

**NANO ÖLÇEKLİ VANADYUM OKSİT İNCE FİLM AKILLI
MALZEMELERİN FARKLI KALINLIKLARDA BÜYÜTÜLMESİ**

Yüksek Lisans Tezi

Ulvıyya GOZALI

Eskişehir 2018

**NANO ÖLÇEKLİ VANADYUM OKSİT İNCE FİLM AKILLI
MALZEMELERİN FARKLI KALINLIKLARDA BÜYÜTÜLMESİ**

Ulvıyya GOZALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Nanoteknoloji Bilim Dalı, İleri Teknolojiler Anabilim Dalı
Prof.Dr. Ramis Mustafa ÖKSÜZOĞLU**

**Eskişehir
Anadolu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Ağustos, 2018**

Bu tez çalışması Anadolu Üniversitesi BAP Komisyonunca kabul edilen 1803F058 no.lu proje ve Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından 213M494' nolu proje kapsamında desteklenmiştir.

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Ulviyya GOZALI'nın "Nano Ölçekli Vanadyum Oksit İnce Film Akıllı Malzemelerin Farklı Kalınlıklarda Büyütülmesi" başlıklı tezi 28/08/2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek "Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği"nin ilgili maddeleri uyarınca, İleri Teknolojiler Anabilim dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Unvanı Adı Soyadı

İmza

Üye (Tez Danışmanı)

Prof. Dr. Ramis Mustafa ÖKSÜZOĞLU

Üye

Prof. Dr. Engin TIRAŞ

Üye

Dr. Öğr. Üyesi Mustafa TOKAÇ

Prof.Dr. Ersin YÜCEL

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ÖZET

NANO ÖLÇEKLİ VANADYUM OKSİT İNCE FİLM AKILLI MALZEMELERİN FARKLI KALINLIKLARDA BÜYÜTÜLMESİ

Ulvıyya GOZALI

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı

Nanoteknoloji Bilim Dalı

Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ağustos 2018

Danışman: Prof. Dr. Ramis Mustafa ÖKSÜZOĞLU

Sıcaklık farkıyla yarı iletken fazdan iletken faza geçişe sahip olması ve bilinen birçok dikkat çekici özellikleri nedeniyle Vanadyum Oksit (VO_x), farklı uygulamalar için kullanılmaktadır.

Ayrıca, yüksek TCR (direncin sıcaklık sabiti) değeri, düşük elektriksel gürültü ve düşük elektriksel direnç (R) gibi değerlere sahip olması nedeniyle Vanadyum Oksit ön plana çıkmaktadır. Bu yüksek lisans tezi kapsamında, vurmali DC reaktif magnetron sıçratma (P-DC RMS) yöntemi ile Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaşları üzerinde farklı kalınlıklarda büyütülen VO_x ince filmlere gaz oranının, alttaş etkisinin ve kalınlığının etkisi incelenmiş, elektriksel ve yapısal özellikleri arasındaki bağlantıya bakılmıştır.

Anahtar Sözcükler: Vanadyum Oksit, Vurmali - DC Magnetron reaktif sıçratma, Direncin sıcaklık sabiti, Elektriksel direnç, Elektriksel ve yapısal özellikler.

ABSTRACT

MAGNIFICATION OF NANOSCALE VANADIUM OXIDE THIN FILM SMART MATERIALS AT DIFFERENT THICKNESSES

Ulviyya GOZALI

Department of Advanced Technologies

Programme in Nanotechnology

Anadolu University , Graduate School of Sciences, August 2018

Supervisor: Prof Dr. Ramis Mustafa ÖKSÜZOĞLU

Vanadium Oxide (VO_x) is used for different applications because of the difference in temperature due to the fact that it has a conductive phase transition from the semiconductor phase and because of its many remarkable properties.

In addition, Vanadium Oxide stands out because it has values such as high TCR (resistance temperature constant), low electrical noise and low electrical resistance (R). Within the scope of this master thesis, the effect of substrate effect and thickness on the SiO₂/Si and Si₃N₄/SiO₂/Si substratum grown at different thicknesses on VO_x thin films was investigated by pulsed DC reactive magnetron sputtering (P-DC RMS) method and its electrical and structural properties were examined.

Keywords: Vanadium Oxide, Pulsed-DC Magnetron Reactive Sputtering, Resistance temperature constant, Electrical resistance, Electrical and structural properties.

TEŐEKKÜR

Bu tez alıőması sırasında beni ynlendiren, bilimsel katkılarını ve engin tecrbelerini benimle paylaőan deęerli hocam PhD&Ing. Ramis Mustafa KSZOęLU'na saygı ve teőekkrlerimi sunuyorum.

Yksek lisans eęitimim boyunca beraber alıőtıęım, retim sisteminde ve lm cihazlarındaki bilgi ve tecrbelerini benimle paylaőan arkadaőım Gkenur AKMAK'a, deneysel alıőmalarım sırasında alıőma fırsatı bulduęum destek ve yardımlarını benden esirgemeyen İleri Teknoloji İnce Film grubundaki tm alıőan arkadaőlarım - Erdal Volkan BATUR, Ercan ŐENER, Meryem TUNKANAT, Emrah DİRİCAN'a, zellikle tez yazım aőamasında her trl desteęini esirgemeyen Sinan ZGN'e yaptıkları katkı ve yardımlardan tr ok teőekkr ediyorum.

Bu srete beni destekleyen tm yakınlarıma, zellikle anneme teőekkr ediyor, minnetlerimi sunuyorum.

Son olarak, tezimi, benim iin ok deęerli olan, tm eęitim hayatımda nemli yere sahip, yksek lisans eęitimim sırasında rahmetli olan dedeme ithaf ediyorum.

Saygılarımla,

Ulvıyya GOZALI

Aęustos 2018

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

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

Ulvıyya GOZALI

İÇİNDEKİLER

BAŞLIK SAYFASI	i
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAY SAYFASI	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR	v
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ	vi
İÇİNDEKİLER	vii
TABLOLAR DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ ve AMAÇ	1
1.1. Tezin Yapısı	1
1.2. Literatür Özeti	1
1.3. Tez Çalışmasının Amacı	4
2. DENEYSEL METOTLAR	6
2.1. İnce Film Üretim Metotları	6
2.1.1. Vurmalı DC Reaktif Magnetron Sıçratma tekniği	6
2.2. İncelenen Numunelerin Üretim Sürecinin Kısa Tanımı	8
2.3. Film Kalınlığının Ölçülmesi	11
3. İNCE FİMLERİN KARAKTERİZASYONUNDA KULLANILAN TEKNİKLER ve SPIP YAZILIMI	13
3.1. Dört Nokta İğne Tekniği	13
3.1.1. Sıcaklığa bağlı direnç sabiti (TCR) ve hesaplanması	14
3.2. Atomik Kuvvet Mikroskobu	15
3.3. SPIP	16
3.3.1. Fraktal boyut, Hurst parametresi, yüzey yön indeksi değerlerinin hesaplanması	16
3.3.2. Fraktal boyut	16
3.3.3. Hurst parametresi	17
3.3.4. Yüzey yön indeksi	17

4. KARAKTERİZASYON ÖLÇÜMLERİ ve SPIP	20
4.1. Elektriksel Karakterizasyon – FPP tekniği	20
4.2. Yapısal karakterizasyon – AKM	24
4.3. SPIP Görüntüleri	25
5. SONUÇLARIN KARŞILAŞTIRILMASI	27
5.1. Kalınlık (20 nm) ve Alttaş (Si/SiO₂) Sabit Tutulduğu Zaman Farklı Gaz Oranlarının Etkisinin İncelenmesi	27
5.2. Kalınlık (20 nm) ve Alttaş (Si/SiO₂/Si₃N₄) Sabit Tutulduğu Zaman Farklı Gaz Oranlarının Etkisinin İncelenmesi	28
5.3. Kalınlık (100 nm) ve Alttaş (Si/SiO₂) Sabit Tutulduğu Zaman Farklı Gaz Oranlarının Etkisinin İncelenmesi	30
5.4. Kalınlık (100 nm) ve Alttaş (Si/SiO₂/Si₃N₄) Sabit Tutulduğu Zaman Farklı Gaz Oranlarının Etkisinin İncelenmesi	31
5.5. Kalınlık Aynı (20 nm), Alttaş Farklı Olduğu Durumda Aynı Gaz Oranlarının Karşılaştırması	32
5.6. Kalınlık Aynı (100 nm), Alttaş Farklı Olduğu Durumda Aynı Gaz Oranlarının Karşılaştırması	35
5.7. 20 ve 100 nm Kalınlığındaki Si/SiO₂ Alttaş Üzerine Büyütülmüş Film Değerlerinin Gaz Oranının Aynı Olduğu Durumda Karşılaştırılması	37
5.8. 20 ve 100 nm Kalınlığındaki Si/SiO₂/Si₃N₄ Alttaş Üzerine Büyütülmüş Film Değerlerinin Gaz Oranının Aynı Olduğu Durumda Karşılaştırılması	39
6. ELEKTRİKSEL VE YAPISAL ÖZELLİKLER ARASINDAKİ İLİŞKİNİN TARTIŞILMASI	41
7. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER	43
KAYNAKÇA	46
EKLER	
ÖZGEÇMİŞ	

TABLolar DİZİNİ

Tablo 1.1. Farklı kalınlık ve farklı O_2/Ar gaz oranlarında üretilen numunelerin FPP ölçüm ve AKM sonuçları [19]	5
Tablo 2.1. Çalışma için sabit tutulan biriktirme parametreleri [19]	10
Table 2.2. Ölçümler için sabit tutulan biriktirme parametreleri [19]	10
Tablo 2.3. Frekans değerleri için görev döngüsü limitleri [34]	11
Tablo 4.1. Elektriksel ölçüm sonuçları [19]	21
Tablo 5.1. Si/SiO ₂ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O_2/Ar gaz oranı değerleri	27
Tablo 5.2. Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O_2/Ar gaz oranı değerleri	28
Tablo 5.3. Si/SiO ₂ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O_2/Ar gaz oranlarında değerleri	30
Tablo 5.4. Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O_2/Ar gaz oranlarında değerleri	31
Tablo 5.5. Si/SiO ₂ ve Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı filmlerin aynı O_2/Ar gaz oranlarının karşılaştırılması	33
Tablo 5.6. Si/SiO ₂ ve Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı O_2/Ar gaz oranlarının karşılaştırılması	35
Tablo 5.7. Si/SiO ₂ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm ve 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranındaki karşılaştırılmalı değerleri	37
Tablo 5.8. Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm ve 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranındaki karşılaştırılmalı değerleri	39
Tablo 6.1. 20 nm ve 100 nm kalınlıklı Si/SiO ₂ üzerine büyütülmüş ince filmlerin R, tane boyutu ve pürüzlülük değerleri [19]	43
Tablo 6.2. 20 nm ve 100 nm kalınlıklı Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ üzerine büyütülmüş ince filmlerin R, tane boyutu ve pürüzlülük değerleri	42
Tablo 7.1. Si/SiO ₂ ve Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaşlar üzerine büyütülmüş 20 ve 100 nm kalınlıklı filmlerin gaz oranına dayalı değişim sonuçları	43
Tablo 7.2. 20 nm ve 100 nm kalınlıklı filmlerin alttaşın etkisiyle değişimi	44
Tablo 7.3. Kalınlığın Si/SiO ₂ ve Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaşlar üzerine büyütülmüş filmlere etkisi	44

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Vurmalı DC gücün hedefe etkisi [32]	7
Şekil 2.2. UHV sıçratma sistemi (Anadolu Üniversitesi İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarı)	8
Şekil 2.3. 10 mm x 10 mm karelere ayrılmış Si/SiO ₂ ve Si/Si ₃ N ₄ alttaşlar	9
Şekil 2.4. VOx ince filmler için örnek XRR eğrisi	12
Şekil 3.1. FPP tekniğinin şematik gösterimi [36]	13
Şekil 3.2. Fourier spektrumu ve açılal spektrum. a) b)'de gösterilen açının hesaplanması için kullanılan eşit hatlar [44]	19
Şekil 3.3. Yüzey yönü indeksi; a) Std > 0°, b) Std = -17°, c) Std derece olarak gösterilemiyor [49]	19
Şekil 4.1. FPP sistemi, sisteme entegre edilen ısıtıcı ve filmin yüzeyindeki sıcaklığı ölçmek için kullanılan sıcaklık ölçüm aparatı	20
Şekil 4.2. VN4-1-SiN numunesinin sıcaklık direnç eğrisi	22
Şekil 4.3. VN4-1-SiN numunesinin TCR analiz eğrisi	22
Şekil 4.4. VN4-2-SiN numunesinin sıcaklık direnç eğrisi	23
Şekil 4.5. VN4-2-SiN numunesinin TCR analiz eğrisi	23
Şekil 4.6. Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ üzerine büyütülen filmlerin gaz oranına bağlı direnç değişimi.....	24
Şekil 4.7. Atomik Kuvvet Mikroskobu (Anadolu Üniversitesi, İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarı)	25
Şekil 4.8. VN4-13-Si ₂ .000 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt eksenle boyut), b) Stdi (alt eksenle genlik)	26
Şekil 5.1. Si/SiO ₂ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O ₂ /Ar gaz oranlarında karşılaştırılması	28
Şekil 5.2. Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O ₂ /Ar gaz oranlarında karşılaştırılması	29
Şekil 5.3. Si/SiO ₂ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O ₂ /Ar gaz oranlarında karşılaştırılması	30
Şekil 5.4. Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O ₂ /Ar gaz oranlarında karşılaştırılması	33
Şekil 5.5. Si/SiO ₂ ve Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı filmlerin	

aynı gaz oranlarının karşılaştırılması: a) %5 gaz oranı, b) %10 gaz oranı, c) %15 gaz oranı, d) %20 gaz oranı, e) %30 gaz oranı	34
Şekil 5.6. Si/SiO ₂ ve Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranlarının karşılaştırılması: a) %5 gaz oranı, b) %10 gaz oranı, c) %15 gaz oranı, d) %20 gaz oranı, e) %30 gaz oranı	36
Şekil 5.7. Si/SiO ₂ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm ve 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranlarında karşılaştırılması: a) %5 gaz oranı, b) %10 gaz oranı, c) %15 gaz oranı, d) %20 gaz oranı, e) %30 gaz oranı	38
Şekil 5.8. Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm ve 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranlarında karşılaştırılması: a) %5 gaz oranı, b) %10 gaz oranı, c) %15 gaz oranı, d) %20 gaz oranı, e) %30 gaz oranı	40
Şekil 6.1. FPP ve AKM ölçüm pozisyonları [50]	41

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

$^{\circ}\text{C}$: Santigrat derece
A	: Akım (Amper)
AKM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu (Atomic Force Microscope)
Ar	: Argon gazı
CVD	: Kimyasal buhar biriktirme (Chemical vapor deposition)
DC	: Doğrudan veya sürekli akım (DC - direct or continuous current)
DC	: Direkt akım (Direct current)
FPP	: Dört nokta iğne (Four Point Probe)
GIXRD	: Düşük Açılı X-ışını Kırınımı (Grazing-Incidence X-Ray Diffraction)
H	: Hurst parametresi
K.A.	: Kontak alınmadı
kHz	: Kilohertz
N_2	: Azot gazı
nm	: Nanometre (10^{-9} metre)
O_2	: Oksijen gazı
Ö.Y.	: Ölçüm yapılmadı
PDC RMS	: Vurmalı Direkt Akım Reaktif Magnetron Sıçratma (Pulsed Direct Current Reactive Magnetron Sputtering)
PVD	: Fiziksel buhar biriktirme (Physical vapor deposition)
R	: Direnç (Resistance)
RF	: Radyo Frekansı (Radio Frequency)
ROS	: Yaprak direnci (Resistance of Square)
Sb	: Antimon elementi
Scm	: Standart santimetre küpten dakika başına akan gaz miktarı (Standard cubic centimeters per minute)
SE	: Spektroskopik Elipsometri
Sfd	: Fraktal Boyut
Si_3N_4	: Silisyum Nitrür
SiO_2	: Silisyum Oksit
SMT	: Yarı iletken Metale Geçiş
SPIP	: Taramalı Prob Görüntü İşlemcisi (Scanning Probe Image Processor)

St _d	: Yüzey yön indeksi
T _B	: Tane boyutu
TCR	: Elektriksel direncin sıcaklık sabiti (Temperature Coefficient of Resistance)
VO _x	: Vanadyum Oksit
W	: Watt
α	: Alfa
μm	: Mikrometre (10 ⁻⁶ metre)
μs	: Mikrosaniye
ρ	: Özdirenç
Ω	: Ohm

1. GİRİŞ ve AMAÇ

1.1. Tezin Yapısı

Bu tez çalışması kapsamında incelenen Vanadyum Oksit akıllı ince filmlerin üretim teknikleri ve özellikleri ile ilgili yapılan çalışmalar tezin ilk kısmında araştırılmıştır. Bu araştırmanın sonucu “1.2. Literatür Özeti” kısmında verilmiştir. Buna ek olarak, bu tez çalışmasının amacı ve yapılan çalışmalar “1.3. Tez Çalışmasının Amacı” kısmında verilmiştir.

Üretim ve karakterizasyon teknikleri hakkında detaylı bilgiler “2. Deneysel Metodlar” kısmında verilmiştir. Bu tez kapsamında AKM görüntüleri kullanılarak elde edilen SPIP sonuçları, aynı zamanda bir önceki tez çalışmasında farklı gaz oranı uygulanarak, farklı kalınlık ve alttaşlar üzerinde büyütülmüş VOx akıllı ince filmlere bu parametrelerin etkisi “5. Sonuçların Karşılaştırılması” bölümünde verilmiştir. Yapısal ve elektriksel özellikler arasındaki ilişkiye “6. Elektriksel ve Yapısal Özellikler Arasındaki İlişkinin Tartışılması” bölümünde bakılmış, genel sonuçlar “7. Genel Sonuçlar ve Öneriler” bölümünde verilmiştir.

1.2. Literatür Özeti

Vanadyum Oksit akıllı ince film malzemelerin özellikleri ve kullanım alanları incelenmiş ve özet şeklinde bu bölümde verilmiştir.

Yarı iletken-metal geçiş'in (SMT) altında, vanadyum dioksit (VO_2) monoklinik yapıya sahip yarı iletkenlik özellikleri gösterirken, SMT'nin üstünde tetragonal rutil yapıya sahip metal haline gelir. SMT ile ilişkili olarak, görünürden terahertz bölgeye kadar olan direnç, optik transmitans veya yansıma derecelerinde ani değişiklikler vardır. VO_2 , prototipik güçlü korelasyon elektron malzemesidir [1]. Güçlü elektronik korelasyonlardan dolayı, VO_2 'nin elektronik yapısı, parçacık boyutu [2,3], boyutsal etki [4] gibi yapısal faktörlere duyarlıdır. Bu, VO_2 'nin ilginç fiziksel özelliklerinin ve işlevlerinin onların mikro ve ya nano yapılarının değiştirilerek elde edilebileceği anlamına gelir. Bununla birlikte, vanadyum-oksijen sisteminin karmaşıklığı nedeniyle VO_2 'nin mikro yapısını tam olarak kontrol etmek zordur [1]. Hazırlama sıcaklığı ve film kalınlığı, fiziksel yöntemleri kullanarak VO_2 ince film hazırlama için iki önemli parametredir [3]. VOx akıllı ince film malzemelerin dikkat çekici birçok fiziksel ve kimyasal özellikleri vardır ve bu nedenle de teknolojik uygulamalarda

kullanılmaktadırlar. Bunlara örnek olarak akıllı camlar (smart windows) [5], memristorlar [6], elektronik ve optik aygıtlar [7], bellek uygulamaları [8], lazer koruması [9] vb. uygulamalar gösterilebilir.

Literatürde VO₂ ince filmler, Düşük Açılı X-ışını Kırınımı (Grazing-Incidence X-Ray Diffraction, GIXRD), alan emisyon taramalı elektron mikroskobu, transmisyon elektron mikroskobu ve spektroskopik elipsometri (SE) ile karakterize edilmiş ve filmlerin SMT özellikleri, dört nokta prob direnci ölçümleri (FPP) ve ısıtma pedleri ile donatılmış infrared spektrometre ile araştırılmıştır. Ayrıca literatürlerde bahsedilen üretim tekniklerinin PLD (Pulsed Laser Deposition) [10], ion beam sputtering [11], Sol-Gel [12], magnetron sputtering [1,13], electron beam evaporation [14], spray prolysis [15] vb. olduğuna rastlanmıştır.

Birçok teknolojik uygulamada olduğu gibi ince filmlerde de vanadyum oksitler kullanılır. Vanadyum oksit, genel oksidasyon durumları 5, 4, 3, 2, 0 olan amfoterik oksittir. Dört ana oksidi vardır; V₂O₅, VO₂, V₂O₃, VO [16,17]. Ayrıca, VO, V₂O₃, VO₂, V₃O₅, V₆O₁₁, V₄O₉ ve V₂O₅ dahil olmak üzere 20'den fazla çeşidi vardır [18]. Uygulamalar için gerekli olan özellikler, bu fazların fraksiyonlarının ince filmler için ayarlanmasıyla elde edilir.

Özellikle, VO₂ ve V₂O₅ olmakla bir çok vanadium oksidin d-orbitalleri nedeniyle elektronik, manyetik, katalitik özelliklere sahiptir ki, bu da çok çeşitli uygulamalara uygulanmasında önemli rol oynar [19].

Ayrıca, vanadyum atomlarının çoklu kararlı oksidasyon durumlarına sahip olma kabiliyeti, oksidasyon veya indirgeme ile farklı stokiyometri oksitleri arasında kolay dönüşüm sağlar ki bu da oksidin selektif oksidasyonda katalizör olarak işlev görmesi için önemli faktördür [20].

