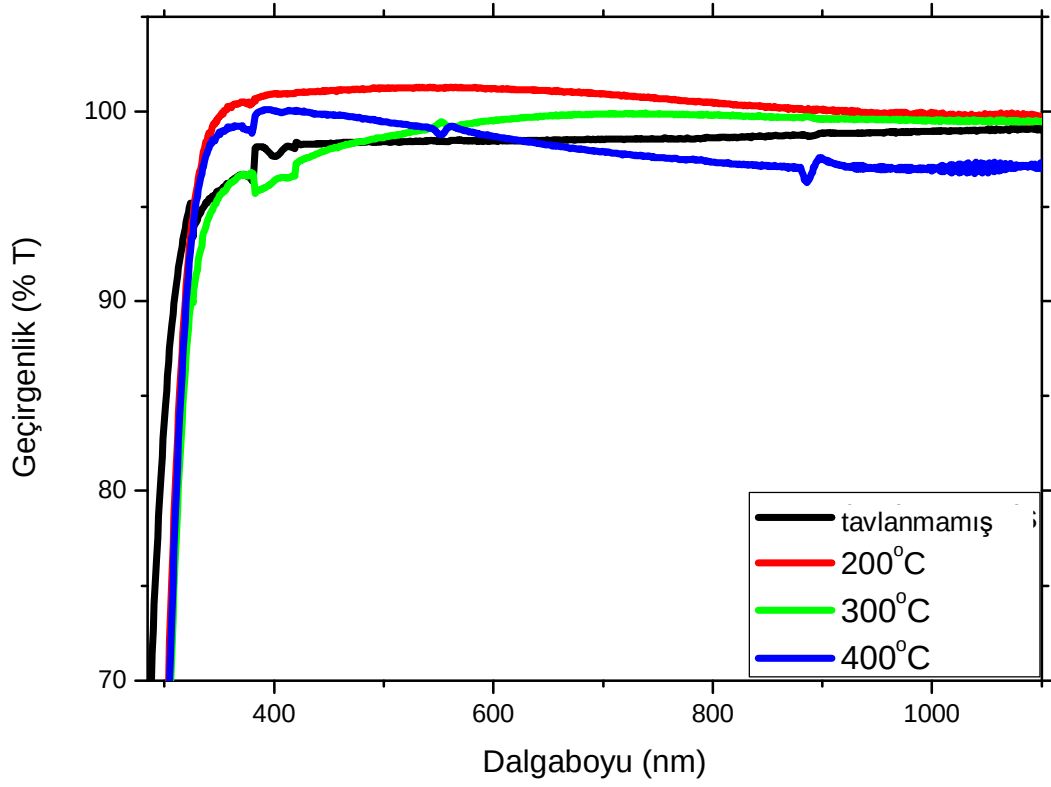
Şekil 4.15’de 1×10^{-4} Torr basınçta, 100 W güçte aynı basınçta farklı sürelerde elde filmlerin optik geçirgenlik eğrileri çizilmiştir.

Tablo 4.7. 1×10^{-4} Torr basınçta, 100 W güçte aynı basınçta farklı sürelerde elde filmlerin yasak enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinliği.