Vanadia veya divanadium pentoksit (IUPAC) olarak adlandırılan V₂O₅, vanadyumun en kararlı ve yüksek oranda gözlenen oksit şeklidir. V₂O₅ kafes içerisinde üç tip oksijen atomunun bulunduğu ortorombik kristal yapıya sahip amfoterik oksittir: vanadyum oksijen atomları sadece oksijen atomlarını birleştiren bir vanadyum atomuna ve üçüncü tip iki, üç vanadyum atomuna birleşmişlerdir [20]. Üzerinde durulması gereken bir diğer önemli yapısal özellik, kusur yapısıdır. Genel olarak oksijen boşluğunun V₂O₅ kafesindeki temel nokta kusuru olduğu düşünülür ve bu boşluğun, daha önce bahsedilen üçüncü oksijen tipinden yayılan bir çift verici olduğu varsayılır [20].

Ayrıca, sıçratma tekniği ile üretilmiş V_2O_5 ince filmleri, elektrokimyasal depolama cihazları için de uygundur [21].

İnce film mikro - yapısının radyo frekans yayımlı V_2O_5 filmlerinde kapasite - hız performansı üzerindeki etkileri, sıçratılmış V_2O_5 filmlerinin elektrokimyasal kinetiği arttırdığını ve ince taneli filmlere kıyasla üstün oranlı kabiliyete sahip iri taneli ve mikro-yapılı filmlerin ortaya çıktığını göstermektedir [21].

Vanadyum dioksit olarak da adlandırılan VO_2 , düşük ve yüksek sıcaklıklarda iki farklı kristal yapıya sahip amfoterik oksittir. $68^\circ C$ sıcaklıkta birinci dereceden metal - yarıiletken faz geçişi tetragonal fazdan düşük sıcaklıklı monoklinik yapıya geçer [22].

Bu faz geçişi sırasında özellik değişikliklerinin genliği (direnc, optik iletim ve kızılötesi yansıma) nedeniyle VO_2 , elektronik ve opto - elektronik alanda birçok uygulamalarda kullanılır [23].

İnce film VO_2 , genellikle film büyüme koşulları nedeniyle 30 - 120 nm aralığında tane büyüklüğüne sahip olan polikristal yapıdır, tek kristal ince film VO_2 , safir alttaşlar üzerinde epitaksiyal olarak büyütülebilir [19].

Elektrik direncinin büyüklüğü, ince filmlerdeki metalik izolatör geçişi sırasında değişir ve geçişin sıcaklık genişliği genellikle tek kristal VO_2 'de olduğu kadar keskin değildir, buna rağmen film kalınlığının azaltılması metalik izolatör geçiş parametrelerini iyileştirir [24].

Önemli sayıda uygulamada karışık VO_x filmler kullanılmaktadır. Bunun bir örneği, TV yayıncılığı, telekomünikasyon ve hassas ölçüm sistemlerinde kullanılan Rubidyum Frekans Standartıdır (RAFS) [24].

RF magnetron sıçratma ile biriktirilen karışık vanadyum oksit ince film üzerinde yapılan bir çalışmada, esas olarak V_2O_5 ve V_2O_3 'ten oluşan şekilsiz filmlerin düz ve sabit optik geçirgenlik eğrilerine sahip olduğu ve farklı kalınlıkların nispi optik yoğunluğu ayarlamak için kullanılabileceği gösterilmiştir [24].

Gang Xu ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada VO_2 filmleri, $\alpha-Al_2O_3$ (0001) üzerinde RF reaktif magnetron sıçratma yöntemiyle epitaksiyel olarak büyütülmüş ve 3 nm ile 150 nm arasındaki film kalınlığının optik özelliklere etkileri araştırılmıştır. Araştırmaların sonucu filmin kalınlığı azaldığında yarı iletken-metal faz geçiş sıcaklığının önemli ölçüde azaldığını, özellikle de kalınlığı 10 nm'den az olan film için düştüğünü ortaya koydu. Öte yandan VO_2 'nin iki fazı arasındaki görünür transmittans arasındaki farkın film kalınlığına bağlı olarak da değiştiğini buldular. 50

nm'den daha az kalınlıktaki filmler için, yarıiletken faz metalik fazdan daha düşük görünür geçirgenlik gösterirken, kalınlığı 50 nm'den büyük olanlar için durum tersinedir. Film kalınlığının azalmasıyla faz geçiş sıcaklığının azaldığı bulunmuştur. Buna ek olarak, AKM ölçümleri, film kalınlığı azaldığında film yüzeyinin pürüzsüzleştiğini, film kalınlığı arttıkça film yüzeyinin pürüzlü hale geldiğini göstermiştir [14]. Kalınlık VO₂ tabanlı nano ölçekli cihazlardaki performansı da etkiler [25, 26].

Vanadyum oksitlerle ilgili yapılan bir diğer çalışmada üretim sırasındaki O₂/Ar oranının filmin özdirenç ve elektriksel direncin sıcaklık sabiti (TCR) değerlerini etkilediği gözlemlenmiştir. Gaz oranının artmasıyla birikme oranının aniden düştüğü ve daha sonra sabit kaldığı, buna rağmen filmin TCR değerinin, elektriksel özdirencinin ve aynı zamanda direncinin arttığı gözlenmiştir. Bu çalışmanın sonucu olarak düşük direnç ve yüksek TCR değerlerinin %15 ve %20 O₂/Ar gaz oranlarında elde edileceği görülmüştür [27-31].

1.3. Tez Çalışmasının Amacı

Bu çalışmanın amacı, İleri Teknoloji İnce Film Grubunda, vurmali direkt akım (DC) reaktif magnetron sıçratma (PDC RMS) ile Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ altaşları üzerinde farklı kalınlıklarda ve farklı gaz oranlarının etkisiyle büyütülen Vanadyum Oksit (VO_x) ince filmlerin bakılan özelliklerine gaz oranının, altaş değişiminin ve kalınlığın etkisinin, ayrıca elektriksel ve yapısal özellikler arasındaki ilişkinin incelenmesidir. Çalışmanın amacı her seferinde O₂/Ar gaz oranı, Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ altaşları, 20 ve 100 nm kalınlık parametrelerinden yalnızca birini değiştirerek incelenen özelliklere bu parametrelerin etkisini araştırmaktır. Bir önceki tez çalışmaları kapsamında filmlerin yüzey pürüzlülüğü ve tane boyutu Atomik Kuvvet Mikroskobu (AKM), direnç ve özdirenç ölçümleri FPP tekniği kullanılarak öğrenilmiştir. Buna ek olarak bu tez çalışması kapsamında filmlerin fraktal boyut (Sfd), Hurst parametresi (H), yüzey yön indeksi (Stdi) gibi özellikleri, AKM görüntüleri kullanılarak Taramalı Prob Görüntü İşlemcisi adlanan SPIP yazılımından elde edilmiştir. Tez kapsamında bu değerler karşılaştırılarak, filmlere parametre değişikliğinin etkisine bakılmış, ayrıca elektriksel ve yapısal özellikleri arasındaki ilişki incelenmiştir. Kullanılan numunelerin önceki tez çalışmasından alınan FPP ölçüm ve AKM sonuçları Tablo 1.1.'de gösterilmiştir.

Bu tez çalışması kapsamında, Tablo 1.1’de yer alan VOx ince film numunelerin fraktal boyut, Hurst parametresi, yüzey yön indeksi değerleri SPIP yazılımı kullanılarak hesaplanmış, bu değerlere Tablo 1.1’de yer alan tane boyutu ve yüzey pürüzlülüğü değerleri de eklenerek değişen parametrelerin bu özelliklere etkisi incelenmiştir. Ayrıca yeni elde edilen ve tabloda bulunan değerler göz önünde bulundurularak yapısal ve elektriksel özellikler arasındaki ilişkiyi bakılmıştır.

K.A. – Kontak Alınamadı, Ö.Y. – Ölçüm Yapılamadı.

Tablo 1.1. Farklı kalınlık ve farklı O₂/Ar gaz oranlarında üretilen numunelerin FPP ölçüm ve AKM sonuçları [19]

Numune İsmi	Kalınlık (nm)	O ₂ /Ar	%	R (Ω)	ρ (Ω cm)	TCR (%/°C)	Tane Boyutu (nm)	Ra (nm)
VN4-1-Si	20	0,2/4	5	2536,37	0,005	Ö.Y.	22,390	0,326
VN4-2-Si	20	0,4/4	10	9959771	19,91	Ö.Y.	21,666	0,500
VN4-3-Si	20	0,6/4	15	6,13e8	1227,597	Ö.Y.	28,658	0,401
VN4-4-Si	20	0,8/4	20	K.A.	K.A.	K.A.	30,982	0,498
VN4-5-Si	20	1,2/4	30	6,26e7	125,31	Ö.Y.	27,400	0,440
VN4-1-SiN	20	0,2/4	5	5766,03	0,011	0,005	52,301	2,020
VN4-2-SiN	20	0,4/4	10	1,99e7	39,849	0,045	44,399	1,886
VN4-3-SiN	20	0,6/4	15	K.A.	K.A.	K.A.	36,534	1,860
VN4-4-SiN	20	0,8/4	20	K.A.	K.A.	K.A.	56,739	2,298
VN4-5-SiN	20	1,2/4	30	K.A.	K.A.	K.A.	45,460	2,222
VN4-11-Si-2	100	0,2/4	5	734,5	0,0073	Ö.Y.	33,371	1,658
VN4-12-Si-2	100	0,4/4	10	532857,6	5,32	Ö.Y.	29,031	1,069
VN4-13-Si-2	100	0,6/4	15	4,28e7	428,22	Ö.Y.	30,215	1,047
VN4-14-Si-2	100	0,8/4	20	K.A.	K.A.	K.A.	34,309	0,825
VN4-15-Si-2	100	1,2/4	30	K.A.	K.A.	K.A.	36,216	1,085
VN4-11-SiN4	100	0,2/4	5	1300	0,012	0,39	55,094	3,034
VN4-12-SiN-4	100	0,4/4	10	2209160	22,09	3,1	39,297	2,259
VN4-13-SiN-4	100	0,6/4	15	5,22e7	522,71	Ö.Y.	47,140	2,446
VN4-14-SiN-4	100	0,8/4	20	K.A.	K.A.	K.A.	49,520	2,695
VN4-15-SiN-4	100	1,2/4	30	K.A.	K.A.	K.A.	46,553	2,387

2. DENEYSEL METOTLAR

2.1. İnce Film Üretim Metotları

İnce filmlerin bir çok üretim yöntemi vardır. Buna rağmen elde edilmesi istenen özellikler nedeniyle farklı kullanım alanları için farklı üretim metotları kullanılır.

Birçok fiziki buhar biriktirme yöntemi vardır ki, bunlardan bir tanesi de sıçratmadır. Bu yöntem, alttaşlar üzerinde düzgün kaplama, aynı zamanda oksit ve alaşımlar gibi materyallerde oldukça iyi yapışma sağladığı için ince film biriktirmede yaygın olarak kullanılır.

Sıçratma tekniği, farklı işlemler uygulanmakla birçok alanda kullanılabilen yöntemdir. Metaller için DC sıçratma yöntemi kullanılırken, Radio Frekansı (RF) sıçratma oksit gibi yalıtkan hedeflerde uygulanır. Hem DC hem de RF güç kaynağı ile kullanılabilen magnetron sıçratma, elektron yolunun hedefe yakın lokalize olmasına yardımcı olur. Bu da daha yüksek sıçratma oranı ve hedef yüzeyin düzgün kaplanmasını sağlar. Diğer taraftan reaktif sıçratma, metalik hedef ve reaktif gazdan depozit oksitlerin, nitritlerin, sülfürlerin ve karbürlerin oluşmasını mümkün kılar. Gücü, basıncı ve reaktif gaz akışını kontrol ederek, belirli bileşikleri izole etmek veya bir bileşik karışımını biriktirmek mümkündür [19].

Yüksek saflıkta vanadyum hedefinden gelen vanadyum oksit ince filmlerin biriktirilmesi için uygun tekniklerden biri, DC reaktif magnetron sıçratmasıdır. DC güç kaynağındaki sorun, hedef malzemenin üzerine yüklenen yüküdür ki, bu da sonuç olarak film üzerinde kusur oluşturuyor. Vurmalı DC güç kaynağı kullanılması, şarj ve ark oluşumunu önler. Görev döngüsünün ayarlanması, vurma özelliklerinin değiştirilmesine izin verir, bu nedenle de, biriken malzemenin özellikleri üzerinde bir etkisi olabiliyor.

2.1.1. Vurmalı DC Reaktif Magnetron Sıçratma Tekniği

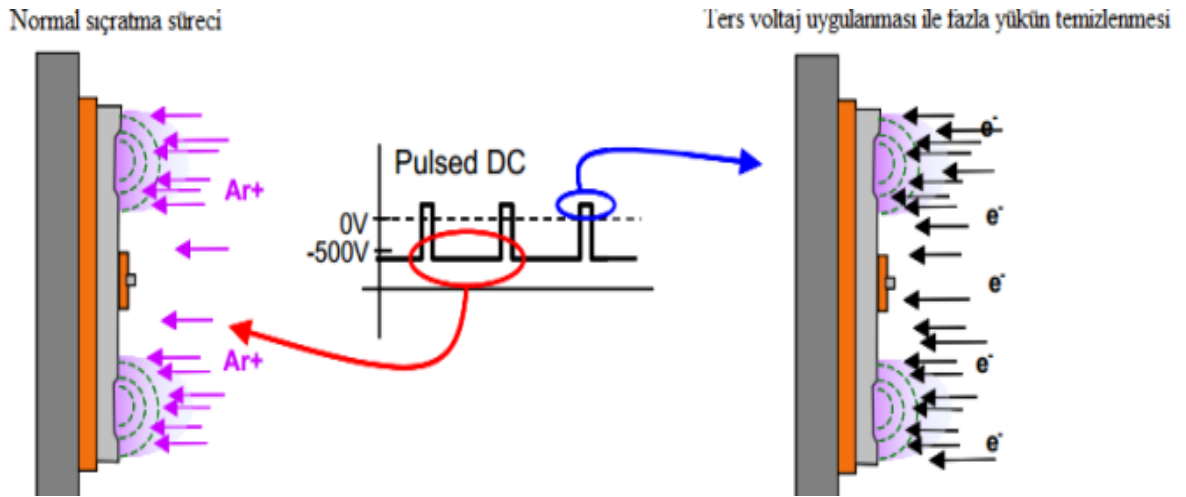
Sıçratma, fiziksel buhar biriktirme (Physical Vapour Deposition, PVD) yöntemleri altında kategorize edilen süreçlerin ortak adıdır. PVD'nin ana çalışma prensibi, malzemeyi hedef olarak adlandırılan katı veya sıvı bir kaynaktan gaz formuna ayırmak ve daha sonra alttaş olarak adlandırılan yüzeydeki buharı yoğunlaştırmaktır. Bunun için en basit yol, buharlaştırma işlemidir. Buna rağmen en karmaşık olanlardan biri sıçratma işlemidir ki, bu da manyetik veya elektrik alanı ve DC veya RF güç kaynakları gibi ek ekipmanların kullanılmasıyla modifiye edilebilir [19].

Sıçratma, malzemenin koruyucu madde ve taşıma ortamı olarak da işlev gören vakumda oluşan plazma ile püskürtülmesi için hedefin enerjik parçacık bombardımanını kullanır. Çıkarılan malzeme plazma boyunca ilerler ve altına ve onun çevresine çöker. Çökme hızını ve verimini arttırmak için, magnetron sıçraması yaratan sisteme manyetik ve elektrik alanları eklenir. Sistemde kullanılan manyetik ve elektrik alanları, plazma ve yüklü parçacıkların yön kontrolünü sağlar [19].

Sıçratma işlemi için gerekli olan plazma, argon gibi inert gazla oluşturulur. Plazma içine oksijen gibi reaktif gaz girdiğinde, hedef malzeme ile reaktif gaz arasında reaksiyon oluşur ve bu da altına üzerinde bileşik birikmesine neden olur. Bu işlem reaktif sıçratma olarak adlandırılır [19].

Bu işlem için önemli diğer konulardan biri de güç kaynağının seçimidir. Yaygın olarak kullanılanları DC ve RF kaynaklarıdır, ancak reaktif işlemler için vurmali DC tekniğinin ark oluşumunu ve hedefin zehirlenmesini önleyen yeni güç kaynağı tekniği olduğunu kanıtlanmıştır. Bu, ters voltaj uygulanarak gerçekleşir ki, sonunda hedef malzemenin üzerinde biriken yük boşalıyor. Bu süreç Şekil 3.1.'de gösterilmiştir [19].

Magnetron aparatının ve vurmali DC güç modülasyonunun avantajlarını birleştirerek, izolasyonlu veya yarı iletken ince film biriktirme için yüksek verimli sıçratma işlemi mümkün hale gelmiştir [19].

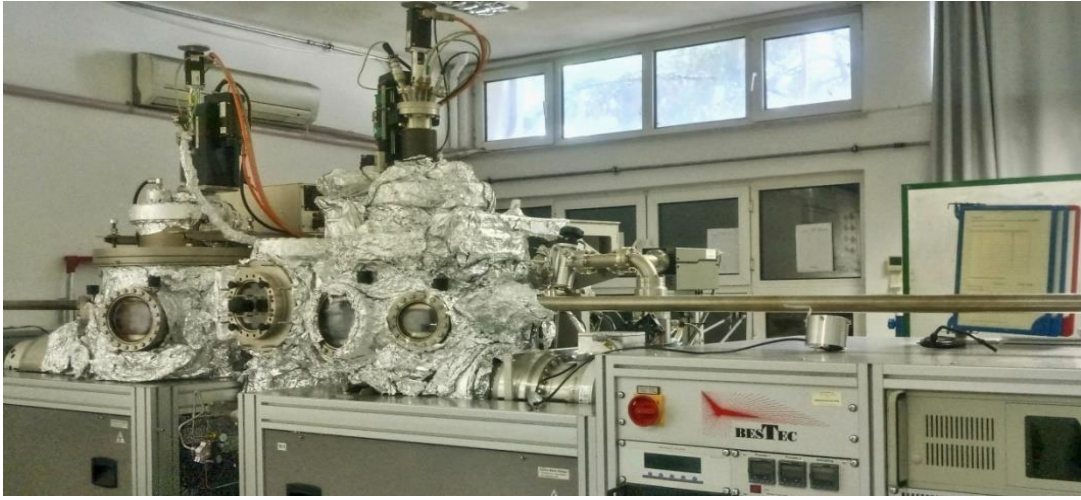


Şekil 2.1. Vurmali DC gücün hedefe etkisi [32]

2.2. İncelenen Numunelerin Üretim Sürecinin Kısa Tanıtımı

Bu bölümde, daha önce çalışma grubumuzda üretilen ve bu tez çalışmasında kullanılan VOx ince filmlerin üretimi ile ilgili önemli bilgiler kısa şekilde anlatılmıştır. Daha detaylı veriler daha önce tamamlanan tez çalışmasında bulunabilir [19].

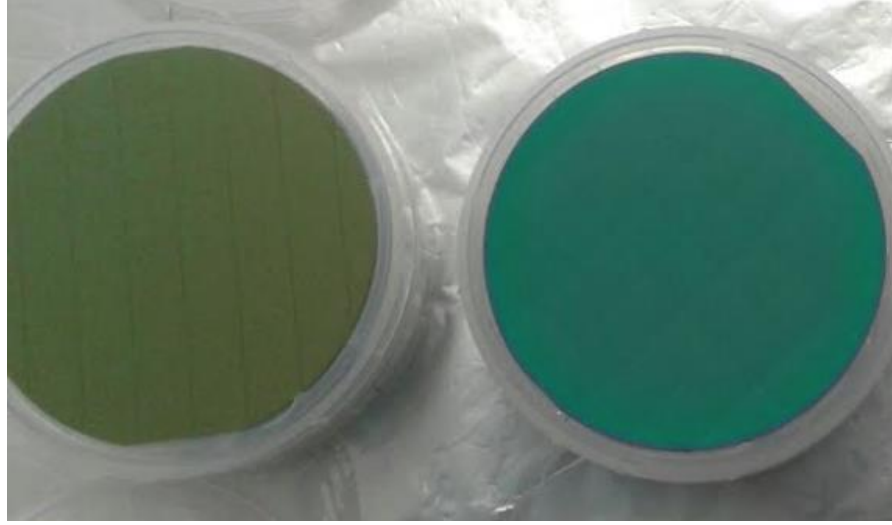
Bu çalışmada kullanılan ince filmler Prof. Dr. Ramis Mustafa Öksüzoğlu tarafından dizaynedilen ve Anadolu Üniversitesi İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarında bulunan vurmali DC güç kaynaklı Magnetron Sıçratma Sisteminde üretilmiştir (bkz. Şekil-2.2.).



Şekil 2.2. UHV sıçratma sistemi (Anadolu Üniversitesi İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarı)

Bu çalışmada n-tipi, fosfor katkılı, 1-30 Ω -cm özdirenç aralığında, 1000 nm kalınlığında termal oksit kaplı Si <100> yönelimli, toplam kalınlığı $381 \pm 0,25$ μm olan Si/SiO₂ ve 250 nm Si/SiO₂/Si₃N₄ kaplı Si <100>, Si/SiO₂/Si₃N₄, alttaşlar kullanılmıştır.

Bu alttaşlardan, hem maliyetin azaltılması, hem de AKM gibi karakterizasyon tekniklerinin sınırlarına uyması açısından 10x10 mm² boyutunda alttaşlar kesilmiştir. Örnek aşağıdaki şekilde gösterilmiştir.