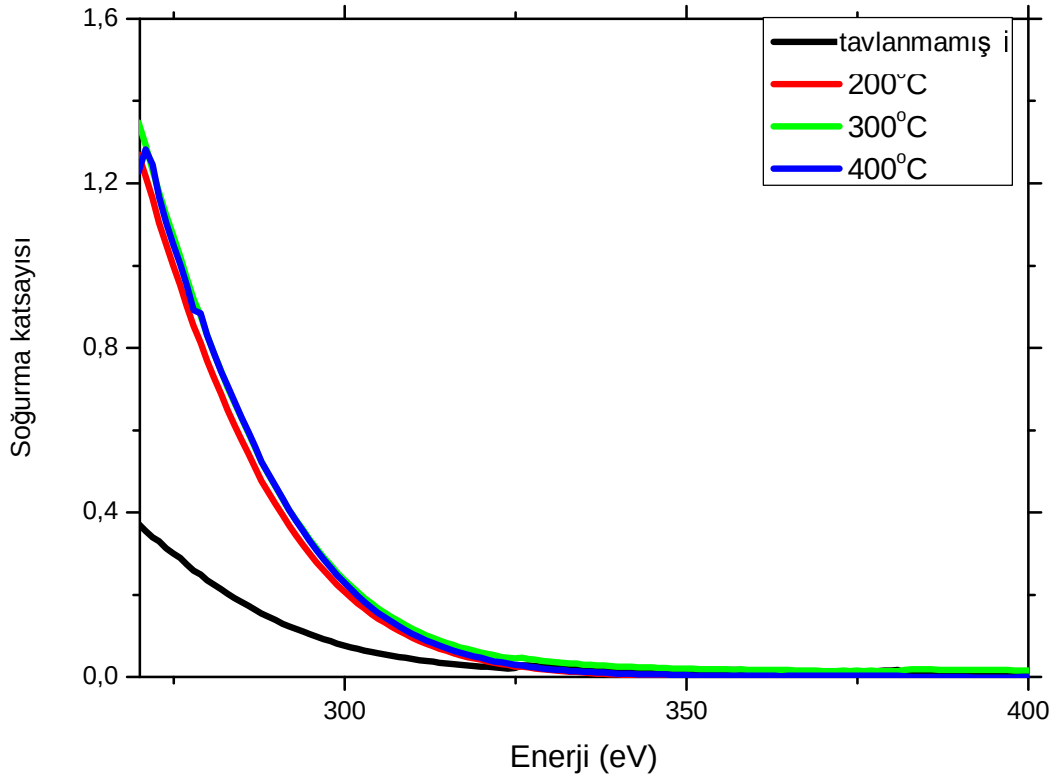
Filmin adı	Süre	Plazma gücü (Watt)	Yasak enerji bant aralığı (eV)	Bant kenarı keskinliği $(\text{cm/eV})^{-1/2}$
C-1	2 saat	100	4.00	2.2×10^5
C-2	6 saat		3.88	1.8×10^5
C-3	12 saat		3.88	2.7×10^5

C-1, C-2, C-3 filmlerinin yasak enerji bant aralığı ve bant kenarı keskinlikleri tablo 4.7’de verilmiştir. Bu filmlerin bant kenarı keskinlikleri de 10^5 gibi büyük

değerler aldığı görülmektedir. Daha öncede belirtildiği gibi yasak enerji aralığı ne kadar büyükse filmin kristalografik özelliğinin elmasımsı yapıya (DLC) yakın olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 4.16. 2×10^{-4} Torr basınçta, 100 Watt güçte ve 6 saat süre ile elde edilen C8 filminin optik geçirgenlik değerlerinin dalga boyuna karşı grafiği.

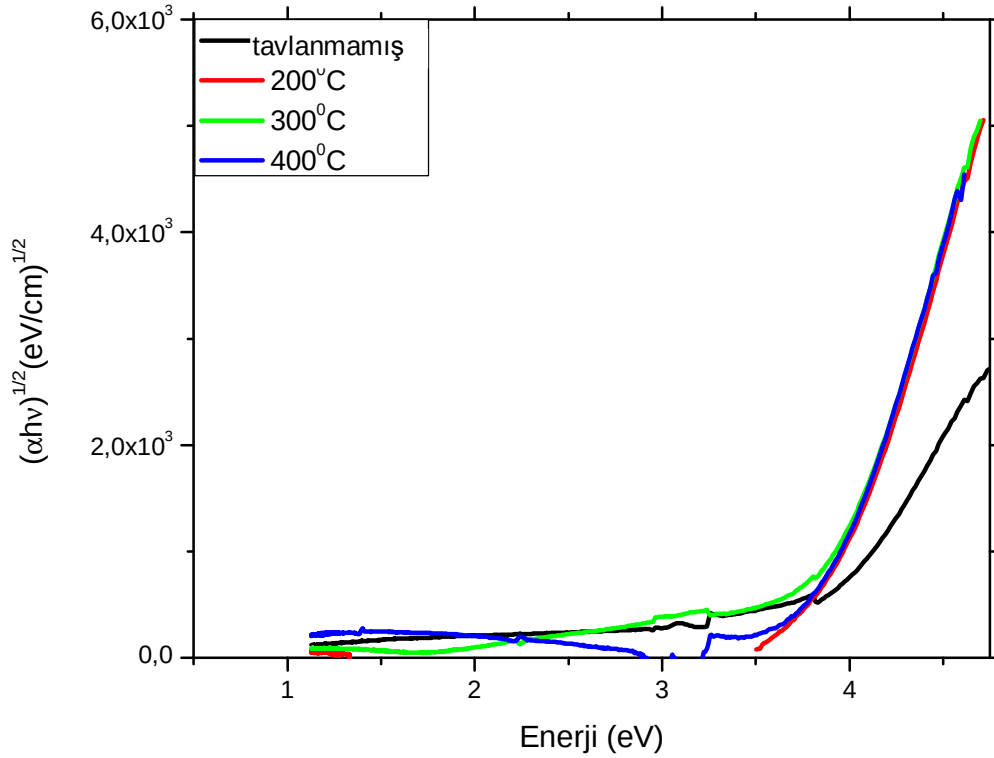


Şekil 4.17. 2×10^{-4} Torr basınçta, 100 Watt güçte ve 6 saat süre ile elde edilen C8 filminin dalga boyuna bağlı soğurma eğrileri.