Şekil 2.3. 10 mm x 10 mm karelere ayrılmış Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaşlar

VOx ince filmleri üretirken hem vakum odasının, hem de alttaş yüzeylerinin temizliğine özen gösterilir. Çünkü ince film üretimi zamanı üretim odasının ve alttaş yüzeyinin temizliği filmin kalitesine doğrudan etki etmektedir.

Yapılan biriktirmenin miktarı, hedef malzeme değişiklikleri, aynı zamanda yüksek vakumu sağlamak, kirlenmeyi ve ark oluşumunu önlemek için sistemin parçalarının belirli üretim aralıklarıyla temizlenmesi gerekir.

VOx ince filmlerin üretilmesi sürecinde her birinin saflık değeri %99,9999 olan Air Products marka Argon ve Oksijen gazı kullanılmıştır. Üretimden önce, vakum odasındaki yabancı gazları atmak, su buharını azaltmak için ön temizlik üretimi yani pre-cleaning yapılmaktadır. 15 dakika boyunca yapılan temizlik üretiminde, yalnızca vakum odası değil, aynı zamanda hedef malzemenin yüzeyi de temizlenmektedir. Sistemin içindeki su buharını gidermek için 120°C sıcaklıkta 48 saat süreyle Bake - Out denilen ısı işlem uygulanır ve 10⁻⁹ Torr seviyesinde yüksek vakum oluşturulur.

Alttaş yüzeylerinin temizlenmesi, yüzeydeki herhangi bir toz tanesinin veya kirlenmenin, çekirdeklenme ve film büyüme aşamalarını etkileyebileceği için çok önemli süreçtir. Her türlü kalıntıyı, toz partikülleri ve kimyasalları yüzeyden dikkatli bir şekilde temizlemek gerekir. Herhangi bir bulaşmayı önlemek için alttaşlar temizlendikten sonra çok dikkatlice kullanılmalıdır.

Temizleme prosedürü, alttaşların 10 dakika süreyle %99.5 saf asetonda bulundurulmasıyla başlar, bundan sonra alttaşlar %99.8 saflıkta propanole dikkatlice daldırılır. Çözücülerden sonra alttaşlar deiyonize su ile durulanır ve %99.999 saf azot

gazı kullanılarak kurutulur. Temizlenmiş ve kurutulmuş alttaşlar, alttaşları sıkı bir şekilde yerinde tutan ve sıçratma sisteminin yüksek vakumlu haznesinin içine yerleştirilen özel tutuculara yüklenir.

Filmleri üretmeye başlamadan önce temizlik üretimi yapılır. Vakum odası oksijen gazına doysun diye temizlik üretiminden sonra 10 dakika reaktif sıçratma işlemi yapılır. Bu süreçte üzerinde numune olmayan çelik tutucu kullanılır. Bu iki temizlik süreci 100 nm'lik VO_x üretimi yapıldıktan sonra bir sonraki üretime hazırlık amacıyla yapılır.

Alttaş seçimi için numuneler Tablo 2.1.'de verilen parametrelerle Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaşları üzerinde büyütülmüştür. Ayrıca yüzeydeki değişimleri gözlemlemek için 5 farklı O₂/Ar oranı kullanılmıştır. Alttaşların tane boyutu ve yüzey pürüzlülüğü, referans değerler ve grafiklerde gösterildiği gibi %0 O₂/Ar oranı olarak biriktirmeden önce ölçülmüştür.

Tablo 2.1. Ön çalışma için sabit tutulan biriktirme parametreleri [19]

PDC Gücü (W)	Hedef açısı (°)	Taban basıncı (Torr)	Kalınlık (nm)	Görev döngüsü (%)	Biriktirme süreci (san)	Hedef-alttaş mesafesi (mm)	Alttaş rotasyonu (rpm)	Vurma frekans (kHz)
70	1	<10 ⁻⁸	20 & 100	25	2857	50	60	50

Vanadyum oksit ince filmlerin üretimi için uygun olan alttaş bu oksit için gerekli özellikleri sağlayan Si/SiO₂'dir [33]. Si bazlı alttaşlar teknolojik açıdan önemlidir, çünkü elektronik aletlerin çoğu silikon bazlı levhalara bağlıdır ve en iyi metalden yalıtıkana geçiş parametrelerine sahip vanadyum oksit filmlerin Si bazlı alttaşlar üzerinde büyütüldüğü bildirilmiştir [14].

Table 2.2. Ölçümler için sabit tutulan biriktirme parametreleri [19]

PDC gücü (W)	Hedef açısı (°)	Taban basınç (Torr)	Ar gaz akış oranı (sccm)	Biriktirme süresi (s)	Hedef-alttaş mesafesi (mm)	Alttaş rotasyonu (rpm)	Vurma frekans (kHz)
70	21	<10 ⁻⁸	4	2857	50	60	50

Tablo 2.3. Frekans değerleri için görev döngüsü limitleri [34].

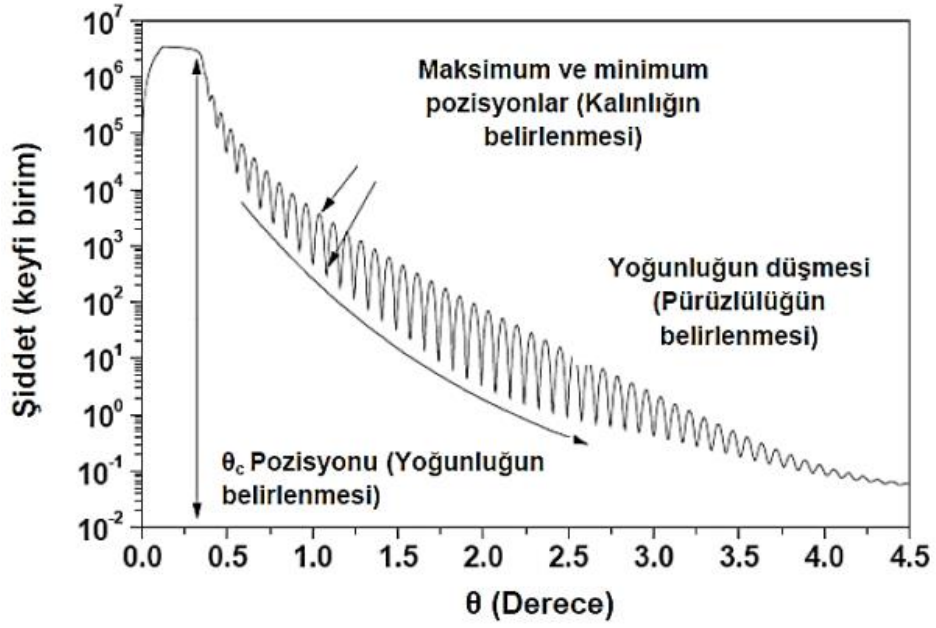
İstenen Frekans (kHz)	Gerçek Frekans (kHz)	Azami Vurma Tersinim Süresi max (μ s)	Görev döngüsü (min%)	Görev döngüsü (max%)
35	35,026	10	1,40	35,0
40	40	10	1,60	40,0
45	45,045	9,9	1,80	44,6
50	50	9,0	2,00	45,0
55	54,945	8,1	2,20	44,5

Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ altaşların üzerine VO_x kaplanarak büyütülen ince filmler 20 nm ve 100 nm kalınlığındadır. Numuneler, tane boyutu ve yüzey özellikleri için AKM'de, elektriksel ölçümler için FPP'de analiz edilmiştir. Filmlerin AKM'de alınan yüzey görüntüleri SPİP yazılımına eklenerek yüzeyler incelenmiştir. Bu bölümde yukarıda sayılan karakterizasyon teknikleri ve üretim parametreleri detaylarıyla açıklanmaktadır.

2.3. Film Kalınlığının Ölçülmesi

Üretilen numunelerin kalınlığı XRR tekniği kullanılarak ölçülmüştür. Bu teknikte numunenin içerisine gönderilen ışınların ara yüzeylerden yansımaları yorumlanır. XRR tekniğinin sonuç verme şekli elektron yoğunluklarının farkına dayanır. Bu tekniği kullanırken yaşanan en büyük zorluk örneğin hizalanması sürecidir [35].

Bragg - Brentano geometrisine sahip X-ışını cihazında örnek, vakumlu tutucu üzerinde yatay olarak hizalanır ve X-ışını sabit tutulur. Örnek goniometer boyunca sadece z ekseninde hareket ettirilir, ışık örneğin tam ortasına geldikten sonra örnek yükseklik taraması yapılır. Bundan sonra Omega (ω) taraması yapılır ki, bu zaman da detektor $2\theta = 0,40$ olacak şekilde sabit tutulur ve kritik açığa yakın mesafeden tarama yapılır. Tarama sonucunda Rocking - Curve eğrisi olarak bilinen eğri elde edilir. Örnek hizalamasının ne kadar doğru olduğu bilgisi bu eğriden alınır. İstenilen eğri tespit edildikten sonra yansıma taraması ile incelenen filmin örnek XRR eğrisi üzerinde Leptos isimli program kullanılarak modelleme yapılır. Örnek Şekil 2.3.'de gösterilmiştir [35].



Şekil 2.4. VOx ince filmler için örnek XRR eğrisi[35]

Fourier dönüşüm yöntemiyle ince filmlerin kalınlığı tahmini olarak ama hızlı bir şekilde tespit edilir. Bu çalışmada, kullanılan numunelerin kalınlıkları daha önceki tez çalışmasında Leptos programında modelleme yapılarak Fourier metoduyla belirlendi [35].

Si/SiO₂ alttaşlar üzerinde büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin XRR analizleri EK-1 ile EK-5 arasında verilmiştir.

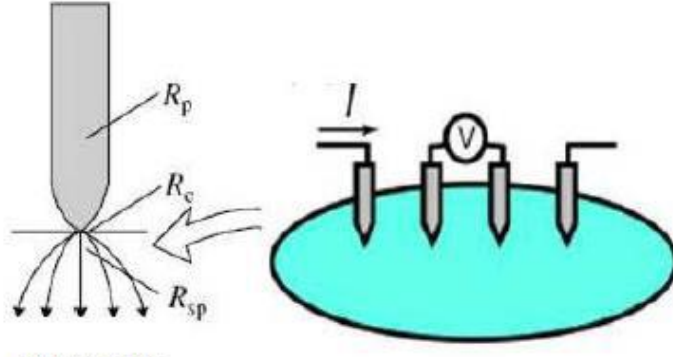
Si/SiO₂ alttaş üzerine %5 O₂/Ar gaz oranı ile 20 nm hedef kalınlık belirlenerek üretilen filmin XRR ölçümü sonucunda 12,5 nm kalınlığında olduğu görüldü (Bkz. EK-1). Ölçüm sonucunda filmlere %5 O₂/Ar gaz oranı uygulandığı zaman hedef kalınlığın elde edilemediği sonucuna varıldı. %10, %15, %20, %30 O₂/Ar gaz oranı uygulanarak üretilen ince filmlerin kalınlıklarının hedef kalınlığa daha yakın olduğu gözlemlendi (Bkz. EK-2 – EK-5). 100 nm kalınlıklı ince filmlerin XRR ölçümleri çözünürlükten dolayı yapılamadı. Bu nedenle üretilmiş 20 nm kalınlığındaki filmler üzerinden biriktirme oranı hesaplandı ve 100 nm kalınlıklı filmler üretildi.

3. İNCE FİLMLERİN KARAKTERİZASYONUNDA KULLANILAN TEKNİKLER VE SPIP YAZILIMI

3.1. Dört Nokta İğne Tekniği

İnce filmler gibi iki boyutlu numunelerin elektriksel özelliklerinin ölçülmesinde FPP tekniği kullanılır. Cihaz, aynı elektriksel dirence (R_p) sahip doğrusal olarak düzenlenmiş pimlerden oluşur.

Sağ ve soldaki iğnelerden akım verilerek, ortadaki iki iğneden gerilim ölçülmektedir. İğnelerin arasındaki mesafeler eşittir.



Şekil 3.1. FPP tekniğinin şematik gösterimi [36]

Şekil 3.1'den anlaşıldığı gibi, problemlerin kendi malzemesinden gelen dirençleri R_p ile gösterilir. Bu direnç değerini belirlemek için iğnenin direnci ölçülür. İnce film ile iğnenin ucu arasındaki ara yüzeyde, kontak direnci oluşmaktadır ve bu R_c ile ifade edilir. İğnenin ucundan filme doğru akan akımın, filmin içine doğru yayılması ile direnç oluşur ki, bu da R_{sp} 'dir. Son olarak bulunan değer ise, filmin kendisinin sahip olduğu yaprak direnci (ρ_s), (ROS) değeridir [36].

Yüzey direncini hesaplamak için formül (ρ_s) Denklem 3.1.'de verilmiştir. “C” düzeltme faktörü, “V” voltaj, “I” akımdır.

$$\rho_s = \frac{V}{I} C \quad (3.1.)$$

Elektriksel bir dipolde potansiyel farkın hesaplanma şekli denklem (3.2)'de verilmiştir.

$$\varphi - \varphi_0 = -\frac{I\rho_s}{2\pi} \ln \frac{r_1}{r_2} \quad (3.2.)$$

Bu eşitlik kullanılarak iğneler arasındaki potansiyel fark hesaplanmış ve Denklem (3.3)'de gösterilmiştir.

$$V = \frac{I\rho_s}{2\pi} \ln 4 \quad (3.3.)$$

Dolayısıyla filmin ROS değeri Denklem (3.4)'de gösterildiği gibi hesaplanabilmektedir.

$$\rho_s = \frac{V}{I} \frac{2\pi}{\ln 4} = \frac{V}{I} 4,532 \quad (3.4.)$$

3.1.1. Sıcaklığa bağlı direnç sabiti (TCR) ve hesaplanması

Diğer bir önemli elektriksel özellik olan sıcaklık direnci katsayısı (TCR), numunenin sıcaklığını görmek için ısıtıcının, sıcaklık kontrolörü ve termokupl ile entegre edilmesi ile ölçülür. TCR, direncin sıcaklık ile beraber değişimini belirtir ve α ile gösterilir [1,19]. TCR değerinin hesaplanmasında FPP ölçümlerinden yararlanılır. TCR değeri metallerde sıcaklığa bağlı olarak artış gösterdiği için pozitif değerde, buna karşın yarıiletken malzemeler ve dielektrikler için ise sıcaklık nedeniyle azalma gösterdiği için negatif değerdedir [32,37]. Yarıiletken malzemelerde görülen negatif TCR değerinin nedeni, yarıiletkenlerin yasak enerji aralığının sahip olduğu değere bağlı olarak, ısıl uyarılma ile elektriksel iletkenlik göstermeleridir. Yarıiletkenlerde sıcaklık arttıkça elektronlar valans bandından iletim bandına ısıl uyarılma yoluyla geçer. Hem iletkenlik bandındaki elektronlar, hem de elektronların valans bandında bıraktıkları boşluklar (holler) elektriksel iletkenliğe katkıda bulunurlar.

Kısa sıcaklık artışlarında ölçümler için TCR, Denklem (3.5.) ile hesaplanabilir [38].

$$\alpha(TCR) = \frac{R_s - R_i}{R_i(T_s - T_i)} \quad (3.5)$$

R_i oda sıcaklığında yüzey direnci, R_s son sıcaklık okumasındaki yüzey direncini gösterir, T_s sonuncu, T_i başlangıç sıcaklıktır.

Sıcaklık aralığı yüksek olan ölçümler için ise Denklem (3.6) ve Denklem (3.7) kullanılır.

$$\alpha(TCR) = -\frac{1}{R} \times \frac{dR}{dT} \quad (3.6)$$

$$\alpha(TCR) = -\frac{d(\ln R)}{dT} \quad (3.7)$$

Burada, R yüzey direnci, T ise sıcaklıktır.

FPP yönteminin tek dezavantajı yüzeyi zedeliyor olmasıdır. Buna rağmen bu zedeleme çok şiddetli değildir. Bununla beraber, FPP ile yapılan ölçümlerde ölçümden önce sürekli tekrar edilen kalibrasyona ihtiyaç duyulmaz ve bu nedenle yarıiletken endüstrisinde uzun zamandır kullanılan ölçüm tekniklerindedir.

3.2. Atomik Kuvvet Mikroskobu

AKM, yüzeyleri atomik seviyeye kadar görüntüleyebilen tarama mikroskopudur. 1986 yılında Binnig, Gerber ve Quate tarafından hem yalıtkan hem de iletken numuneler için yüzey analizi yapmak nedeniyle icat edilmiştir. AKM'nin çalışma prensibi kaldırıcın sapmasını ölçmektir ki, bu da numune yüzeyi ile prob arasında oluşan etkileşim kuvveti nedeni ile ortaya çıkar [19].

Bu çalışmada kullanılan AKM cihazı, bir dizi değiştirilebilir tarayıcı kullanarak yaklaşık 1.5 cm çapında numunelerin görüntülenmesi için tasarlanmış Veeco Nanoscope IV Multimode'dur ve aynı zamanda da atom ölçeğindeki görüntüleri 175 µm büyüklüğünde olmasını sağlayabilir.

Kullanım kılavuzunda açıklandığı gibi, sistem, tarayıcı ve algılama sistemi olmakla iki ana bileşenden oluşur. Tarayıcı piezoelektrik dönüştürücüye sahiptir. Piezo, numuneyi fiziksel olarak X, Y ve Z yönünde hareket ettirir. Algılama sistemi, mikro kaldırıcıdan aynaya, ondan sonra da fotodedektöre yansıyan ışık noktasını oluşturan lazerden oluşur. Spotun pozisyonu fotodiyot devresi tarafından belirlenir. Oluşturulan sinyal bilgisayar tarafından işlenir ve yüzey görüntüsü olarak görüntülenir [39].

Bu tezde kullanılan tüm ince filmlerin yüzey karakterizasyonu, bir önceki tez çalışması kapsamında çekim modu AKM kullanılarak yapıldı [19]. Çekim modu AKM'nin bir avantajı, kaldırıcı üzerinde tork uygulayan sürtünme kuvvetlerinin olmamasıdır. Geri besleme döngüsü, kaldırıcın sabit sapmada tutulması yerine sabit genlikte olan titreşimli kaldırıcı tutuyor. Kaldırıcı üzerindeki uç, rezonansta mekanik uyarım yoluyla modüle edilir [39].

Çekim modu AKM ucunun tipi Bruker RTESP MPP-11100-10'dur. Uç, döndürülmüş (simetrik) geometriye sahiptir ve 200 ila 400 kHz arasındaki rezonans frekansını, 20 ila 80 N/m arasındaki yay sabitini destekler. Nominal uç yarıçapı 8 nm'dir ve kaldırıcı malzemesi 0.01-0.025 Ω cm dirence sahip Sb katkılı Si'dir.

AKM, atomik skala dikey çözünürlük, yüksek yanal uzamsal çözünürlük, izolasyon örneklerinin görüntülenmesi, aynı zamanda manyetik, elektrokimyasal ve sertlik özelliklerinin elde edilmesini sağlar [40].

3.3. SPIP

SPIP™ veya Taramalı Prob Görüntü İşlemcisi – nano ve mikro ölçeklerdeki mikroskopik görüntüleri işlemek ve analiz etmek için geliştirilmiş yazılım paketidir [38]. Kullanılabilir özelliklerin yüksek seviyesi nedeniyle SPIP, mikroskop görüntüleriyle çalışmak için gelişmiş araç seti ile endüstriyel ve akademik araştırmaların yapılmasını sağlar. Çoğunluğu mikroskopi dosya türünden veri ayıklama, verileri temizleme ve geliştirme, ölçümleri analiz etme, analiz sonuçlarını görüntüleme ve raporlama gibi akademik kolaylıklardır [38].

Yazılım, ilaç, kozmetik, yarı iletkenler, sabit disk üretimi, polimer ve alüminyum üretimi gibi çeşitli sektörlerde araştırma ve yenilik için kullanılmaktadır. Ayrıca SPIP, önde gelen üniversitelerde araştırma ve eğitim için standart bir yazılım olarak yaygın bir şekilde tanınmakta ve 1200'den fazla bilimsel yayında alıntılanmaktadır. SPIP, taramalı mikroskopları (SPM, AKM, STM, SNOM, vb.), Elektron mikroskoplarını (SEM, TEM), parazit mikroskoplarını, konfokal mikroskopları, optik mikroskopları ve profil formatlarını içeren birçok mikroskop tipini destekler [38].

3.3.1. Fraktal boyut, Hurst parametresi, yüzey yön indeksi değerlerinin hesaplanması

Numune yüzeyleriyle ilgili daha detaylı bilgi almak için AKM ölçümü alınmış filmlerin AKM ölçümlerini kullanarak SPIP yazılımı aracılığıyla bir çok yüzey analizleri yapılabilir. Bu tez çalışması kapsamında SPIP yazılımı kullanılarak fraktal boyut, Hurst parametresi, yüzey yön indeksi gibi değerler incelenmiştir.

3.3.2. Fraktal boyut

“Fraktal” terimi genellikle tüm ölçeklerde değişmeyen nesnelere tanımlar. Bu tür nesnelere tüm ölçeklerde benzer özellikler gösterir. Ölçek değişmezliğini belirleyen en doğru ifade “öz benzerlik”tir.

Bununla birlikte her hangi bir fonksiyonun grafikleri kendiliğinde benzerlikten ziyade kendi kendine affine de olabilirler [41].

Matematikte, bir nesne hangi nesnenin bir parçasıysa onun bir diğer parçasına veya tamamına benzemektedir. Buna “kendi kendine benzerlik” denir. Bir de buna benzer öz afinite terimi var ki, o da şu anlama gelir: X ve Y yönlerinde nesnelerin parçaları aynı fraktal miktarlarda olmaya bilir.

Bu araştırmada yüzey topografisini incelediğimiz için baktığımız değerler öz benzerlik değil öz afiniteye dayalı Fraktal Boyuttur.