Tavlamanın optik özellikler üzerindeki etkisini araştırmak için 100W güç, 2×10^{-4} Torr basınç altında ve 6 saat süre ile üretilen C8 nolu örnek azot ortamında ardışık olarak 200, 300 ve 400°C sıcaklıklarda birer saat tavlalmıştır.

Herbir sıcaklıktaki tavlama işleminden sonra dalga boyunun fonksiyonu olarak geçirgenlik değerleri ölçülmüştür. Tavlamanın fonksiyonu olarak geçirgenliğin dalga boyuna bağlı çizimi şekil 4.15’de verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi, 400 nm den büyük değerlerde geçirgenlik %100 e yakın olup bir değişme gözlenmemiştir. 400 nm den küçük değerlerde ise tavlama ile geçirgenliğin azaldığı gözlenmiştir. Aynı örnek için tavlamanın soğurma değerleri üzerine etkisi dalga boyunun fonksiyonu olarak ölçülmüş olup veriler şekil 4.16’da çizilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi 400 nm den büyük değerlerde önemli bir değişme gözlenmemiştir. Ancak 400 nm den düşük dalga boylarında soğurma değeri 0.4’ten 1.4 (a.u.)’e arttığı gözlenmiştir.

Tavlama etkisinin araştırıldığı C8 örneğinde 200 °C deki birinci tavlama sıcaklığında geçirgenlikte belirgin bir azalma ve soğurmada artış gözlenmiştir. Bununla beraber 200 °C den 400 °C ye kadar olan ardışık birer saat tavlama işlemi sonucunda anlamlı bir değişme gözlenmemiştir.



Şekil 4.18. 2×10^{-4} Torr basınçta, 100 Watt güçte ve 6 saat süre ile elde edilen C8 filminin $(\alpha h\nu)^{1/2}$ -E değişimi.

Optik enerji aralığını belirlemek için hesaplanan soğurma katsayısı değerleri kullanılarak $(\alpha h\nu)^{1/2}$ 'nin enerjiye karşı grafiği çizilmiştir. Eğriye çizilen teğetin enerji eksenini kestiği nokta yasak enerji bant aralığını vermekte olup bu değer 3.7eV civarındadır. Farklı tavlama sıcaklıklarında enerjinin fonksiyonu olarak $(\alpha h\nu)^{1/2}$ 'nin grafiği şekil 4.18'de verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi tavlama ile birlikte optik enerji aralığı azalmaktadır.

4.4. ECR-MP Yöntemi İle Elde Edilen Karbon Bazlı İnce Filmlerin Elektriksel Özellikleri

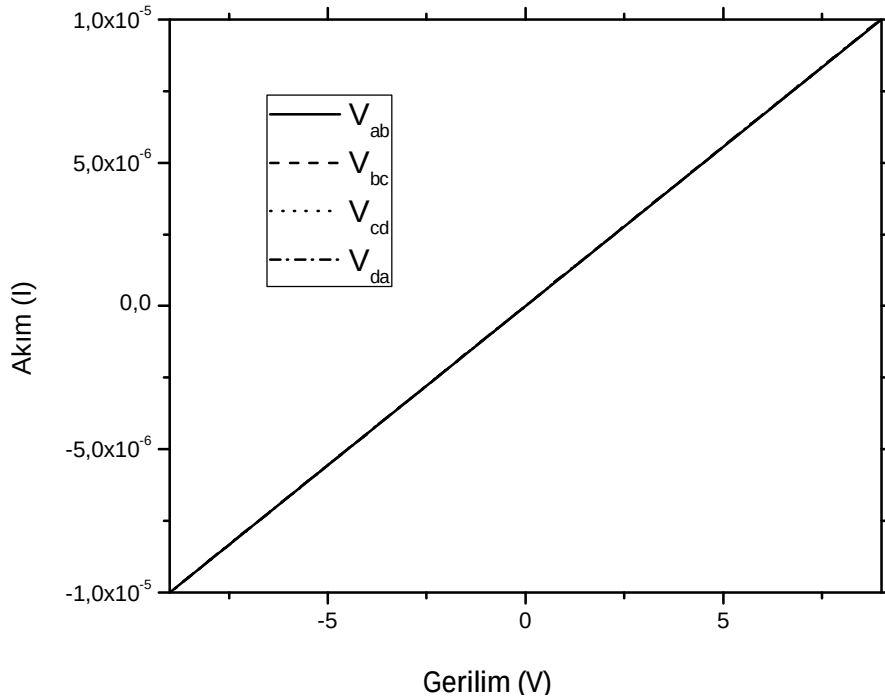


Şekil 4.19. Hall ölçüm sistemi.