Fraktal boyut, D (SPIP yazılımında Sfd olarak tanımlanmıştır), film örneklerinin Atomik Kuvvet Mikroskopu (AKM) görüntülerinin fraktal analizi, SPIP yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu yazılım, AKM resimlerinin ham dosyalarından, farklı açılara karşılık gelen Fourier profilini çıkarır ve frekans (M), amplitüd (r) koordinatlarının logaritmasını hesaplar. Tüm yönler için fraktal boyut 2 eksi log-log eğrilerinin negatif eğimi şeklinde [42] Denklem (3.8.)’de gösterildiği gibi hesaplanır [43].

D veya Sfd birimsiz parametredir.

D – fraktal boyut, M - frekans, r – amplitüddür.

$$D = 2 - [(logM)/(logr)] \quad (3.8.)$$

3.3.3. Hurst parametresi

Hurst parametresi H , birimsiz ve aynı zamanda Hurst boyutu olarak da bilinen parametredir. Bu yüzden de fraktal ve Hurst boyutları bir-biriyle ilişkilidir. Bir boyutlu profillerde H ve D arasındaki bağlantı $2-H$, 2 boyutlu yüzeylerde $3-H$ ve üç boyutlu hacimlerde ise $4-H$ şeklinde tanımlanır.

H 'nin 0,5-1 arasındaki değerleri rastlantısallığın daha az, sinyalin daha fazla olduğunu gösterirken, H 'nin 0,5'den küçük değerler alması bunun aksini gösterir [41]. Tam olarak 1'e eşit bir H değeri, fraktal olmayan, ideal geometrik davranışa karşılık gelir [41].

3.3.4. Yüzey yön indeksi

Yüzey yön indeksi - Std olarak bilinen parametreyi hesaplamak için, iki boyutlu (2D) AKM görüntüleri SPIP tarafından 0° (pozitif x eksene karşılık gelir) ile 180° (negatif x eksenine karşılık gelen) aralığında eşit aralıklarla açısal olarak bölümlere ayrılır. İlgili bölümler, Fourier spektrumları ile analiz edilir. Std , tüm yüzeyin ortalama

genlik toplamının baskın yönün genlik toplamına bölünmesi ile elde edilen ölçektir ve birimi yoktur [44]. Stdi değeri Denklem (3.9.) kullanılarak hesaplanır.

$$S_{tdi} = \sum_{i=0}^{M-1} \frac{A(i\pi/M)}{M \times A_{max}} \quad (3.9.)$$

Burada, A_{max} - en yüksek genlik toplamına sahip baskın yöndür.

i - inci çizginin açısı $\alpha = \pi/M$ 'dir, burada $i = 0, 1, \dots, M-1$ 'dir.

M – toplam bölüm sayısı [44].

Bu tez çalışması kapsamında yüzeylerin yönlenme indeksi olan Stdi değeri incelenmiştir. Stdi, daima 0 ile 1 arasındadır ve birimsiz parametredir [45]. Çok baskın yönlere sahip yüzeylerin Stdi değerleri sıfıra yakınken tüm yönlerinin amplitüd toplamı benzer olan yüzeylerin Stdi değeri bire yakın olur. Stdi değerinin sıfıra yakın olması yüzeyin çok baskın yönlere sahip olduğunu ve anizotropik olduğunu gösterirken, 0,6'dan büyük olması, dolayısıyla bire yakın olması yönlenmenin tüm yönlerde olduğu, baskın yönün olmadığı ve yüzeyin izotropik olduğu anlamına gelir [44,46,47]. Stdi değerinin hesaplanması için gerekli olan $A(\alpha)$ ve A_{max} parametreleri Fourier dönüşümünden hesaplanır ve sonuç açısız spektrum adlanır. 0° ile 180° arasındaki açılarda alınan Fourier spektrumundan, her bir bölüm için amplitüd parselleri (plot) elde edilmiş ve doku yönü indeksi olan Stdi'nin parametreleri Denklem (3.10.) kullanılarak [44,48] ve Şekil 3.3.'de gösterildiği gibi hesaplanır.

$$A(\alpha) = \sum_{i=1}^{\frac{M}{2}-1} \left| F \left(u \left(\frac{M}{2} + i \cos(\alpha) \right), v \left(\frac{M}{2} + i \sin(\alpha) \right) \right) \right| \quad (3.10.)$$

Burada, $A(\alpha)$ - genlik toplamıdır.

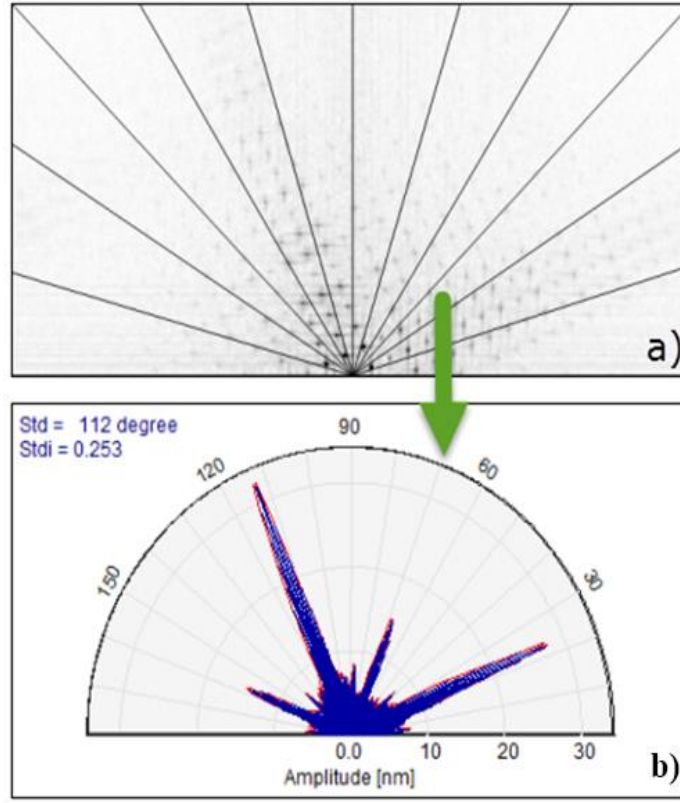
F , indeksi u ve v olan ayrık (discrete) Fourier dönüşümüdür.

$u = 0, 1, 2, \dots, N_x - 1$; $v = 0, 1, 2, \dots, N_y - 1$;

N_x, N_y ise x ve y yönündeki piksellerin sayısıdır.

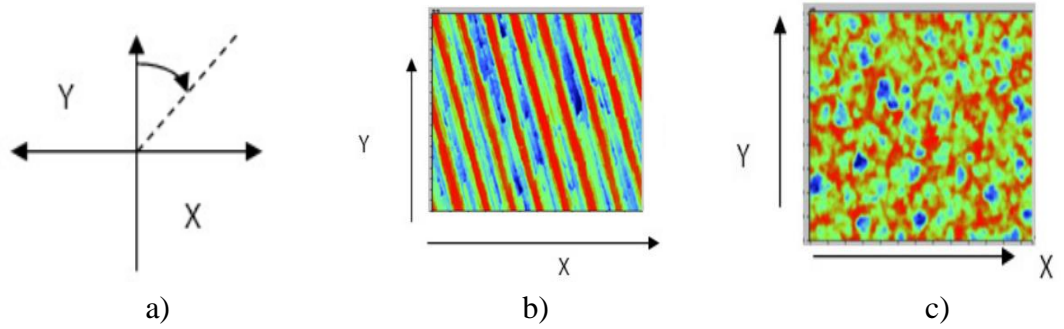
Tüm yüzeyin açısız spektrum sonucu elde edildikten sonra yüzeyin en çok hangi açıda dominant olduğunu belirleyen A_{max} değeri elde edilir.

Genlik toplamı, $A(\alpha)$, aşağıdaki görsel kullanılarak bulunur:



Şekil 3.2. Fourier spektrumu ve açısıl spektrum. Şekil b)'de gösterilen açının hesaplanması için kullanılan eşit hatlar Şekil a)'da verilmiştir [44]

Std değerine örnek Şekil 3.4'de verilmiştir.



Şekil 3.3. Yüzey yönü indeksi; a) $Std > 0^\circ$, b) $Std = -17^\circ$, c) Std derece olarak gösterilemiyor[50]

SPIP yazılımı kullanılarak elde edilen fraktal boyut, Hurst parametresi ve yüzey yön indeksi birimsiz parametrelerdir, grafiklerde ve sonuç kısmında da boyutsuz olarak gösterilmiştir [44].

4. KARAKTERİZASYON ÖLÇÜMLERİ ve SPIP

4.1. Elektriksel Karakterizasyon – FPP tekniği

VOx ince filmlerin elektriksel ölçümleri bir önceki tez çalışması kapsamında Anadolu Üniversitesi İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarında bulunan ve Şekil 4.1.'de gösterilen Lucas Labs marka Pro4-4000 model dört nokta iğne tekniği (FPP) ile alınmıştır [19]. Ölçümler sisteme entegre Keitley 2400 marka güç kaynağı kullanılarak bilgisayar kontrolüyle alınmaktadır. Bu çalışmada, Lucas Labs Pro 4 FPP sistemi kullanılmıştır. Cihazın temel ölçüm doğruluğu %0,012'dir.

FPP cihazına numune yerleştirildikten sonra uçları çok hassas olan iğneler numune yüzeyine değdirilir. İğnelerin spiral şeklinde olması filmin delinmesini engellenmiş olur ve dolayısıyla numunenin yüzeyinin en az oranda zarar görmesini sağlar. Ölçümler alınmadan önce FPP düzeneğinin altına yerleştirilen numunenin geometrik boyutları ve film kalınlığı bilgisayara girilmektedir. Bilgisayar, otomatikmen güç kaynağını kontrol eder ve bir kaç farklı akım değeri girerek numune için gereken en ideal akım değerini bulur, sonrasında filmin yüzey direnci ve öz direnci hesaplanır. İnce filmlerin sıcaklığınaa bağlı olarak direncinin değişimini belirleye bilmek için Şekil 4.2'de görülen, sisteme entegre olunmuş soğutmasız ısıtıcı ile filmin yüzeyindeki sıcaklığı ölçen sıcaklık ölçüm aparatı kullanılır.



Şekil 4.1. FPP sistemi, sisteme entegre edilen ısıtıcı ve filmin yüzeyindeki sıcaklığı ölçmek için kullanılan sıcaklık ölçüm aparatı

Bu sistem ile çalışma grubunda daha önce yapılan ölçümlerin sonuçları Tablo 4.1.'de gösterilmiştir.

Tablo 4.1. Elektriksel ölçüm sonuçları. FPP tekniği ile bir önceki tez çalışmasından alınmıştır[19]

Numune ismi	Kalınlık (nm)	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	R (Ω)	ρ (Ω cm)	TCR (%/°C)
VN4-1-Si	20	5	2536,37	0,005	Ö.Y.
VN4-2-Si	20	10	9959771	19,91	Ö.Y.
VN4-3-Si	20	15	6,13e8	1227,597	Ö.Y.
VN4-4-Si	20	20	K.A.	K.A.	K.A.
VN4-5-Si	20	30	6,26e7	125,31	Ö.Y.
VN4-1-SiN	20	5	5766,03	0,011	2,3
VN4-2-SiN	20	10	1,99e7	39,849	0,2
VN4-3-SiN	20	15	K.A.	K.A.	K.A.
VN4-4-SiN	20	20	K.A.	K.A.	K.A.
VN4-5-SiN	20	30	K.A.	K.A.	K.A.
VN4-11-Si2.000	100	5	734,5	0,0073	Ö.Y.
VN4-12-Si2.000	100	10	532857,6	5,32	Ö.Y.
VN4-13-Si2.000	100	15	4,28e7	428,22	Ö.Y.
VN4-14-Si2.000	100	20	K.A.	K.A.	K.A.
VN4-15-Si2.000	100	30	K.A.	K.A.	K.A.
VN4-11-SiN4.000	100	5	1300	0,012	0,39
VN4-12-SiN4.000	100	10	2209160	22,09	3,1
VN4-13-SiN4.000	100	15	5,22e7	522,71	Ö.Y.
VN4-14-SiN4.000	100	20	K.A.	K.A.	K.A.
VN4-15-SiN4.000	100	30	K.A.	K.A.	K.A.

K.A. (kontakt alınamadı) - bazı numunelerin direnci FPP tekniği ile ölçülemeyecek kadar yüksek olduğu için sonuç elde edilememiştir.

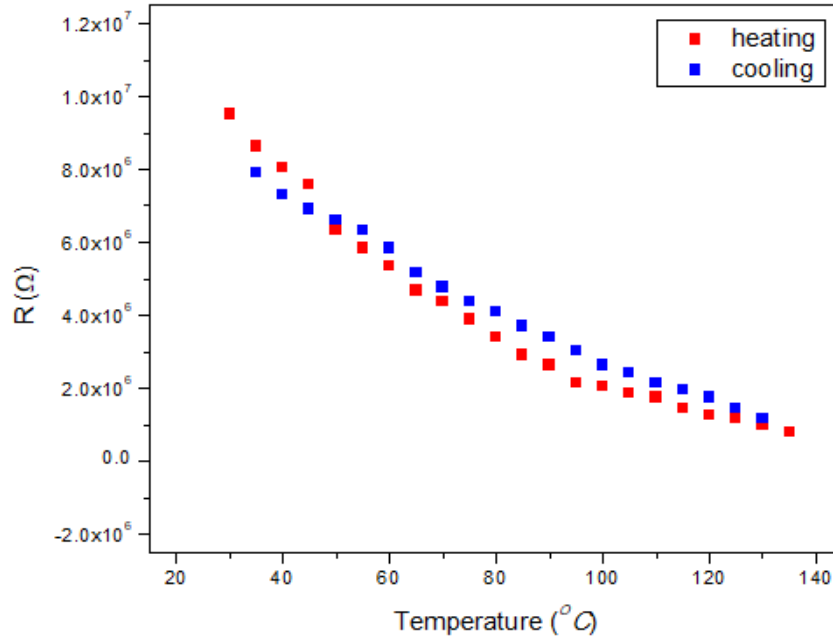
Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülen 20 nm kalınlıklı filmlerin yüksek dirençten ve dalgalanmalardan dolayı TCR ölçümü sağlıklı olmamıştır.

%20 O₂/Ar gaz akış oranıyla üretilen filmler yalıtkan olup, direnç değerleri okunamamıştır.

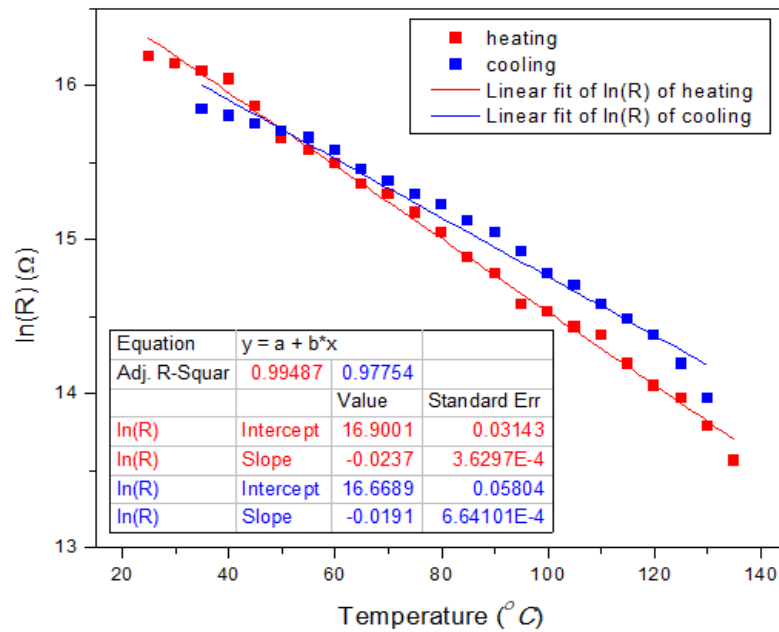
Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine 20 nm kalınlığında büyütülen VO_x ince filmlerden yalnızca ikisinde, %5 ve %10 O₂/Ar gaz oranının uygulandığı numunelerde kontak

alınabilmiştir. Diğer oksijen oranlarında büyütülen filmler yalıtkan çıkmıştır ve elektriksel direnç değerleri tespit edilememiştir.

%5 O₂/Ar gaz akış oranında üretilen VN4-2-SiN VO_x ince filmin elektriksel direnç ve TCR değerleri çok düşük çıkmıştır. Bu numunenin üretim sürecinde oksijen gaz akış oranının düşük olması nedeniyle filmin elektriksel direnci de beklenildiği gibi düşük çıkmıştır.

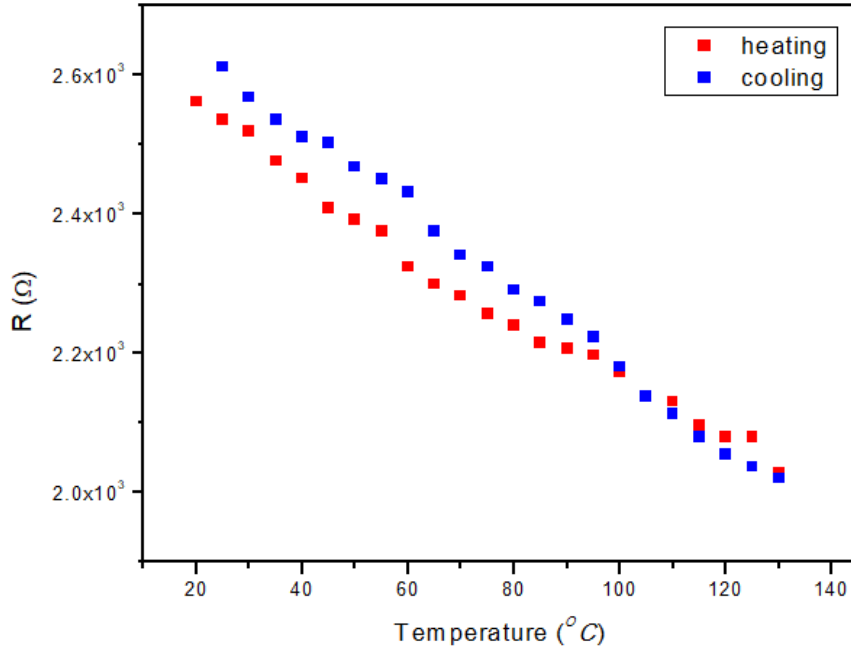


Şekil 4.2. VN4-1-SiN numunesinin sıcaklık direnç eğrisi

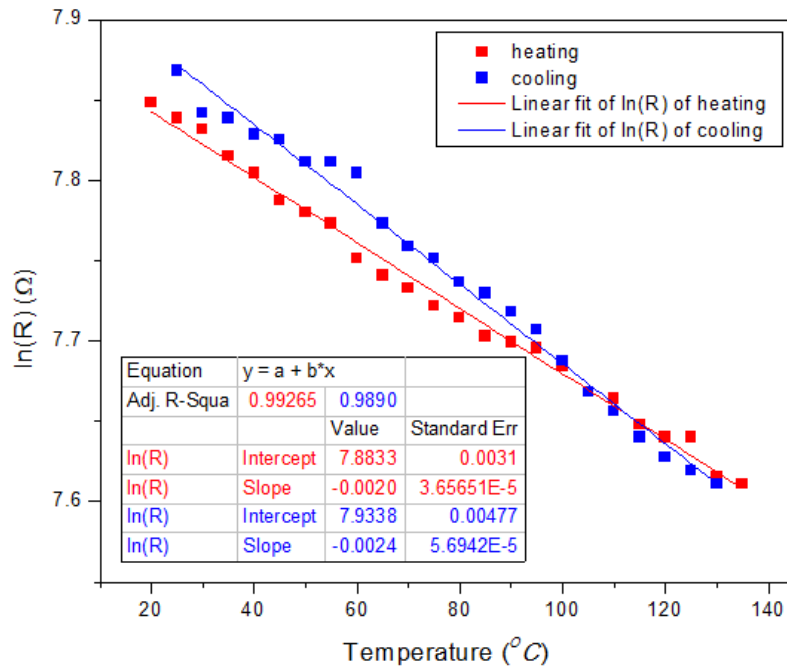


Şekil 4.3. VN4-1-SiN numunesinin TCR analiz eğrisi

%10 O₂/Ar gaz akış oranı ile üretilen VN4-2-SiN isimli VOx ince filmde, büyütme işlemi sırasında oksijenin filmin yapısına daha çok karışması beklenmektedir. Direnç ve TCR değerleri incelendiğinde, filmin yapısına oksijenin daha fazla girdiği, dolayısıyla direnç ve TCR değerlerinin yüksek olduğu görülmektedir. Yüksek TCR değerine sahip olan VN4-2-SiN numunesinin direnç değeri yaklaşık 20 MΩ seviyelerindedir. Bu VOx ince film, çok yüksek elektriksel dirence sahip olduğundan dolayı mikrobolometre uygulamalarında kullanılamaz.