Şekil 4.19’da verilen Hall ölçüm sistemi kullanılarak karbon bazlı ince filmlerin elektriksel ölçümleri yapılmıştır. Bu sistemle filmlerin taşıyıcı konsantrasyonu, direnci, mobilitesi, yüzey konsantrasyonu ve iletkenlikleri hesaplanmıştır. Farklı güç ve farklı basınç değerlerindeki bazı ince filmler için elde edilen sonuçlar tablo 4.8’de verilmiştir. Özdirenç değerleri 10^4 - $10^5 \Omega\text{cm}$ civarındadır. Depolama sıcaklığına bağlı olarak filmlerin özdirenci değişmektedir. Taşıyıcı konsantrasyonu yaklaşık olarak 10^{11} - 10^{12}1/cm^3 değerlerini almaktadır. Taşıyıcı konsantrasyonu arttığında mobilite azalmaktadır. Genellikle taşıyıcı konsantrasyonu ile mobilite arasında ters korolasyon sözkonusudur. Taşıyıcı konsantrasyonunun işaretinin negatif olması nedeniyle filmlerin n tipi özellik gösterdiği söylenebilir. Bunu tablo 4.8’de görmek mümkündür.

Tablo 4.8. Farklı basınç ve güç oranlarında elde edilen karbon filmlerin iletkenlik ölçümleri.

		Taşıyıcı konsantrasyonu ($1/\text{cm}^3$)	Mobilite (cm^2/Vs)	Özdirenç ($\Omega \text{ cm}$)	İletkenlik ($1/\Omega \text{ cm}$)
8×10^{-5} (Torr)	100 W	-3.730×10^{12}	2.143×10^1	7.809×10^4	1.281×10^{-5}
	125 W	-2.441×10^{12}	2.304×10^1	1.110×10^5	9.009×10^{-6}
1×10^{-4} (Torr)	100 W	-5.289×10^{11}	1.236×10^2	9.546×10^4	1.048×10^{-5}
	125 W	-1.016×10^{12}	2.621×10^2	2.345×10^4	4.265×10^{-5}



Şekil 4.20. Karbon bazlı film üzerindeki In omik kontaklarının I-V karakteristikleri.

Omik kontaklar kare şeklinde kesilmiş örneklerin dört köşesine indiyum metali lehimlenerek elde edilmişlerdir. Şekil 4.20’de görüldüğü gibi her bir kontak çifti için elde edilen I-V değerlerinin üstüste bindiği gözlenmektedir. Dolayısıyla, kontak çiftleri arasında sapma gözlenmemesi karbon bazlı film ile indiyum (In) arasındaki omik kontakların kurallara uygun bir şekilde yapıldığını göstermektedir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Geçmişten günümüze kadar çeşitli elektronik ve opto-elektronik cihazların temelini teşkil eden, yarıiletken malzemeler sürekli araştırma konusu olmuş ve buna paralel olarak bu cihazlarda kullanılmak üzere farklı üretim teknikleriyle yarıiletken ince filmler elde edilmiştir. Bu çalışmada üretilen karbon bazlı ince filmler de çevreye zararsız alternatif bir çözüm önerisi oluşturmaktadır.

Bu çalışmada karbon bazlı ince filmlerin optiksel, yapısal, morfolojik ve elektriksel özellikleri incelenmiştir.