Şekil 4.4. VN4-2-SiN numunesinin sıcaklık direnç eğrisi



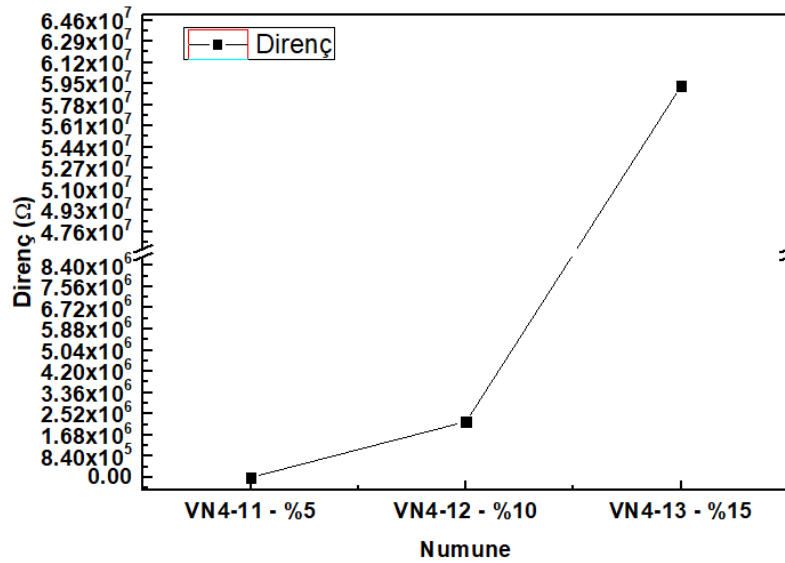
Şekil 4.5. VN4-2-SiN numunesinin TCR analiz eğrisi

Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerinde %15, %20 ve %30 O₂/Ar gaz oranı uygulanarak büyütülen 20 nm kalınlıklı filmler elektriksel olarak yalıtkan çıkmıştır. Bu filmlerde, oksijen filmin yapısına çok fazla miktarda katılarak filmin elektriksel olarak yalıtkan özellik göstermesine sebep olmuştur. Yüksek direnç değerlerinden dolayı filmlerin direnç ve TCR ölçümleri hesaplanamamıştır.

Bir önceki seride olduğu gibi aynı alttaş üzerinde büyütülen 100 nm kalınlıklı filmlerin serisinde de %20 ve %30 oksijen oranlarında üretilen filmler yalıtkan olup, elektriksel özellikleri ölçülemedi. Buna ek olarak artan gaz oranıyla filmlerin direnç ve öz direncinin de arttığı gözlenmiştir (Şekil 4.9.).

Tablo 4.1.'e baktığımızda kalınlığın artmasıyla elektriksel direncin düştüğü görülür.

Filmlere uygulanan O₂/Ar gaz oranının artmasıyla onların direnci arasındaki ilişki Şekil 4.9.'da gösterilmiştir. Tablo 4.1.'den ve Şekil 4.9.'dan görüldüğü üzere gaz oranının artması direnç değerlerinin yükselmesine neden olur.



Şekil 4.6. Si/SiO₂/Si₃N₄ üzerine büyütülen filmlerin gaz oranına bağlı direnç değişimi

4.2. Yapısal karakterizasyon - AKM

Alttaş numuneleri, ortam havasına maruz kalmaktan kaynaklanan yüzey bozulma etkisini azaltmak için biriktirme işleminden hemen sonra AKM'de analiz edilir. Tüm örnekler 0° açıda ve 1.969 Hz tarama hızında kılavuz çekme modunda taranır. 512 örnekleme oranı ve 30 nm veri ölçeği ile 1 µm x 1 µm tarama boyutu kullanılır.

Ortalama tane boyutu ve yüzey pürüzlülük değerleri Bruker, NanoScope III versiyon 5.33R1 üreticisi tarafından sağlanan orijinal yazılım kullanılarak ölçülür.

Altaşların ortalama ölçüm sonuçlarının hata payı, ölçümler arasındaki standart sapmadan hesaplanır ve ortalama %95 güven aralığını gösterir.

Bu çalışma için İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarında bulunan ve Şekil 4.9.'da gösterilen Veeco NanoScope IV Multimode AKM sistemi kullanılmıştır. Veri analiz yazılımı olarak Bruker NanoScope Analysis v.1.5 tercih edilir.

Çekim (tapping) modu AKM ucu tipi Bruker RTESP MPP-11100-10'dur. Uç, döndürülmüş (simetrik) geometriye sahiptir ve 200 ila 400 kHz arasındaki rezonans frekansını, 20 ila 80 N/m arasındaki yay sabitini destekler. Nominal uç yarıçapı 8 nm'dir, kaldıraç malzemesi 0.01-0.025 Ω cm direncine sahip Sb (n) katkılı Si'dir.



Şekil 4.7. Atomik Kuvvet Mikroskobu (Anadolu Üniversitesi, İleri Teknoloji İnce Film Laboratuvarı)

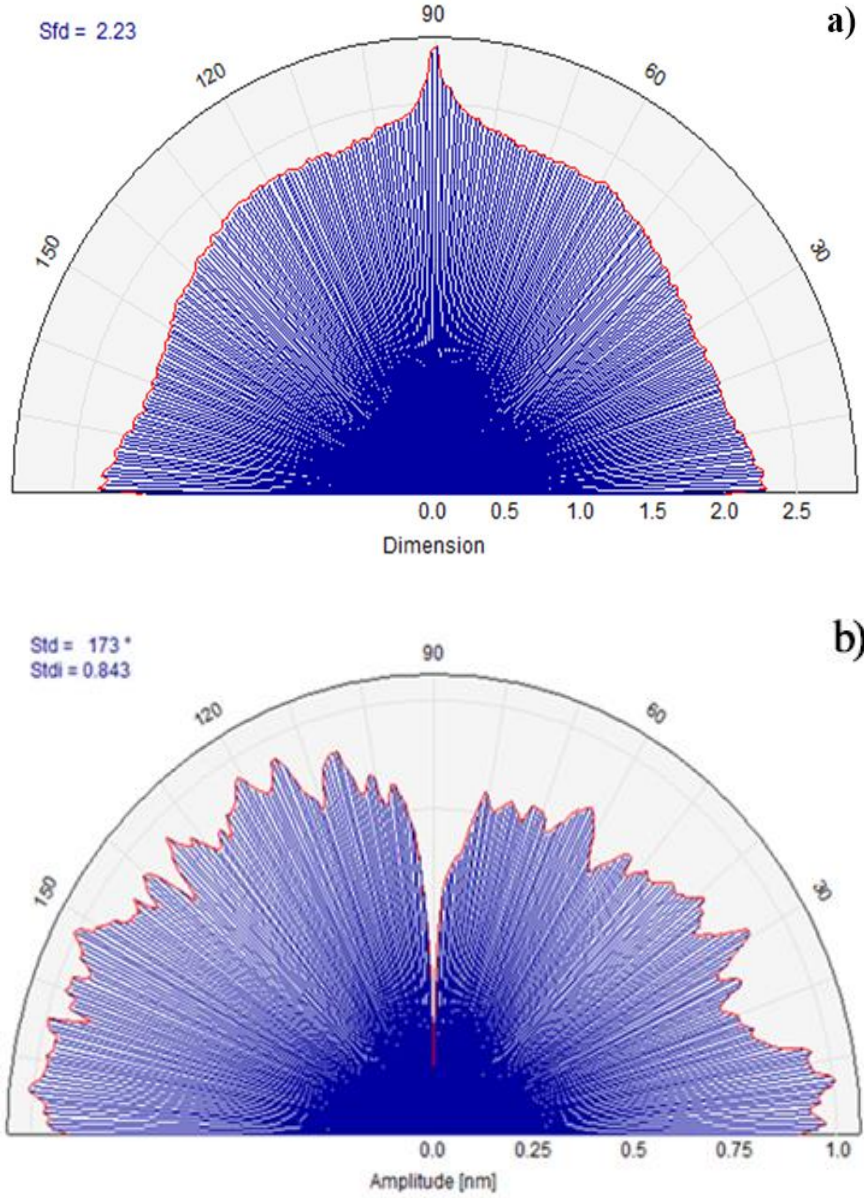
4.3. SPIP Görüntüleri

Hem 20 nm hem de 100 nm kalınlıktaki filmlerin yüzey değişiklikleri SPIP yazılımı kullanılarak incelenmiştir. Bu yazılıma filmlerin AKM görüntüleri yüklenmekte ve istenen özellikler tercih edilerek değişim gözlemlenmektedir.

AKM ölçümlerine dayalı fraktal boyut, Hurst parametresi, yüzey yön indeksi gibi SPIP değerleri, grafikleri ve sonuçları bölüm 5 ve 7'de gösterilmiştir. 20 ve 100 nm kalınlığında, %5-%30 arasında gaz oranları uygulanarak Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ olmakla 2 farklı altaş üzerinde büyütülen tüm numunelerin H parametresi, fraktal boyut ve yüzey yön indeksi değerleri SPIP yazılımı kullanılarak alınmış ve sonuçları EK7-EK25 olarak eklenmiştir. Tüm değerler elde edildikten sonra bu sonuçlar karşılaştırılmış

ve bir sonraki bölümde incelenmiştir.

SPIP yazılımı kullanılarak VN4-13-Si2.000 isimli numunenin (alttaş Si/SiO₂, kalınlık 100 nm, O₂/Ar gaz akış oranı %15) bilinmesi istenilen değerleri yazılıma tanımlandıktan sonra elde olunan görüntü Şekil 4.8.'de gösterilmiştir.



Şekil 4.8. VN4-13-Si2.000 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik)

5. SONUÇLARIN KARŞILAŞTIRILMASI

20 nm ve 100 nm kalınlıklı, Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaşlar üzerine büyütülmüş, %5 ile %30 arasında O₂/Ar gaz oranının uygulanarak büyütülen toplam 20 tane numunenin önceki çalışmalardan alınmış tane boyutu ve yüzey pürüzlülüğü değerlerine SPIP yazılımı kullanılarak elde edilen fraktal boyut, Hurst parametresi, yüzey yön indeksi gibi parametre değerleri eklenmiş ve bu bölümde karşılaştırılmıştır.

5.1. Kalınlık (20 nm) ve Alttaş (Si/SiO₂) Sabit Tutulduğu Zaman Farklı Gaz Oranlarının Etkisinin İncelenmesi

Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin 5 farklı O₂/Ar gaz oranı uygulanarak elde edilen değerleri Tablo 5.1.'de ve bu değerlere dayalı grafik görüntüsü Şekil 5.1.'de verilmiştir.

Tane boyutu değerlerinin diğer değerlerle aynı grafikte yer alması ve karşılaştırmanın yapılabilmesi açısından tane boyutu değerleri grafik'e 10 kat küçültülerek eklenmiştir.

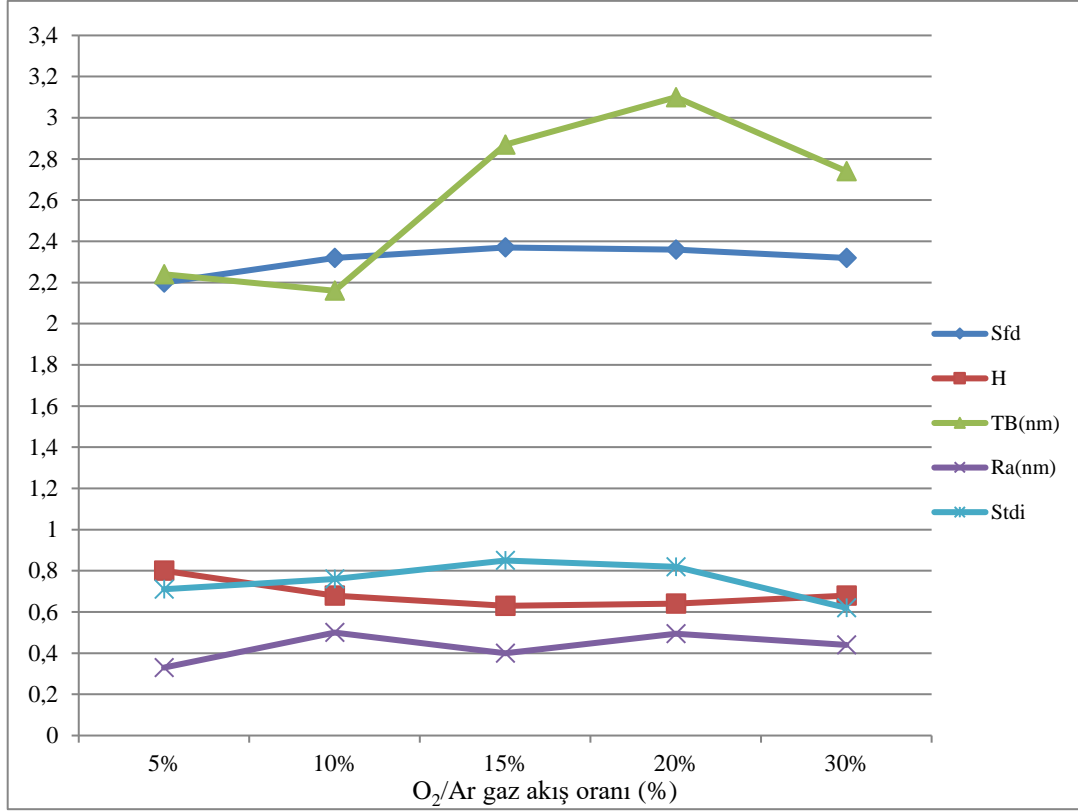
Kalınlık ve alttaş aynı, gaz oranı farklı olduğu durumda Sfd değeri en düşük 2,2 en yüksek 2,37 değerini almıştır. Fraktal boyut, gaz oranının değişimiyle %15'e kadar yükselmiş, %20'den itibaren düşmeye başlamıştır.

Ra değerinin değişimi bir artış, bir düşüş, bir artış şeklindedir. Aynı zamanda gazın değişimiyle tane boyutu değerlerinde de hem artış, hem düşüş görülmüştür.

Stdi değeri ise gazın etkisiyle %15 gaz oranı uygulanana kadar yükselmiş, sonrasında bu artışı takip eden düşüş gözlenmiştir.

Tablo 5.1. Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O₂/Ar gaz oranı değerleri

Numune ismi	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	Sfd	H	Tane boyutu (nm)	Ra (nm)	Stdi
VN4-Si-1	5	2,2	0,8	22,4	0,33	0,71
VN4-Si-2	10	2,32	0,68	21,7	0,5	0,76
VN4-Si-3	15	2,37	0,63	28,7	0,4	0,85
VN4-Si-4	20	2,36	0,64	31	0,5	0,82
VN4-Si-5	30	2,32	0,68	27,4	0,44	0,62



Şekil 5.1. Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O₂/Ar gaz akış oranlarında karşılaştırılması

5.2. Kalınlık (20 nm) ve Alttaş (Si/SiO₂/Si₃N₄) Sabit Tutulduğu Zaman Farklı Gaz Oranlarının Etkisinin İncelenmesi

Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin 5 farklı O₂/Ar gaz oranının uygulanarak elde edilen değerleri Tablo 5.2.'de ve bu değerlerden oluşan grafik görüntüsü Şekil 5.2.'de verilmiştir.

Tablo 5.2. Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O₂/Ar gaz oranı değerleri

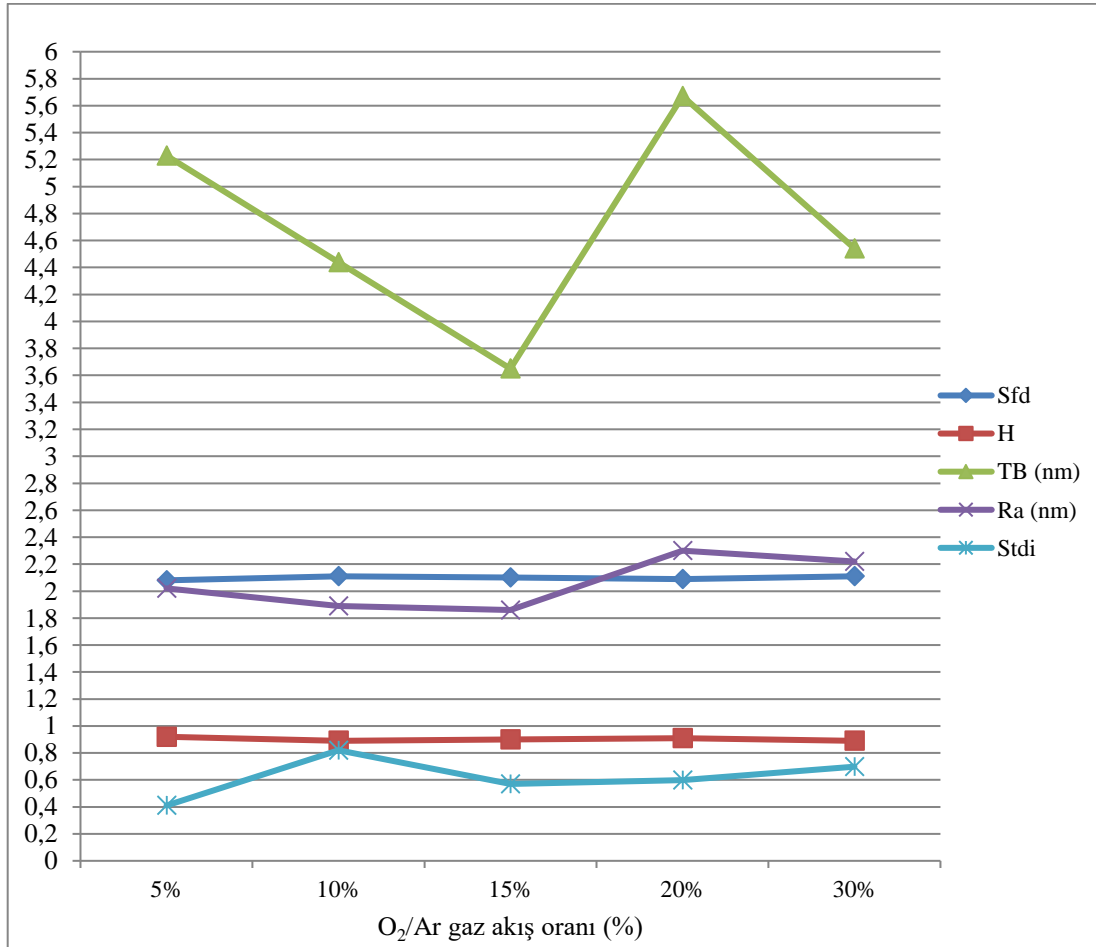
Numune ismi	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	Sfd	H	Tane boyutu (nm)	Ra (nm)	Stdi
VN4-SiN-1	5	2,08	0,92	52,3	2,02	0,41
VN4-SiN-2	10	2,11	0,89	44,4	1,89	0,82
VN4-SiN-3	15	2,1	0,9	36,5	1,86	0,57
VN4-SiN-4	20	2,09	0,91	56,7	2,3	0,598
VN4-SiN-5	30	2,11	0,89	45,4	2,22	0,698

Kalınlık 20 nm, alttaş ise Si/SiO₂/Si₃N₄ olarak sabit tutulduğu zaman gaz oranının etkisiyle Sfd en az 2,08, en çok 2,11 değerini almıştır. Bu değişim çok küçük olduğu için gaz oranının Si/SiO₂/Si₃N₄ üzerine büyütülmüş filmlerin Sfd değerine, dolayısıyla Hurst parametresine etki etmediği sonucuna varılır.

Pürüzlülük değeri, gaz oranının etkisiyle %10 gaz oranının uygulandığı kısma kadar düşmüş, sonrasında %20 gaz oranının uygulandığı yere kadar artış gözlenmiş, daha sonra yeniden düşmüştür. Bunun yanı sıra tane boyutu da gaz oranının değişimiyle değişiklik göstermiştir.

Stdi değeri için düşüş yalnızca %10-%15 arasında gözlenmiş, geri kalan kısımlarda artmıştır.

Dolayısıyla, gaz oranının değişiminin Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülen filmlerin Ra, Stdi ve tane boyutu değerlerine bir etkisinin olduğu görülmüş, ama doğrudan bir bağlantı bulunamamıştır.



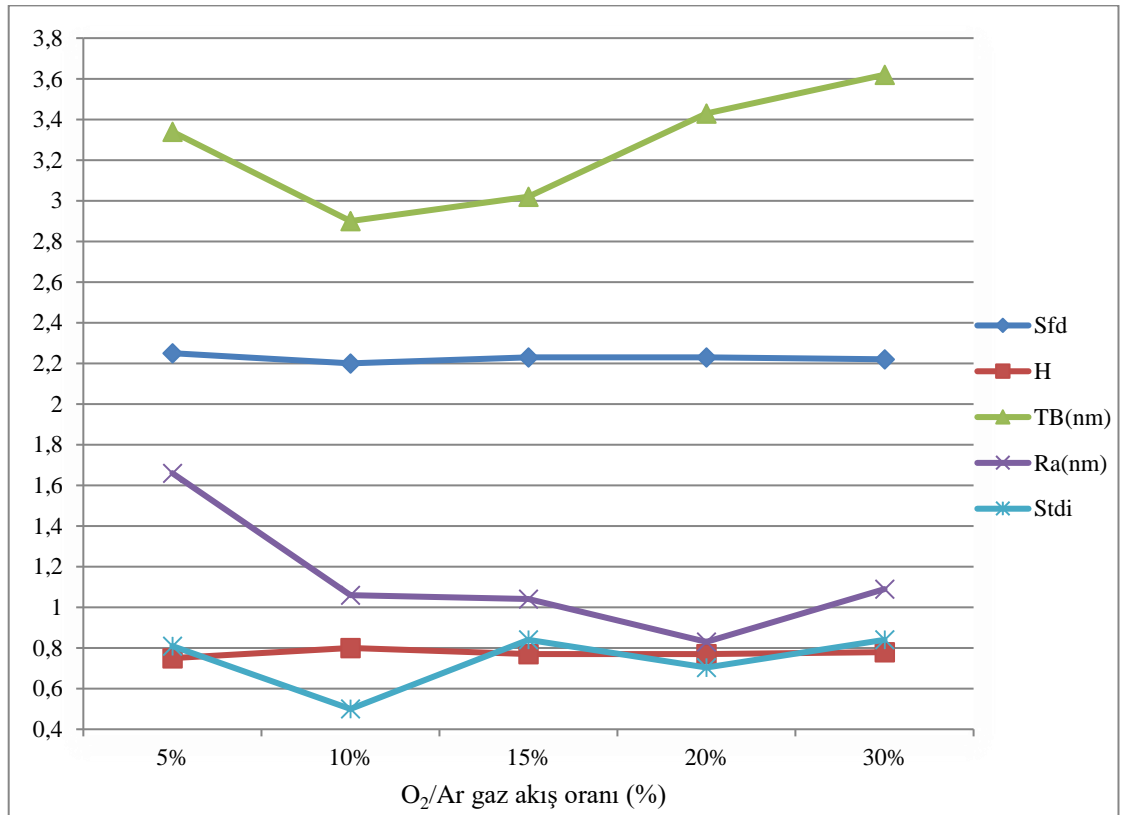
Şekil 5.2. Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O₂/Ar gaz akış oranlarında karşılaştırılması

5.3. Kalınlık (100 nm) ve Alttaş (Si/SiO₂) Sabit Tutulduğu Zaman Farklı Gaz Oranlarının Etkisinin İncelenmesi

Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin 5 farklı O₂/Ar gaz oranının uygulanarak elde edilen değerleri Tablo 5.3.'de ve bu değerlerin yer aldığı grafik görüntüsü Şekil 5.3.'de verilmiştir.