Üretilen ince filmlerin yapısal özellikleri XRD desenlerine bakılarak incelenmiştir. 1.5×10^{-4} torr basıncında 125 W güçte 40 dakika ve 1.8×10^{-4} torr basıncında 100 W gücünde 1 saat süre ile cam üzerine depolanan filmlerin XRD desenlerinde pik gözlenmemiştir, buradan da onların amorf yapıya sahip olduklarını anlamaktayız. 1.8×10^{-4} torr basınçta 100 W gücünde 1 saat süre ile cam üzerine depolanan karbon bazlı filmin X-ışını kırınım desenine bakıldığında 31.72° de bir pik gözlenmiştir. Bu pikin literatür araştırmalarından karbona ait olduğu anlaşılmıştır. Ancak silisyum tek kristal (100) yönelimli alttaban üzerine depolanan karbon filmin X-ışını kırınım desenine bakıldığında spektrumu incelendiğinde $2\theta=33, 34.1, 61.7, 64.6, 69.1, 77.8$ değerlerinde pikler gözlenmiştir. Literatür araştırmalarından $2\theta=33$ ve 69.1 de gözlenen pikler sırasıyla (200) ve (100) silisyum alttabana ait pikler olduğu anlaşılmıştır. (Zhang ve ark., 2006; Kayani ve ark., 2009). $2\theta=34.1, 61.7, 64.6, 77.8^\circ$ deki piklerin ise sırasıyla 8H-SiC ($10\bar{1}1$), ($10\bar{1}12$), ($10\bar{1}11$), ve grafit (110) düzlemlerine ait oldukları anlaşılmıştır. Daha sonra silisyum alttabanlar üzerine depolanan karbon bazlı film karışık tavlama sıcaklığına maruz bırakıldıktan sonra X-ışını kırınım deseninin incelenmesiyle $2\theta=21.9, 32.7, 37.8, 44.055, 61.4, 64.5, 69.1, 77.6^\circ$ de kırınım pikleri gözlenmiştir. $2\theta=21.9$ açısına ait pikin yönelimi bulunamamıştır. Ancak alttabana ait olmadığı anlaşılmıştır.. Literatür araştırmalarından $2\theta=32.7$, ve 69.1 açılara ait piklerin silisyum alttabana ait olduğu anlaşılmıştır (Zhang ve ark., 2006; Kayani ve ark., 2009). Yine literatür araştırmalarından $2\theta=37.8, 44.055, 61.4, 64.5, 77.6^\circ$ deki piklerin sırasıyla SiC (400), DLC (111), 8H-SiC ($10\bar{1}11$), 8H-SiC ($10\bar{1}12$) ve grafit (110) düzlemlerine ait olduğu

anlaşılmıştır. Buradan tek kristal üzerine yapılan örneklerin daha düzenli olduğu, karışık fazlı olduğu ve karbon iyonlarının silisyum alttaban ile etkileşerek ilk oluşan tabakalarda silisyum karbür oluşturduğu sonucuna varılmıştır. Silisyum karbür çok uygulaması olan ve önemli bir yarıiletken malzeme olmasına karşın saf ve az kusurlu üretilmesi çok güç olan bir kristaldir. İnce tabaka silisyum karbür aygıt uygulamaları için ECR metan yöntemi iyi bir alternatif oluşturabilir. İleriki çalışmalarda silisyum karbür üretimi üzerine yoğunlaşmış çalışmalar yapılacaktır.

Üretilen ince filmlerin yüzey morfolojisindeki değişim görüntüleri incelendiğinde karbon film tabakasının yüzeye düzgün şekilde kaplandığı ve boşluk bırakılmadığı görülmüştür. Tepe ve çukur değerleri ± 350 nm değerinde olduğu ve düzgün granülleşme görülmüştür. Düzlem dışında taşan tepeleşme $1 \times 1 \mu\text{m}$ de 10 adet civarında sayılmıştır ve bu tepelikler de çok küçük standart sapma içindedirler.

Üretilen ince filmlerin 400 nm'den yüksek dalgaboyu değerlerinde geçirgenliğinin %100'e yakın olduğu ve 400 nm'den daha düşük değerlerde bant içi soğurmadan dolayı geçirgenliğin azaldığı gözlenmiştir. Geçirgenlik film kalınlığının, grafit/amorf karbon/DLC(elmasımsı karbon) oranının ve her fazın yapı kururlarının belirlediği bir özelliktir. Güç arttırıldıkça optik geçirgenliğin azaldığı gözlenmiştir. 100 ve 125 W'ta üretilen filmler de ince olmakla birlikte 75 W'ta üretilen filmlerin diğerlerine göre daha yüksek bir geçirgenliğe sahip olduğu anlaşılmıştır.