Tablo 5.3. Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı gaz oranı değerleri

Numune ismi	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	Sfd	H	TB (nm)	Ra (nm)	Stdi
VN4-11-Si2.000	5	2,25	0,75	33,4	1,66	0,81
VN4-12-Si2.000	10	2,20	0,8	29	1,07	0,5
VN4-13-Si2.000	15	2,23	0,77	30,2	1,04	0,84
VN4-14-Si2.000	20	2,23	0,77	34,3	0,83	0,703
VN4-15-Si2.000	30	2,22	0,78	36,2	1,09	0,84



Şekil 5.3. Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O₂/Ar gaz akış oranlarında karşılaştırılması

Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı filmlerin gaz oranına bağlı olarak;

Sfd değerleri en düşük 2.2, en yüksek 2.25 değerini aldığından ve bu değişim çok düşük olduğundan gaz oranının Si/SiO₂ üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı filmlerin fraktal boyutuna etkisi yoktur denilebilir.

Tane boyutu değerleri önce azalmış, sonrasında hep artış görülmüştür.

Ra değeri gazın etkisiyle düşmüş, artış yalnızca %30'luk gaz oranının uygulandığı kısımda gözlenmiştir ki, bu da yüzey pürüzlülüğü ile gaz oranı arasında bir bağlantı olduğu anlamına gelir.

Stdi değerinde sürekli gözlemlenen düşüş ve artış vardır.

Gaz oranının değişimiyle elde edilen değerlere bakıldığında bu değişimin 100 nm kalınlıklı Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş filmlerin tane boyutu ve yüzey pürüzlülüğü değerlerine doğrudan etkisi olduğu görülür. Buna rağmen incelenen parametre ile bu filmlerin Stdi değerleri arasında doğrudan bir ilişki bulunamamıştır.

5.4. Kalınlık (100 nm) ve Alttaş (Si/SiO₂/Si₃N₄) Sabit Tutulduğu Zaman Farklı Gaz Oranlarının Etkisinin İncelenmesi

Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin 5 farklı O₂/Ar gaz oranının uygulanarak elde edilen değerleri Tablo 5.4.'de ve bu değerlere dayalı grafik görüntüsü Şekil 5.4.'de verilmiştir.

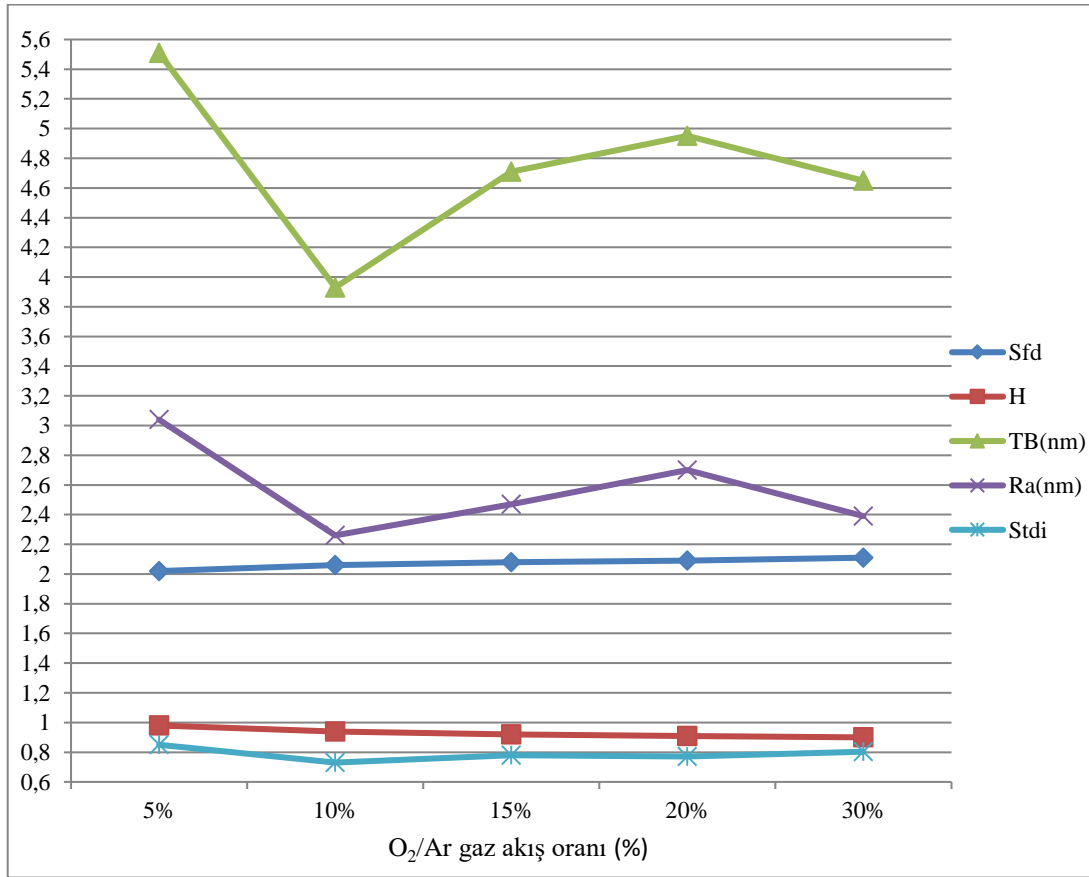
Tablo 5.4. Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O₂/Ar gaz oranlarında değerleri

Numune ismi	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	Sfd	H	Tane Boyutu (nm)	Ra (nm)	Stdi
VN4-11-SiN-4.000	5	2,02	0,98	55,1	3,03	0,85
VN4-12-SiN-4.000	10	2,06	0,94	39,3	2,26	0,73
VN4-13-SiN-4.000	15	2,08	0,92	47,1	2,47	0,78
VN4-14-SiN-4.000	20	2,09	0,91	49,5	2,7	0,77
VN4-15-SiN-4.000	30	2,11	0,89	46,5	2,39	0,804

100 nm kalınlığındaki filmlerin gaz oranına bağlı olarak Sfd değişimi düzenli olarak artmakta, H parametresi ise düzenli olarak azalmaktadır. Bu da bu filmlere

uygulanan gaz oranının artmasıyla fraktal boyutu ve H parametresi arasında doğrudan bağlantı olduğu anlamına gelir.

Gaz oranı değiştirildiği zaman Ra, tane boyutu ve Stdi değerlerinin düşüş ve artış şeklinde değişimi gözlemlenmiştir. Bu değerlere dayanarak gaz oranının Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı filmlere uygulanan gaz oranı ile onların Ra, Stdi ve tane boyutu değerleri arasında bir bağlantının olduğu, ama bu bağlantının doğrudan olmadığı anlaşılır.



Şekil 5.4. Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin farklı O₂/Ar gaz akış oranlarında karşılaştırılması

5.5. Kalınlık Aynı (20 nm), Alttaş Farklı Olduğu Durumda Aynı Gaz Oranlarının Karşılaştırması

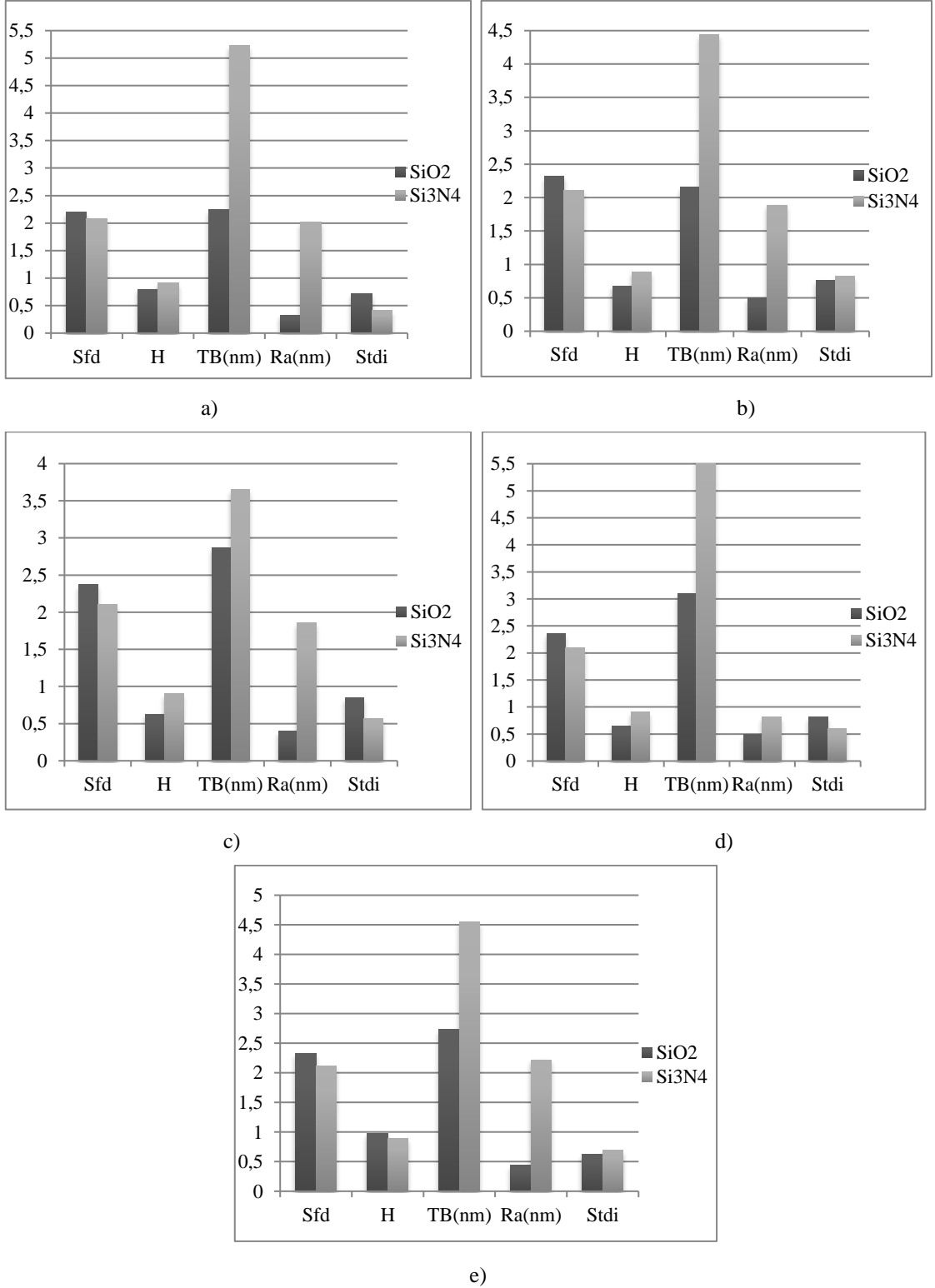
Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ olmakla iki farklı alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı ince filmlerin aynı gaz oranı uygulanarak elde edilmiş değerleri karşılaştırılmıştır. Bu karşılaştırmanın değerleri Tablo 5.5.'de ve bu değerlere dayalı grafik görüntüsü Şekil 5.5.'de verilmiştir.

Kalınlık ve gaz oranı sabit tutulup, alttaş değiştirildiği zaman; 20 nm kalınlıklı filmlerin alttaşının Si/SiO₂'den Si/SiO₂/Si₃N₄'e değiştirilmesiyle; Sfd değerleri azalmış, Ra değeri artmıştır. Tane boyutu değerleri %10 ve %20 gaz oranlarının uygulandığı numunelerde düşmüş, diğerlerinde tam tersi gözlenmiştir. Stdi değerleri gaz oranı; %5, %15, %20 olduğu zaman düşmüş, %10 ve %30 olduğu zaman artmıştır.

20 nm kalınlıklı filmlerde alttaş değişimi Sfd ve Ra parametrelerine doğrudan etki ederken, Stdi ve tane boyutu değerlerine doğrudan etki etmemiştir.

Tablo 5.5. Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı filmlerin aynı O₂/Ar gaz oranlarının karşılaştırılması

Numune ismi	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	Sfd	H	Tane boyutu (nm)	Ra (nm)	Stdi
VN4-Si-1	5	2,2	0,8	22,4	0,33	0,71
VN4-SiN-1	5	2,08	0,92	52,3	2,02	0,41
VN4-Si-2	10	2,32	0,68	21,7	0,5	0,76
VN4-SiN-2	10	2,11	0,89	44,4	1,89	0,82
VN4-Si-3	15	2,37	0,63	28,7	0,4	0,85
VN4-SiN-3	15	2,1	0,9	36,5	1,86	0,57
VN4-Si-4	20	2,36	0,64	31	0,5	0,82
VN4-SiN-4	20	2,09	0,91	56,7	2,03	0,598
VN4-Si-5	30	2,32	0,68	27,4	0,44	0,62
VN4-SiN-5	30	2,11	0,89	45,5	2,22	0,698



Şekil 5.5. *Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranlarının karşılaştırılması: a) %5 gaz oranı, b) %10 gaz oranı, c) %15 gaz oranı, d) %20 gaz oranı, e) %30 gaz oranı*

5.6. Kalınlık Aynı (100 nm), Alttaş Farklı Olduğu Durumda Aynı Gaz Oranlarının Karşılaştırması

Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ olmakla iki farklı alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı ince filmlerin aynı gaz oranı uygulanarak elde edilmiş değerleri karşılaştırılmıştır. Bu karşılaştırmanın değerleri Tablo 5.6.'da ve bu değerlere dayalı grafik görüntüsü Şekil 5.6.'da verilmiştir.

Tablo 5.6. Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı O₂/Ar gaz oranlarının karşılaştırılması

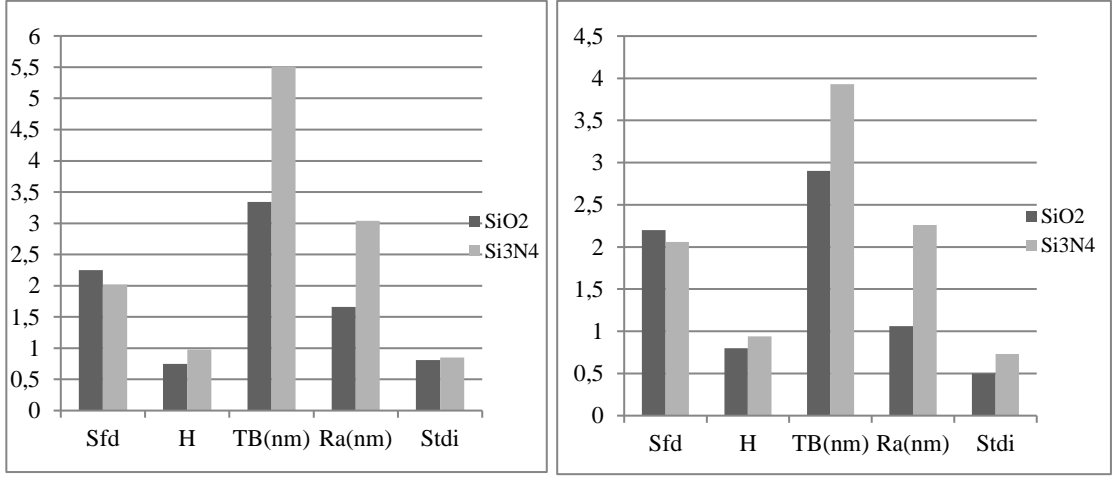
Numune ismi	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	Sfd	H	Tane boyutu (nm)	Ra (nm)	Stdi
VN4-11-Si-2.000	5	2,25	0,75	33,4	1,66	0,81
VN4-11-SiN-4.000	5	2,02	0,98	55,1	3,04	0,85
VN4-12-Si2.000	10	2,2	0,8	29	1,06	0,5
VN4-12-SiN-4.000	10	2,06	0,94	39,3	2,26	0,73
VN4-13-Si2.000	15	2,23	0,77	30,2	1,05	0,84
VN4-13-SiN-4.000	15	2,08	0,92	47,1	2,47	0,78
VN4-14-Si2.000	20	2,23	0,77	34,3	0,83	0,703
VN4-14-SiN-4.000	20	2,09	0,91	49,5	2,7	0,77
VN4-15-Si2.000	30	2,22	0,78	36,2	1,09	0,84
VN4-15-SiN-4.000	30	2,11	0,89	46,5	2,39	0,804

Alttaşın Si/SiO₂'den Si/SiO₂/Si₃N₄'e değiştirilmesiyle 100 nm kalınlıklı filmlerin Sfd değerleri azalmış, dolayısıyla H parametresi artmıştır. Bu da alttaş ile Sfd ve H değerleri arasında doğrudan bağlantının olduğu anlamına gelir.

Tane boyutu yalnızca %10 gaz oranının uygulandığı numunede alttaşın Si/SiO₂'den Si/SiO₂/Si₃N₄'e değiştirilmesiyle düşmüş, diğerlerinden artmıştır.

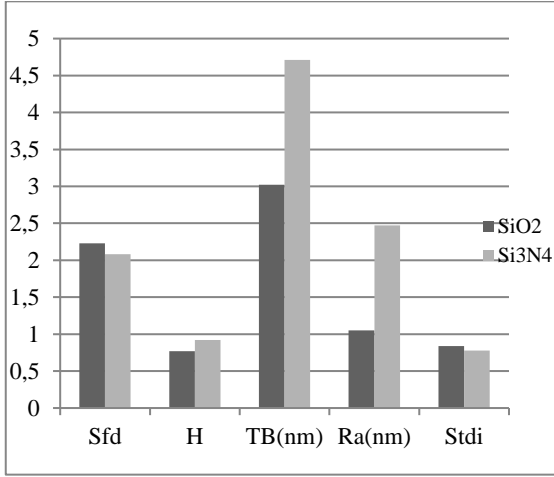
Ra değerleri alttaşın değiştirilmesiyle artmıştır ki, bu da yüzey pürüzlülüğüyle alttaş arasında doğrudan bağlantının olduğu demektir.

Stdi değeri %5, %10, %20 gaz oranının olduğu filmlerde artmış, diğerlerinde azalmıştır.

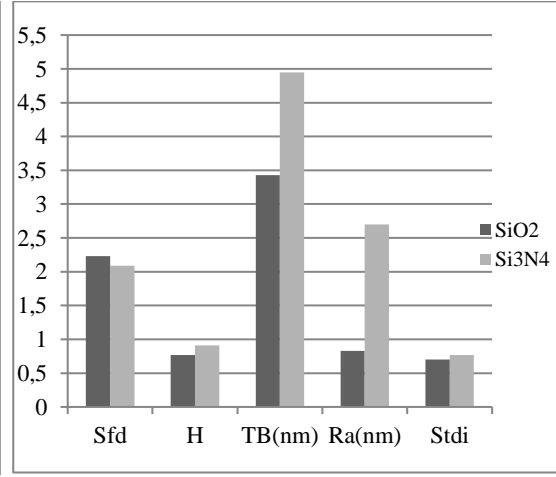


a)

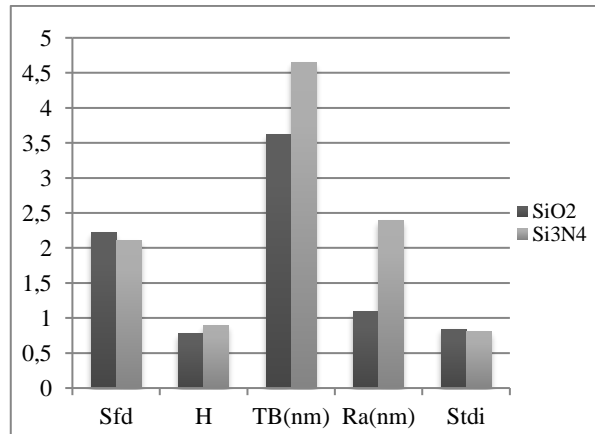
b)



c)



d)



e)

Şekil 5.6. *Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranlarının karşılaştırılması: a) %5 gaz oranı, b) %10 gaz oranı, c) %15 gaz oranı, d) %20 gaz oranı, e) %30 gaz oranı*

5.7. 20 ve 100 nm Kalınlığındaki Si/SiO₂ Alttaş Üzerine Büyütülmüş Film Değerlerinin Gaz Oranının Aynı olduğu Durumda Karşılaştırılması

Si/SiO₂ alttaş üzerine 20 nm ve 100 nm olmakla iki farklı kalınlıkta büyütülen filmlere aynı O₂/Ar gaz oranının uygulandığı zaman elde edilen değerleri Tablo 5.7.'de karşılaştırılmış ve bu değerlere dayalı grafik görüntüsü Şekil 5.7.'de gösterilmiştir.