Film kalınlığının basınç güç ve zamana göre dağılımı incelendiğinde 1 saate kadar süre ile arttığı gözlenmiştir, ancak daha sonra film kalınlığında süre ile bir artış gözlenmemiştir. Bunun nedeni ortamda fazla hidrojen bulunduğunda oluşan filmin kalınlığının "sputter etch" yani iyon dağlamasına uğramasından azaldığı anlaşılmıştır. Film kalınlığının artmamasının bir başka nedeni de zaman içerisinde yüzeyin pozitif yüklenerek film yüzeyine yönelen pozitif yüklü karbon ve karbon radikallerini itmesinden kaynaklanmasıdır. Basınç arttıkça film kalınlığının azaldığı anlaşılmıştır. Bu sonuç da düşük basınçta iyonizasyonun fazla olması ile açıklanmıştır. Filmleri iyonize karbon atom/ion demeti oluşturduğundan iyonizasyon oranı önemli bir parametre olarak film oluşumunu kontrol etmektedir. Uygulanan güce göre film kalınlığının fazla etkilenmediği 100 ve 125 W ta benzer dağılımda olduğu, daha küçük güç değerlerinde azaldığı gözlenmiştir. 100 W için

çok film yapılmış büyük bir standart sapma olduğu, film kalınlığını belirleyen asıl faktörün güç olmadığı (80 W'ın üstünde) anlaşılmıştır. Daha sonra tavlamanın optik özellikler üzerindeki etkisi araştırılmıştır. 200 °C deki birinci tavlama sıcaklığında geçirgenlikte belirgin bir azalma ve soğurmada artış gözlenmiştir. Bununla beraber 200 °C den 400 °C ye kadar olan ardışık birer saat tavlama işlemi sonucunda anlamlı bir değişme gözlenmediği belirlenmiştir. Aynı zamanda tavlama ile birlikte optik enerji aralığının azaldığı gözlenmiştir.

Üretilen filmlerin bant kenarı keskinliği hesaplanmıştır. Bant kenarı keskinliğinin yasak enerji aralığına sıkı bağlı olduğu görülmüştür ve sentezlenen örnekler içerisinde tetrahedral bağlı amorf yapı, grafit yapı ve elmas özellikli yapı birlikte görülmüştür. Yasak enerji aralığı ne kadar büyükse filmin kristalografik özelliğinin elmasımsı yapıya (DLC) yakın olduğu söylenebilir. Bu filmlerin bant kenarı keskinlikleri de 10^4 - 10^6 gibi büyük değerler aldığı görülmüştür ve iletkenliği yüksek, yasak enerji aralığı düşük filmlerde ise bant kenarı keskinliği 10^3 değerlerine düşmüştür. Bant kenarı keskinliği Urbach kuyruklanmasının bir göstergesi, ölçümü olduğu için düşük yasak enerjili filmlerin daha çok yapı kusurları içerdiği görülmüştür.

Üretilen filmlerin elektriksel özellikleri Hall ölçümleri ile belirlenmiştir. Depolanan bütün karbon bazlı ince filmlerin n-tipi olduğu anlaşılmıştır ve Bu sistemle filmlerin taşıyıcı konsantrasyonu, direnci, mobilitesi, yüzey konsantrasyonu ve iletkenlikleri hesaplanmıştır. Özdirenç değerleri 10^4 - 10^5 Ω cm civarındadır. Depolama sıcaklığına bağlı olarak filmlerin özdirenci değişmiştir. Taşıyıcı konsantrasyonu yaklaşık olarak 10^{11} - 10^{12} $1/\text{cm}^3$ değerlerini almıştır. Taşıyıcı konsantrasyonu arttığında mobilitenin azaldığı görülmüştür. Çünkü genellikle taşıyıcı konsantrasyonu ile mobilite arasında ters korolasyon sözkonusudur.

KAYNAKLAR

- AHLATÇI, H., 1999. Elmas ince filmlerin üretimi, modifikasyonu ve kullanım alanları. Metalurji 23(122).
- CHAMPI, A., LACERDA, R.G., MARQUES, F.C., 2003. Thermomechanical properties of the amorphous carbon nitride thin films. Microelectronics Journal 34 : 553–555.
- CHANG, J.F., UENG, H.Y., YOUNG, T.F., WANG, Y.C., HWANG, W.C., 2002. Combined magnetron sputtering and ECR-CVD deposition of diamond-like carbon films. Surface and Coatings Technology 157: 179–184.
- ÇÖREKÇİ, S., 2008. Grup III-V bileşik yarıiletkenlerde AFM yüzey karakterizasyonu. Gazi. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi, 1-103.
- DEY, R.M., SINGH, S.B., BISWAS, A., TOKAS, R.B., CHAND, N., VENKATESHWARAN, S., BHATTACHARYA, D., SAHOO, N.K., GOSAVI, S.W., KULKARNI, S.K., PATIL, D.S., 2008. Substrate bias effects during diamond like carbon film deposition by microwave ECR plasma CVD. Current Applied Physics 8 : 6–12.
- ERDEMİR, A., DONNET, C., 2001. Handbook of Modern Tribology, Tribology of diamond, diamond-like carbon, and related films, CRC Press.
- ERDOĞAN, N.H., 2009. P-tipi çinko oksit (ZnO) yarıiletken ince filminin atmalı katodik vakum ark depolama yöntemi ile elde edilmesi ve karakterizasyonu. Ç.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, 1-189.
- ERKOÇ, Ş., 2001(Ocak). Karbon nanoyapılar. Bilim ve Teknik.
- FANG, T.H., CHANG, W.J., 2006. Nanomechanical characterization of amorphous hydrogenated carbon thin films. Applied Surface Science 252: 6243-6248.
- GUERINO, M., MASSI, M., MACIEL, H.S., OTANI, C., MANSANO, R.D., VERDONCK, P., LIBARDI, J., 2004. The influence of nitrogen on the dielectric constant and surface hardness in diamond-like carbon (DLC) films. Diamond and Related Materials 13: 316–319.

- HEITZ, T., DRÉVILLON, B., 1998. In situ infrared ellipsometry study of the growth of hydrogenated amorphous carbon thin films. *Thin Solid Films* 313-314: 704-707.
- [HTTP://cires.colorado.edu/jimenez-group/QAMSRResources/Docs/V301.pdf](http://cires.colorado.edu/jimenez-group/QAMSRResources/Docs/V301.pdf)
- INABA, H., FUJIMAKI, S., FURUSAWA, K., TODOROKI, S., 2002. ECR-plasma parameters and properties of thin DLC films. *Vacuum*, 66: 487- 493.
- JIAN, S.R., FANG, T.H., CHUU, D.S., 2004. Nanoindentation investigation of amorphous hydrogenated carbon thin films deposited by ECR-MPCVD. *Journal of Non-Crystalline Solids* 333 : 291–295.
- KARA, K., 2008. Atmalı filtreli katodik vakum ark depolama yöntemi ile p-tipi ZnO (çinko oksit) üretimi ve yapısal özellikleri. Ç. Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, 1-66.
- KAYANI, A., MOORE, A., NANDASIRI, M.I., ALFAIFY, S., GARRATT, E., INGRAM, D., MAQBOOL, M., 2009. Effect of bias and hydrogenation on the elemental concentration and the thermal stability of amorphous thin carbon films, deposited on Si substrate. *Diamond & Related Materials* 18: 1333-1337.
- KAWAI, S., SHINAGAWA, T., NODA, M., UMENO, M., 2008. Photoconductivity of DLC film deposited by pulsed discharge plasma CVD. *Diamond & Related Materials* 17 : 676–679.
- KELLY, P. J., ARNELL, R. D., 2000. Magnetron Sputtering: a review of recent developments and applications. *Vacuum*, 56: 159-172.
- KIM, B.K., GROTHJOHN, T.A., 2000. Hydrogenated amorphous carbon films deposited in an electron cyclotron resonance–chemical vapor deposition discharge reactor using acetylene. *Diamond and Related Materials* 9: 654–657.
- KIM, D., JANG, H.S., KIM, Y.S., CHOI, D.H., CHOI, B.K., LEE, J.H., YOU, Y.Z., CHUN, H.G., 2007. Growth and characteristics of diamond-like carbon (DLC) films deposited by direct negative carbon ion beam deposition. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 254:93-97.

- KINOSHITA, H., IPPEI, I., SAKAI, H., OHMAE, N., 2007. Synthesis and mechanical properties of carbon nanotube/diamond-like carbon composite films. *Diamond & Related Materials* 16: 1940–1944.
- KURT J. LESKER Company, 1954. Vacuum products catalog, Germany, section 11,46s.
- LIBARDI, J., GRIGOROV, K., MASSI, M., OTANI, C., RAVAGNANI, S.P., MACIEL, H. S., GUERINO, M., OCAMPO, J. M. J., 2004. Comparative studies of the feed gas composition effects on the characteristics of DLC films deposited by magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, 459: 282-285.
- MARCIANO, F.R., BONETTI, L.F., LIMA-OLIVEIRA, D.A., MELLO, C.B., UEDA, M., CORAT, E.J., TRAVA-AIROLDI, V.J., 2010. Characterization of crystalline diamond incorporated diamond-like carbon films. *Diamond & Related Materials* 19: 1139–1143.
- MEYER, R.J., 1972. *Introduction to Classical and Modern Optics*. Prentice-Hall, 471-478.
- MILEV, A., WILSON, M., KANNANGARA, G.S.K., TRAN, N., 2008. X-ray diffraction line profile analysis of nanocrystalline graphite. *Materials Chemistry and Physics* 111: 346–350.
- MOTT, N.F., DAVIS, E.A., 1979. *Electronic Process in Nancrystalline Materials*. Clarendon Press, Inc. Oxford, pp 273-274.
- OMER, A.M.M., RUSOP, M., ADHIKARI, S., ADHIKARY, S., UCHIDAC, H., UMENO, M., 2005. Photovoltaic characteristics of nitrogen-doped amorphous carbon thin-films grown on quartz and flexible plastic substrates by microwave surface wave plasma CVD. *Diamond & Related Materials* 14:1084– 1088.
- OURA, K., LİFSHİTSİ, V. G., SARANİN, A. A., ZOTOV, A. V., KATAYAMA, M., 2003. “Surface science”, *Springer, Berlin*, 166, 229, 378, 382.
- ÖZKÖMÜR, A., 2008. Elmas benzeri karbon kaplamanın implant üstyapı parçaları arası galvanik korozyona etkinliğinin incelenmesi. Ç. Ü. Sağlık Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi, 1-103.