Tablo 5.7. Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm ve 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranındaki karşılaştırılmalı değerleri

Numune ismi	Kalınlık (nm)	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	Sfd	H	TB (nm)	Ra (nm)	Stdi
VN4-Si-1	20	5	2,2	0,8	22,4	0,33	0,71
VN4-11-Si2.000	100	5	2,25	0,75	33,4	1,66	0,81
VN4-Si-2	20	10	2,32	0,68	21,6	0,5	0,76
VN4-12-Si2.000	100	10	2,2	0,8	29	1,07	0,5
VN4-Si-3	20	15	2,37	0,63	28,7	0,4	0,85
VN4-13-Si2.000	100	15	2,23	0,77	30,2	1,05	0,84
VN4-Si-4	20	20	2,36	0,64	31	0,5	0,82
VN4-14-Si2.000	100	20	2,23	0,77	34,3	0,83	0,703
VN4-Si-5	20	30	2,32	0,68	27,4	0,44	0,62
VN4-15-Si2.000	100	30	2,22	0,78	36,2	1,09	0,84

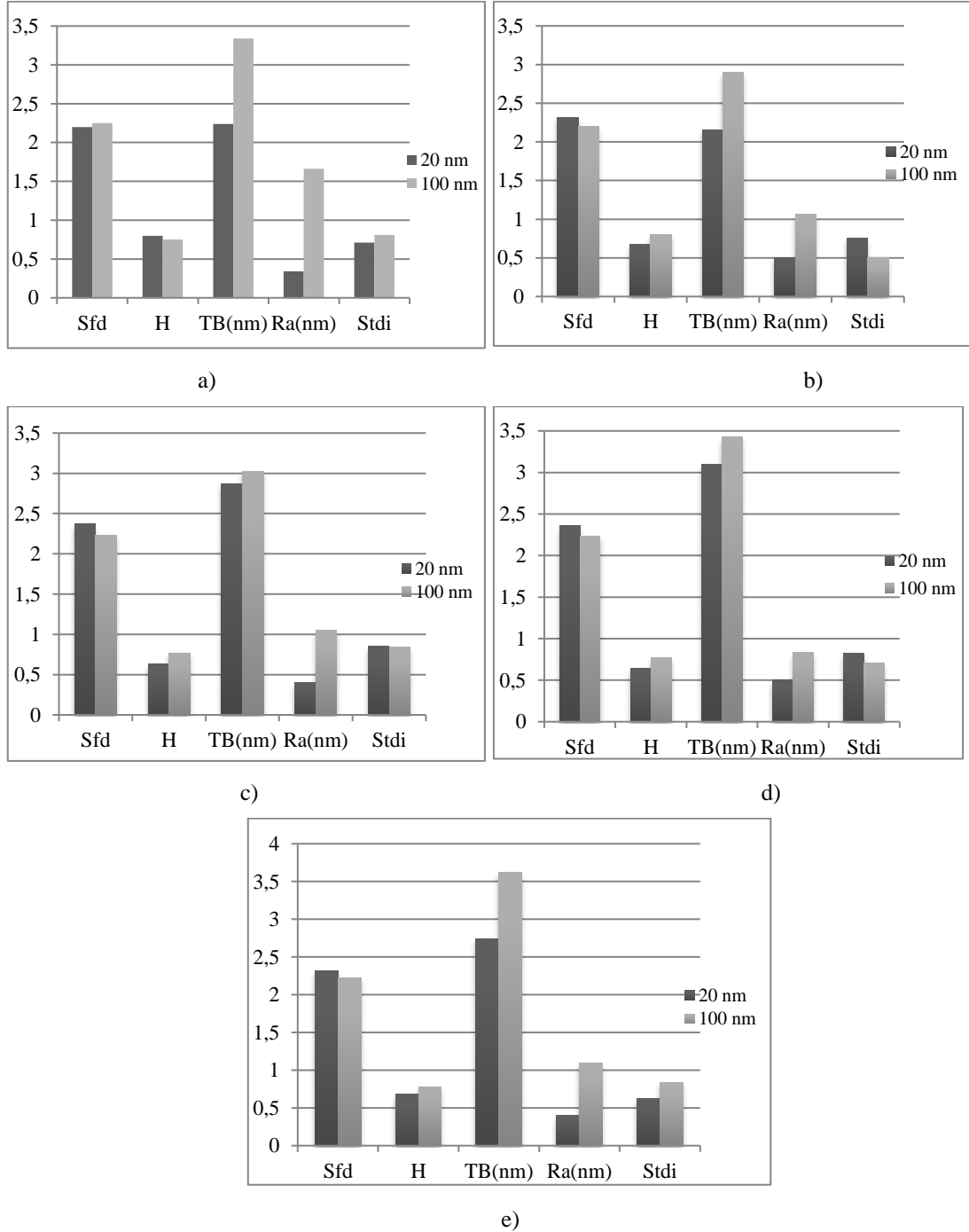
Gaz oranı sabit tutulduğu zaman kalınlığın artmasıyla Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş filmlerde Sfd değeri ve buna bağlı H parametresi de düşmüştür. Yalnızca %15 gaz oranının uygulandığı zaman istisnai durum gözlenmiş ki, bu artış da 0,05 olarak çok düşük fark yaratır.

Kalınlığın 20 nm'den 100 nm'e çıkarılmasıyla tane boyutu yalnızca %5 gaz oranının uygulandığı numunede düşmüş, geri kalan hepsinde artmıştır. Pürüzlülük değerleri ise numunelerin tamamında artmıştır.

Stdi değeri kalınlığın etkisiyle değişiklik göstermektedir. %5 ve %30 gaz oranlarında Stdi değeri artarken, %10, %20 oranlarda kalınlığın etkisiyle düşmektedir. %15'lik gaz oranının uygulandığı zaman Stdi değeri değişmemiş diye biliriz. Bu sonuçlara dayanarak da kalınlığın yüzey yön indeksine dolaylı etkisi var denilebilir.

Dolayısıyla, gaz oranı sabit tutularak Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş filmlere

kalınlıđın deđiřimi bu filmlerin Hurst parametresi, tane boyutu ve pürüzlülük deđerlerine doğrudan etki etmiřtir. İncelenen parametre deđiřiminin Stdi deđerlerine de etki ettiđi görülmüř, buna rađmen direkt bir iliřki bulunamamıřtır.



řekil 5.7. Si/SiO₂ alttař üzerine büyütmüř 20 nm ve 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranlarında karřılařtırılması: a) %5 gaz oranı, b) %10 gaz oranı, c) %15 gaz oranı, d) %20 gaz oranı, e) %30 gaz oranı

5.8. 20 ve 100 nm Kalınlığındaki Si/SiO₂/Si₃N₄ Alttaşı Üzerine Büyütülmüş Film Değerlerinin Gaz Oranının Aynı Olduğu Durumda Karşılaştırılması

Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaşı üzerine 20 nm ve 100 nm olmakla iki farklı kalınlıkta büyütülen filmlere aynı O₂/Ar gaz oranının uygulandığı zaman elde edilen değerler Tablo 5.8.'de karşılaştırılmış ve bu değerlere dayalı grafik görüntüsü Şekil 5.8.'de gösterilmiştir.

Tablo 5.8. Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaşı üzerine büyütülmüş 20 nm ve 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranındaki karşılaştırılmalı değerleri

Numune ismi	Kalınlık k (nm)	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	Sfd	H	Tane boyutu (nm)	Ra (nm)	Stdi
VN4-SiN-1	20	5	2,08	0,92	52,3	2,02	0,41
VN4-11-SiN4.000	100	5	2,02	0,98	55,1	3,03	0,85
VN4-SiN-2	20	10	2,11	0,89	44,4	1,89	0,82
VN4-12-SiN4.000	100	10	2,06	0,94	39,3	2,26	0,73
VN4-SiN-3	20	15	2,1	0,9	36,5	1,86	0,57
VN4-13-SiN4.000	100	15	2,08	0,92	47,1	2,45	0,78
VN4-SiN-4	20	20	2,09	0,91	56,7	2,3	0,6
VN4-14-SiN-4.000	100	0	2,09	0,91	49,5	2,7	0,77
VN4-SiN-5	20	30	2,11	0,89	45,5	2,22	0,7
VN4-15-SiN4.000	100	30	2,11	0,9	46,6	2,39	0,804

Gaz oranı sabit tutulduğu zaman Sfd değeri kalınlığın 20 nm'den 100 nm'e artırılmasıyla en fazla 0,06 olarak azalmış ki, bu da kalınlığın fraktal boyuta etki etmediği anlamına gelir. Dolayısıyla Sfd ve H arasında da doğrudan bağlantı olduğu için kalınlığın H parametresine de etki etmediği sonucu ortaya çıkar.

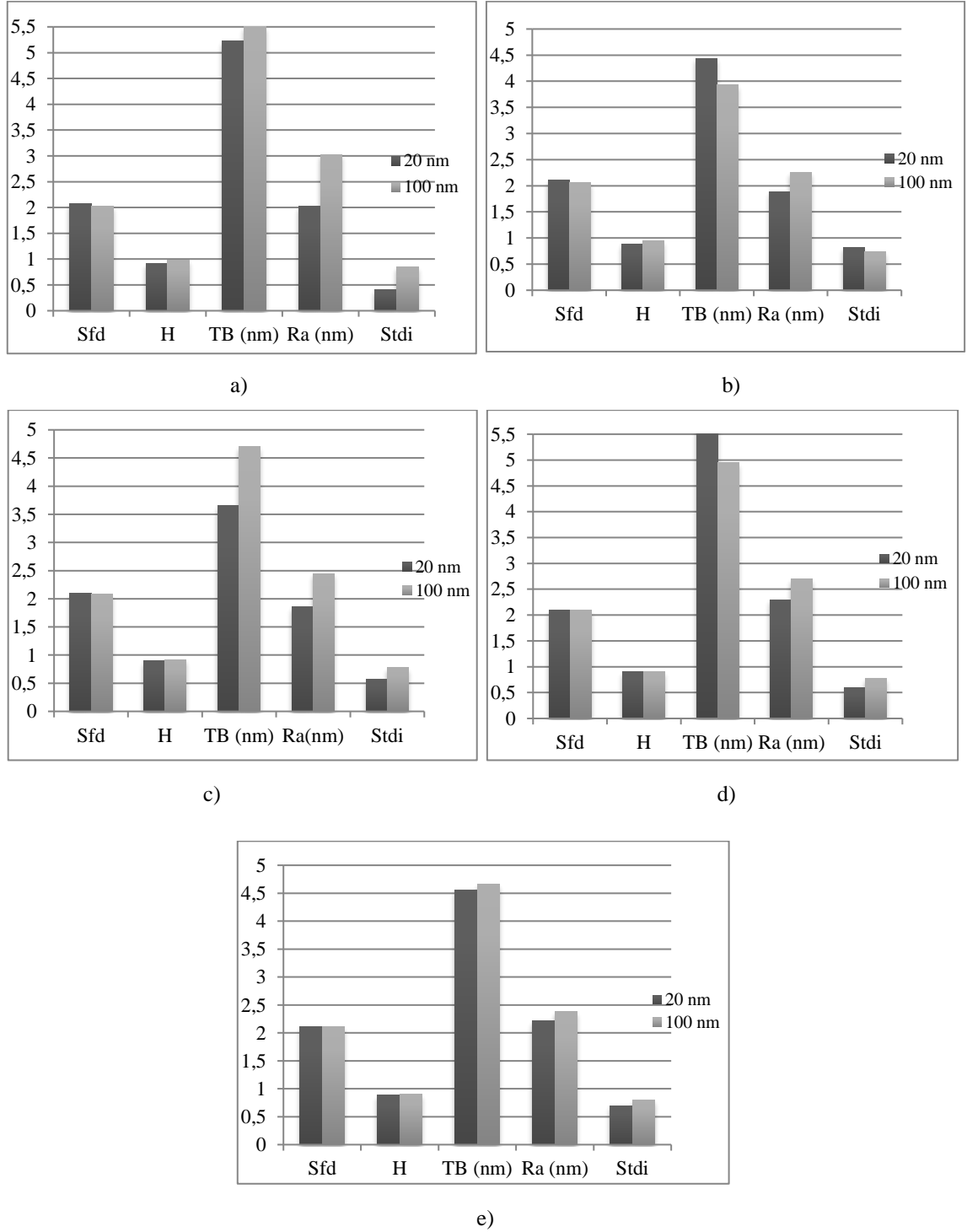
Tane boyutu %10 ve %20 gaz oranının uygulandığı numunelerde düşmüş, diğerlerinde artmıştır.

Ra değeri kalınlığın artmasıyla artmıştır ki, bu da Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaşı üzerine büyütülmüş filmlerin pürüzlülüğü ile kalınlığı arasında doğrudan bağlantı var demektir.

Stdi değeri kalınlığın artmasıyla 0,17 ile 0,44 arasında artmıştır. Bu da kalınlığın yüzey yön indeksine etkisi olduğu anlamına gelir. Yalnızca %10 gaz oranının uygulandığı zaman Stdi değeri azalmıştır.

Değerlerden görüldüğü üzere, O₂/Ar gaz oranı sabit tutularak Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaşı

üzerine büyütülen ince filmlerin pürüzlülük değerleri ile gaz oranının değişimi arasında doğrudan ilişki vardır. Ek olarak, tane boyutu ve Stdi değerleri de gaz oranının etkisiyle değiştiği görülmüş, buna rağmen direkt bir ilişki bulunamamıştır.



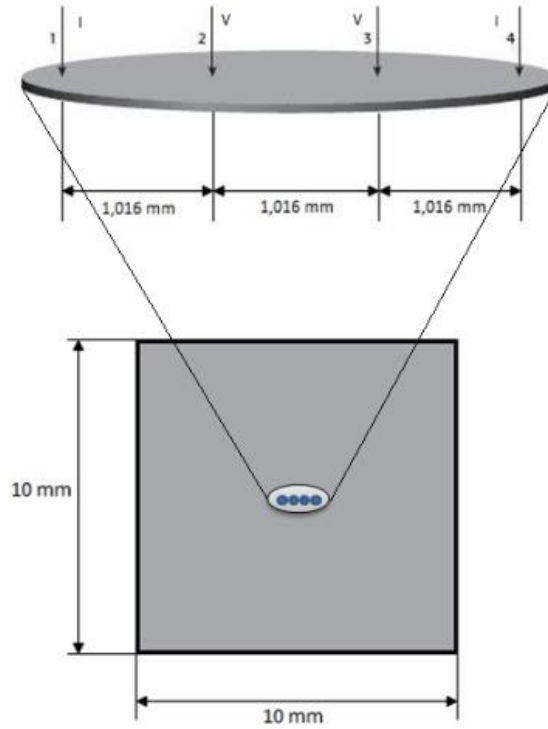
Şekil 5.8. $Si/SiO_2/Si_3N_4$ alttaş üzerine büyütülmüş 20 nm ve 100 nm kalınlıklı filmlerin aynı gaz oranlarında karşılaştırılması: a) %5 gaz oranı, b) %10 gaz oranı, c) %15 gaz oranı, d) %20 gaz oranı, e) %30 gaz oranı

6. ELEKTRİKSEL VE YAPISAL ÖZELLİKLER ARASINDAKİ İLİŞKİNİN TARTIŞILMASI

Bu tez çalışması kapsamında, daha önceki çalışmalardan elde edilen ölçümler üzerinde analizler yapılarak, filmlerin yapısal, elektriksel özellikleri arasındaki ilişkiye bakıldı.

Bu değerlere dayanarak; FPP tekniği ile ölçülen VOx ince filmlerin elektriksel direnç değerlerinin filmin kalınlığının artmasıyla azaldığını, O₂/Ar oranının artması ile arttığını gözlemlendi (Bkz. Tablo 4.1.)

Şekil 6.1.'de AKM ve FPP teknikleri ile yapılan ölçümler için numune üzerinde kullanılan alanlar gösterilmiştir. FPP tekniğinin uygulandığı yüzeyde iğneler arası bölge ve yakın çevresinin, AKM ölçümleri ile karşılaştırılması için uygun bölgeler olduğu düşünülmektedir. Burada, mavi noktalar FPP tekniğinin dokunma pozisyonları, elips ise AKM taramalarının yapıldığı alanı temsil etmektedir [50].



Şekil 6.1. FPP ve AKM ölçüm pozisyonları [50]

Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaşları üzerine büyütülmüş hem 20 nm, hem de 100 nm kalınlıklı ince filmlerin elektriksel ve yapısal özellikleri arasındaki ilişkini incelediğimiz zaman, bu filmlerde tane boyutunun ve pürüzlülüğün değişmesiyle direncin arttığı görüldü ki, bu da direnç değeri ile tane boyutu ve pürüzlülük değerleri arasında bağlantının olduğu anlamına gelir. Buna rağmen, pürüzlülük değerleri arttıkça

elektron saçılımları arttığı için buna bağlı olarak direncin de artması, yani bu iki özellik arasındaki bağlantının doğru orantı şeklinde olması beklenirdi [51]. Dolayısıyla, sonuç beklenildiği gibi çıkmamış, direncin tane boyutu ve pürüzlülük değişimine bağlı olmadan artması nedeniyle bu değerler arasında sistematik bağlantı tespit edilememiştir. Filmlerin direnç, tane boyutu ve pürüzlülük değerleri Tablo 6.1. ile Tablo 6.2.'de verilmiştir.

Tablo 6.1. 20 nm ve 100 nm kalınlıklı Si/SiO₂ üzerine büyütülmüş ince filmlerin R, Tane boyutu ve pürüzlülük değerleri [19].

Numune ismi	Kalınlık (nm)	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	R (Ω)	Tane boyutu (nm)	Ra (nm)
VN4-1-Si	20	5	2536,37	22,4	0,33
VN4-2-Si	20	10	9959771	21,7	0,5
VN4-3-Si	20	15	6,13e8	28,7	0,4
VN4-4-Si	20	20	K.A.	31	0,5
VN4-5-Si	20	30	6,26e7	27,4	0,44
VN4-11-Si2.000	100	5	734,5	33,4	1,66
VN4-12-Si2.000	100	10	532857,6	29	1,07
VN4-13-Si2.000	100	15	4,28e7	30,215	1,05
VN4-14-Si2.000	100	20	K.A.	34,309	0,83
VN4-15-Si2.000	100	30	K.A.	36,216	1,09

Tablo 6.2. 20 nm ve 100 nm kalınlıklı Si/SiO₂/Si₃N₄ üzerine büyütülmüş ince filmlerin R, Tane boyutu ve pürüzlülük değerleri

Numune ismi	Kalınlık (nm)	O ₂ /Ar gaz oranı (%)	R (Ω)	Tane boyutu (nm)	Ra (nm)
VN4-1-SiN	20	5	5766,03	52,3	2,02
VN4-2-SiN	20	10	1.99E+07	44,4	1,89
VN4-3-SiN	20	15	K.A.	36,5	1,86
VN4-4-SiN	20	20	K.A.	56,7	2,3
VN4-5-SiN	20	30	K.A.	45,5	2,2
VN4-11-SiN4.000	100	5	1277,29	55,1	3,03
VN4-12-SiN4.000	100	10	2086824	39,3	2,26
VN4-13-SiN4.000	100	15	5,22e7	47,1	2,45
VN4-14-SiN4.000	100	20	K.A.	49,5	2,7
VN4-15-SiN4.000	100	30	K.A.	46,6	2,39

7. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışması kapsamında, daha önceki çalışmalarda vürmalı DC sıçratma tekniđi kullanılarak oda sıcaklığında, beş farklı O₂/Ar oranında, Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ altaşlar üzerinde 20 ve 100 nm olmakla iki farklı kalınlıkta üretilen VOx ince filmlerin SPIP yazılımı kullanılarak Hurst parametresi, yüzey yön indeksi, fraktal boyut gibi değerleri elde bulunmuş, hem bu, hem de önceki tez çalışmalarından elde edilen tane boyutu ve yüzey pürüzlülüđü değerlerine deđişen parametrelerin nasıl etkisi incelenmiş, ayrıca yapısal ve elektriksel özellikleri arasındaki ilişkiye bakılmıştır.

Si/SiO₂ üzerine büyütölmüş 20 nm kalınlıklı filmlerin tüm değerlerine bakıldığında gaz oranının deđişiminin fraktal boyuta, H parametresine, yüzey yön indeksine doğrudan etkisinin olduđu tespit edilmiş, pürüzlölük ve tane boyutu değerlerinde deđişen O₂/Ar gaz oranına bađlı düzensiz artan ve azalan eğilim görölmüş, bu deđişimin düzensiz olması nedeniyle incelenen özellikler arasında direkt ilişki bulunamamıştır (Bkz. Tablo 5.1.)

Si/SiO₂/Si₃N₄ altaş üzerine büyütölmüş 20 nm kalınlıklı filmlere gaz oranının etkisi incelendiđi zaman, gazın fraktal boyuta etki etmediđi, yüzey pürüzlölölük, yüzey yön indeksi ve tane boyutu parametrelerine etkisinin olduđunu, ama bu etkinin doğrudan olmadıđı gözlenmiştir (Bkz. Tablo 5.2.).

Alınan değerlere dayanarak; Si/SiO₂ üzerine büyütölmüş 100 nm kalınlıklı filmlere uygulanan farklı gaz oranlarının fraktal boyuta etki etmediđi görölmüşür. Buna rađmen pürüzlölük ve tane boyutu değerlerine doğrudan, yüzey yön indeksi değerine ise doğrudan olmayan etki ettiđi belirlenmiştir (Bkz. Tablo 5.3.).

Si/SiO₂/Si₃N₄ altaş üzerine büyütölmüş 100 nm kalınlığındaki filmlerin fraktal boyut ve buna bađlı H parametresi değerlerinin, gaz oranının deđişiminden doğrudan etkilendiđi sonucuna varılmıştır. Pürüzlölük, yüzey yön indeksi ve tane boyutu ile gaz oranı arasında doğrudan bir ilişki tespit edilememiştir (Bkz. Tablo 5.4.).