- PANG, H., WANG, X., ZHANG, G., CHEN, H., LV, G., YANG, S., 2010. Characterization of diamond-like carbon films by SEM, XRD and Raman spectroscopy. *Applied Surface Science*, 256: 6403-6407.
- PANKOVE, J.I., 1971. *Optical process in semiconductors*. Dover Publications, Inc. New York, 422s.
- PATSALAS, P., LOGOTHEDITIS, S., 2001. Crystallization effects and diamond formation in amorphous carbon films under low energy ion beam irradiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 178: 247-251.
- QAMAR, A., MAHMOOD, A., SARWAR, T., AHMED, N., 2011. Synthesis and characterization of porous crystalline SiC thin films prepared by radio frequency reactive magnetron sputtering technique. *Applied Surface Science*, 257: 6923-6927.
- ROY, R.K., DEB, B., BHATTACHARJEE, B., PAL, A.K., 2002. Synthesis of diamond-like carbon film by novel electrodeposition route. *Thin Solid Films* 422: 92–97.
- SÁNCHEZ, N.A., RINCÓN, C., ZAMBRANO, G., GALINDO, H., PRIETO, P., 2000. Characterization of diamond-like carbon (DLC) thin films prepared by r.f. magnetron sputtering. *Thin Solid Films* 373: 247-250.
- SINGH, S.B., POSWAL, A.K., PANDEY, M., TOKAS, R.B., CHAND, N., DHARA, S., SUNDARAVEL, B., NAIR, K.G.M., SAHOO, N.K., PATIL, D.S., 2009. X-ray reflectivity studies on DLC films deposited by microwave ECR CVD: Effect of substrate bias. *Surface & Coatings Technology* 203: 986–991.
- ŞİŞMAN, İ., 2006. CdS, CdSe ve CdTe bileşik yarıiletken ince filmlerinin aynı çözültiden elektrokimyasal olarak Au (111) elektrodu üzerinde büyütülmesi ve AFM, STM, XRD ve UV-VIS Spektroskopisi ile Karakterizasyonu, 1-201.
- ZHANG, Y., LİN, B., FU, Z., LİU, C., ve HAN, W., 2006. Strong ultraviolet emission and rectifying behavior of nanocrystalline ZnO films. *Opt. Mater.*, 28: 1192-1196.

- ZHANG, Y., XU, J., LIN, B., FU, Z., ZHONG, S., LIU, C., ZHANG, Z., 2006. Fabrication and electrical characterization of nanocrystalline ZnO/Si heterojunctions. *Applied Surface Science* 252: 3449-3453.
- ZHOU, X.T., LEE, S.T., BELLO, I., CHEUNG, A.C., CHIU, D.S., LAM, Y.W., LEE, C.S., LEUNG, K.M., ve HE, X.M., 2000. Deposition and properties of a-C:H films prepared by electron cyclotron resonance microvawe plasma chemical vapor deposition. *Materials Science and Engineering*, 77:229-234.

ÖZGEÇMİŞ

23/01/1984 yılında Giresun ilinin Bulancak ilçesinde doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Bulancak/Giresun’ da tamamladı. 2003 yılında başladığı Mersin Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü’nden 2007 yılında mezun oldu ve aynı yıl Çukurova Üniversitesi Fizik Bölümü Fizik Anabilim dalında yüksek lisansa kabul edildi. Bir yıl YADİM (Yabancı Diller Merkezi-Çukurova Üniversitesi)’de hazırlık eğitimi aldı. Plazma Destekli Üretim Laboratuarında yüksek lisans çalışmalarına başladı.