Tablo 7.1. Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ altaşlar üzerine büyütölmüş 20 ve 100 nm kalınlıklı filmlerin gaz oranına bađlı deđişim sonuçları

Parametre	20 nm SiO ₂	20 nm Si ₃ N ₄	100 nm SiO ₂	100 nm Si ₃ N ₄
Fraktal boyut	Dođrudan etki	Etki etmiyor	Etki etmiyor	Dođrudan etki
Yüzey yön indeksi	Dođrudan etki	Dođrudan deđil	Dođrudan deđil	Dođrudan deđil
Tane boyutu	Dođrudan deđil	Dođrudan deđil	Dođrudan etki	Dođrudan deđil
Pürüzlölük	Dođrudan deđil	Dođrudan deđil	Dođrudan etki	Dođrudan deđil

20 nm kalınlıklı filmlere aynı gaz oranı uygulanıp, alttaş değiştirildiği zaman, alttaşın Si/SiO₂'den Si/SiO₂/Si₃N₄'e değiştirilmesiyle fraktal boyut değerlerinin düştüğü, pürüzlülük değerlerinin arttığı görülür. (Bkz.Tablo 5.5.). Bu filmlerde alttaş değişimi filmlerin Sfd ve pürüzlülük değerlerine doğrudan, Stdi ve tane boyutu parametrelerine ise doğrudan olmayan etkisinin olduğuna işaret etmektedir.

100 nm kalınlıklı filmlere uygulanan gaz oranı sabit tutulup alttaş değiştirildiği zaman, bu değişimin, filmlerin fraktal boyutu ve buna bağlı H değerine, pürüzlülüğüne doğrudan, tane boyutu ve Stdi değerlerine ise doğrudan olmayan etkisi olduğu gözlemlendi. (Bkz. Tablo 5.6. ve Şekil 5.6.).

Tablo 7.2. 20 nm ve 100 nm kalınlıklı filmlerin alttaşın etkisiyle değişimi

Parametre	20 nm filmlerde	100 nm filmlerde
Fraktal boyut	Doğrudan etki	Doğrudan etki
Tane boyutu	Doğrudan değil	Doğrudan değil
Yüzey yön indeksi	Doğrudan değil	Doğrudan değil
Pürüzlülük	Doğrudan etki	Doğrudan etki

Gaz oranı ve alttaş sabit tutulduğu zaman Si/SiO₂ alttaş üzerine büyütülmüş filmlerin kalınlığının 20 nm'den 100 nm'e çıkarılması, onların fraktal boyut ve H parametresine, tane boyutuna, pürüzlülüğüne doğrudan, yüzey yön indeksine ise dolaylı etki ettiği görülmüştür. (Bkz. Tablo 5.7.).

Gaz oranı ve alttaş sabit tutulduğu zaman Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş filmlerin kalınlığının değişimiyle fraktal boyut ve H parametresinde değişim gözlemlenmemiş, filmlerin Stdi ve tane boyutuna doğrudan olmayan, pürüzlülüğüne ise doğrudan etkisi görülmüştür (Bkz. Tablo 5.8.)

Tablo 7.3. Kalınlığın Si/SiO₂ ve Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş filmlere etkisi

Parametre	Si/SiO ₂ filmlerde	Si/SiO ₂ /Si ₃ N ₄ filmlerde
Fraktal boyut	Doğrudan etki	Etki etmiyor
Tane boyutu	Doğrudan değil	Doğrudan değil
Yüzey yön indeksi	Doğrudan değil	Doğrudan değil
Pürüzlülük	Doğrudan etki	Doğrudan etki

Bu ölçümlerin sonucunda tüm seri numunelerin Hurst parametresi değerinin 0,5 ile 1 arasında olduğu, yani rastlantısallığın az olduğu sonucuna varılmıştır. Değerleri

karşılaştırdığımız zaman Si/SiO₂/Si₃N₄ alttaş üzerine büyütülmüş filmlerin H değerinin 1'e daha yakın olduğu görülmüştür ki, bu da bu filmlerin çok daha az fraktal olduğu, yani ideal geometrik yapıda oldukları anlamına gelir [41].

Stdi ölçüm sonuçlarına baktığımızda, VN4-1-SiN (20 nm, O₂/Ar oranı %5, Stdi=0,41), VN4-3-SiN (20 nm, O₂/Ar oranı %15, Stdi=0,57) ve VN4-12-Si (100 nm, O₂/Ar oranı %10, Stdi=0,5) isimli üç numune dışında tüm seri ince film değerlerinin 0.6'dan büyük olduğu görüldü, dolayısıyla bu üç numune dışında geri kalan 17 numunenin hiç birinin yüzeyinde baskın yönün olmadığı, yani izotropik oldukları sonucuna varıldı [46].

Filmlerin elektriksel ve yapısal özellikleri arasındaki ilişkiye bakıldığı zaman tane boyutunun ve pürüzlülüğün artıp azalmasına bakılmaksızın direnç değerlerinin arttığı görülmüş, bu değerler arasında sistematik bir ilişki bulunamamıştır (Bkz.Tablo 6.1., Tablo 6.2.). 100 nm filmler daha kalın olduğu için kalınlığın artmasıyla direnç değeri düşmüş, tüm seri numunelerin gaz oranının artmasıyla direnç ve öz direnç değerleri artmıştır.

Direnç değerlerine baktığımız zaman, %15 (çoğunlukla), %20, %30 gaz oranının uygulandığı numunelerde direnç değerlerinin alınamadığını göz önünde bulundurursak üretimlerin 4 sccm: %5 ve %10 O₂/Ar oranında devam ettirilmesi önerilebilir.

Filmlere uygulanan gaz oranının, kalınlığının ve büyütüldüğü alttaşların değişiminin onların farklı özelliklerine etkisi incelenirken bir sıra özelliklere etkinin olduğu görülmüş, buna rağmen direkt ilişki bulunamamıştır. Bu dolaylı etkinin arkasında her hangi bir fiziksel mekanizmanın olup-olmadığı bu tez çalışması kapsamında tartışılmamakla beraber bir sonraki çalışmanın konusu olabilir.

KAYNAKÇA

- [1] Luo, Z., Zhou, X., Yan, D., Wang, D., Li, Z., Yang, C., Jiang, Y. (2014). Effects of thickness on the nanocrystalline structure and semiconductor-metal transition characteristics of vanadium dioxide thin films. *Thin Solid Films*, 550, 227-232.
- [2] Lopez, R., Feldman, L.C., Haglund R.F. (2004). Size-Dependent Optical Properties of VO₂ Nanoparticle Arrays. *Physical Review Letters*, 93, 177403.
- [3] Baik, J.M., Kim, M.H., Larson, C., Wodtke, A.M., Moskovits, M. (2008). Nanostructure-Dependent Metal-Insulator Transitions in Vanadium-Oxide Nanowires. *Journal of Physical Chemistry. C* 35, 13328.
- [4] Pergament, A., Velichko, A. (2010). Metal-insulator transition in thin films of vanadium dioxide: The problem of dimensional effects. *Thin Solid Films*, 518, 1760.
- [5] Gurvitch, M., Luryi, S., Polyakov, A., Shabalov, A. (2009). Nonhysteretic behavior inside the hysteresis loop of VO₂ and its possible application in infrared imaging. *Journal of Applied Physics*, 106, 104504.
- [6] Driscoll, T., Kim, H., Chae, B., Di Ventra, M., Basov, D.N. (2009). Phase-transition driven memristive system. *Applied Physics Letters*, 95, 043503.
- [7] Pergament, A.L., Kazakova, E.L., Stefanovich, G.B. (2002). Optical and electrical properties of vanadium pentoxide xerogel films: modification in electric field and the role of ion transport. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 35, 2187.
- [8] Shi, Q., Huang, W., Lu, T., Zhang, Y., Yue, F., Qiao, S., Xiao, Y. (2014). Nanostructured VO₂ film with high transparency and enhanced switching ratio in THz range. *Applied Physics Letters*, 104, 071903.
- [9] Mwakikunga, B.W., Mudau, A.E., Brink, N, Willers, C.J. (2011). Flame temperature trends in reacting vanadium and tungsten ethoxide fluid sprays during CO₂-laser pyrolysis. *Applied Physics: B*, 105:451 – 462.
- [10] Zhi, B., Gao, G., Tan, X., Chen, P., Wang, L., Jin,S., Wu, W. (2014). Effects of thickness on the nanocrystalline structure and semiconductor-metal transition characteristics of vanadium dioxide thin films. *Materials Research Express*, 1, 046402.
- [11] Wang, B., Lai,J., Li, H., Hu, H., Chen, S.(2013). Nanostructured vanadium oxide thin film with high TCR at room temperature for microbolometer.*Infrared Physics*

- & *Technology*, 57, 8-13.
- [12] Berezina, O., Kirienko, D., Pergament, A., Stefanovich, G., Velichko, A., Zlomanov, V. (2015). Vanadium oxide thin films and fibers obtained by acetylacetonate sol–gel method. *Thin Solid Films*, 574, 15-19.
- [13] Xu, G., Jin, P., Tazawa, M., Yoshimura, K. (2005). Thickness dependence of optical properties of VO₂ thin films epitaxially grown on sapphire (0001). *Applied Surface Science* 244, 449 – 452.
- [14] Subrahmanyam, A., Reddy, Y.B.K., Nagendra, C.L. (2008). Nano-vanadium oxide thin films in mixed phase for microbolometer applications. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 41, 195108 (6).
- [15] Ingole, R.S., Lokhande, B.J. (2016). Spray pyrolysed vanadium oxide thin films using different ingredients for redox supercapacitor. *Journal of Material Science: Mater Electron*, 27, 1363–1369.
- [16] Lide, D. R. (2004). CRC Handbook of Chemistry and Physics 2004-2005: A Ready-Reference Book of Chemical and Physical Data.
- [17] http-1: <http://www.rsc.org/periodic-table/element/23/vanadium> (Erişim tarihi: 10.12.2017)
- [18] Yang, X., Cai, C., Zhou, S., Liu, H., Liu, W. (2010). VO_x films prepared by DC magnetron sputtering. *Chinese Optics Letters*, 8 (s1), 137.
- [19] Özgün, S. (2018). *Effect of duty cycle on the properties of vanadium oxide thin films deposited by pulsed DC reactive magnetron sputtering*. Yayınlanmamış Yüksek Lisans tezi, Eskişehir: Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [20] Haber, J., Witko, M., & Tokarz, R. (1997). Vanadium pentoxide I. Structures and properties. *Applied Catalysis A: General*, 157 (1-2), 3-22.
- [21] Mui, S.C., Jasinski, J., Leppert, V.J., Mitome, M., Sadoway, D.R., Mayes, A.M. (2006). Microstructure effects on the electrochemical kinetics of vanadium pentoxide thin-film cathodes. *Journal of The Electrochemical Society*, 153 (7), A1372 - A1377.
- [22] Wang, X.J., Li, H.D., Fei, Y.J., Wang, X., Xiong, Y.Y., Nie, Y.X., Feng, K.A. (2001). XRD and Raman study of vanadium oxide thin films deposited on fused silica substrates by RF magnetron sputtering. *Applied Surface Science*, 177(1), 8-14.
- [23] Chen, S., Ma, H., Yi,X., Wang, H., Tao, X., Chen, M., Ke, C. (2004). Optical

- switch based on vanadium dioxide thin films. *Infrared Physics & Technology*, 45 (4), 239-242.
- [24] Ruzmetov, D., Ramanathan, S. (2010). Thin film metal oxides: fundamentals and applications in electronics and energy.
- [25] Kang, L.T., Gao, Y.F., Luo, H.J., Chen, Z., Du, J., Zhang, Z.T. (2011). Nanoporous thermochromic VO₂ films with low optical constants, enhanced luminous transmittance and thermochromic properties. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 3, 135.
- [26] Chen, C.H, Zhou, Z.P. (2007). Observation of electric field-assisted phase transition in thin film vanadium oxide in a metal-oxide-semiconductor device geometry. *Applied Physics Letter*, 91, 011107.
- [27] Bharadwaja, S.S.N., Venkatasubramanian, C., Fieldhouse, N., Ashok, S., Horn, M.W. (2009). Low temperature charge carrier hopping transport mechanism in vanadium oxide thin films grown using pulsed DC sputtering. *Applied Physics Letter*, 94, 222110.
- [28] Subrahmanyam, A., Reddy, Y.B.K., Nagendra, C.L. (2008). Nanovanadium oxide thin films in mixed phase for microbolometer applications,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, 41, 195108.
- [29] Lee, J.W., Min, S.R., Cho, H.N., Chung, C.W. (2007). Effect of O₂ concentration on metal-insulator transition properties of vanadium oxide thin films prepared by radio frequency magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, 515, 7740-7743.
- [30] Öksüzöğlü, R.M., Bilgiç, P., Yıldırım, M., Deniz, O. (2013). Electrical and structural properties of pulsed dc reactive sputtered amorphous-nanocrystalline vanadium oxide thin films. *Optics & Laser Technology*, 48, 102-109.
- [31] Chae, B.G., Youn, D.H., Kim, H.T., Maeng, S., Kang, K.Y. (2004). Fabrication and Electrical Properties of Pure VO₂ Phase Films. *Journal of the Korean Physical Society*, 44 (4), 884-888.
- [32] Bilgiç, P. (2012). *Tavlama Sıcaklığının Nano Ölçekli Vanadyum Oksit İnce Filmlerin Optik ve Elektriksel Özelliklerine Etkisinin İncelenmesi*. Yayımlanmamış Yüksek Lisans Tezi. Eskişehir: Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [33] Ruzmetov, D., Zawilski, K.T., Senanayake, S.D., Narayanamurti, V., Ramanathan, S. (2008). Infrared reflectance and photoemission spectroscopy

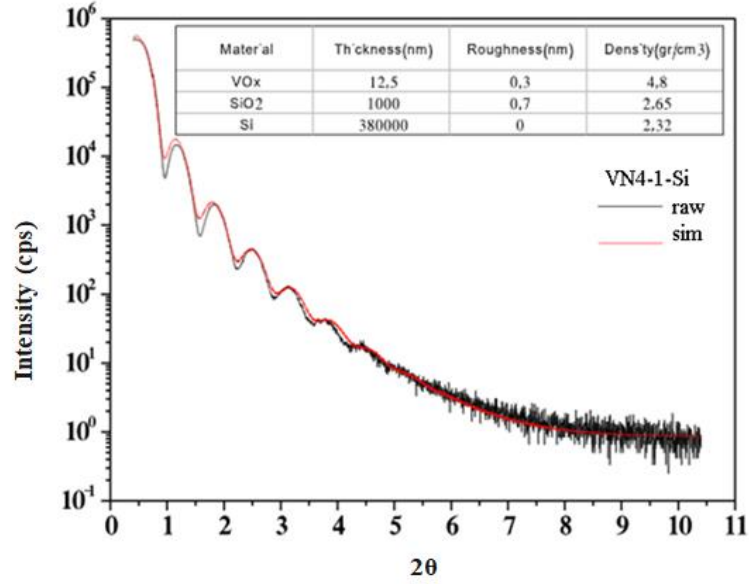
- studies across the phase transition boundary in thin film vanadium dioxide. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 20 (46), 465204.
- [34] Advanced Energy Industries Inc. (2013). Pinnacle Plus+ 5 kW Power Supply 325 VDC-800VDC User Manual.
- [35] Yağcı, A.M. (2015). *Nano Ölçekli Vanadyum Oksit İnce Filmlerde Elektriksel Özelliklerinin Ve 1/f Gürültüsünün Karakterizasyonu*. Yayımlanmamış Yüksek Lisans Tezi. Eskişehir: Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [36] Smits, F. M. (1958). Measurement of sheet resistivities with the four-point probe. *Bell Labs Technical Journal*, 37 (3), 711-718.
- [37] Capar, O. (2010). *Nano ölçekli vanadyum oksit ince filmlerin yapısal ve elektriksel karakterizasyonu*. Yayımlanmamış Yüksek Lisans Tezi. Eskişehir: Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [38] <https://www.imagemet.com/products/spip/>
- [39] Veeco Instruments Inc. (2004). MultiMode, S.P.M. Instruction Manual Nano Scope Software Version 5.
- [40] Martin, P. M. (2009). Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology.
- [41] Carr, J.R. (1997). Statistical self-affinity, fractal dimension, and geologic interpretation. *Engineering Geology*, 48, 269-282.
- [42] Sa-Barreto, L.C., Lorenzo, C., Concheiro, A., Martinez-Pacheco, R., Gomez-Amoza, J.L. (2017). SEM-image textural features and drug release behavior of Eudragitbased matrix pellets. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 42, 292-298.
- [43] Abdul Khadar, M., Mohemmed Shanid, N.A. (2010). Nanoscale fine-structure evaluation of RF magnetron sputtered anatase films using HRTEM, AFM, micro-Raman spectroscopy and fractal analysis. *Surface & Coatings Technology*, 204, 1366–1374.
- [44] http://www.imagemet.com/WebHelp6/Default.htm#RoughnessParameters/Roughness_Parameters.htm (Erişim tarihi 06.05.18)
- [45] Barbato, G., Carneiro, K., Cuppini, D., Garnaes, J., Gori, G., Hughes, G., Jensen, C. P., Jørgensen, J.F., Jusko, O., Livi, S., Mc Quoid, H., Nielsen, L., Picotto, G.B., Wilkening G. (1995). Scanning tunneling microscopy methods for roughness and micro hardness measurements, *Synthesis report for research contract with the*

European Union under its programme for applied metrology, 109.

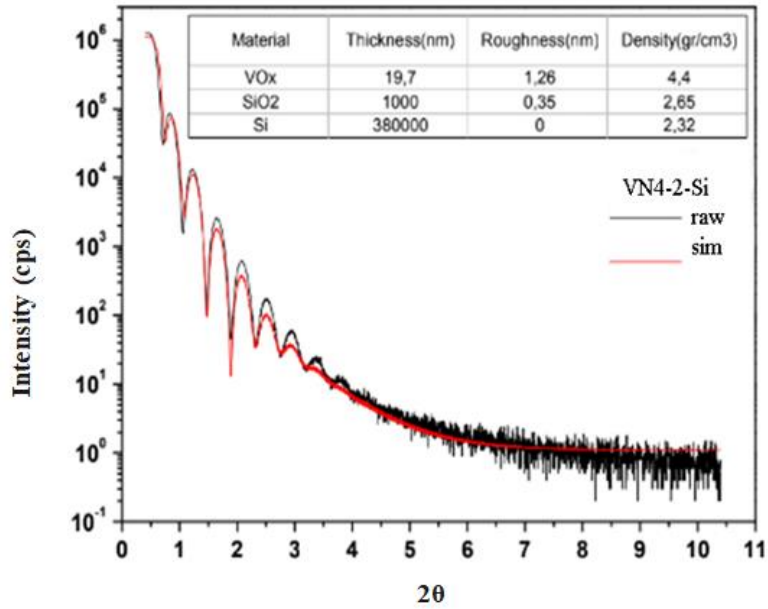
- [46] Sarac, U., Baykul, M.C. (2013). Morphological and microstructural properties of two-phase Ni–Cu films electrodeposited at different electrolyte temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*, 552, 195–201.
- [47] Öksüzoğlu, R.M., Sarac, U., Yıldırım, M., Çınar, H. (2014). Characterization of Microstructural and Morphological Properties in As-deposited Ta/NiFe/IrMn/CoFe/Ta Multilayer System. *Journal of Material Science and Technology*, 30 (4), 359-364.
- [48] Anastasescua, M., Gartner, M., Szekeres, A., Pamukchieva, V.(2014). Surface topographic study of chalcogenide thin films of $\text{Ge}_x\text{Sb}(\text{As})_{40-x}\text{S}_{50}\text{Te}_{10}$ glasses. *Micron*, 59, 1–7.
- [49] https://www.michmet.com/3d_s_spatial_parameters.htm (Erişim tarihi 14.07.18).
- [50] Schroder, D.K. (2006). Semiconductor material and device characterizastion. John Wiley and Sons Publication.
- [51] Tang, W., Xu, K., Wang, P., Li, X., (2003). Surface roughness and resistivity of Au film on Si-(111) substrate. *Microelectronic Engineering*, 66, 445–450.

EKLER

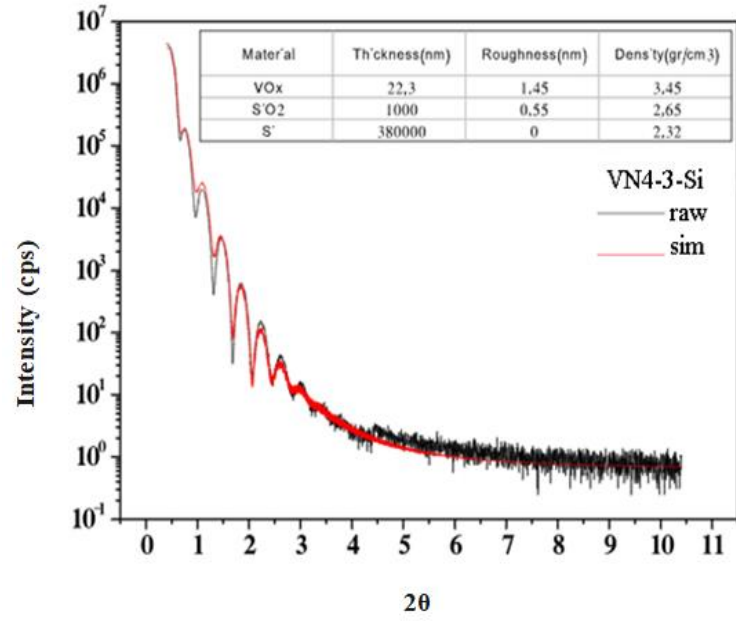
EK-1. VN4-1-Si isimli numunenin (kalınlık 20 nm, O₂/Ar gaz oranı %5) XRR eğrisi



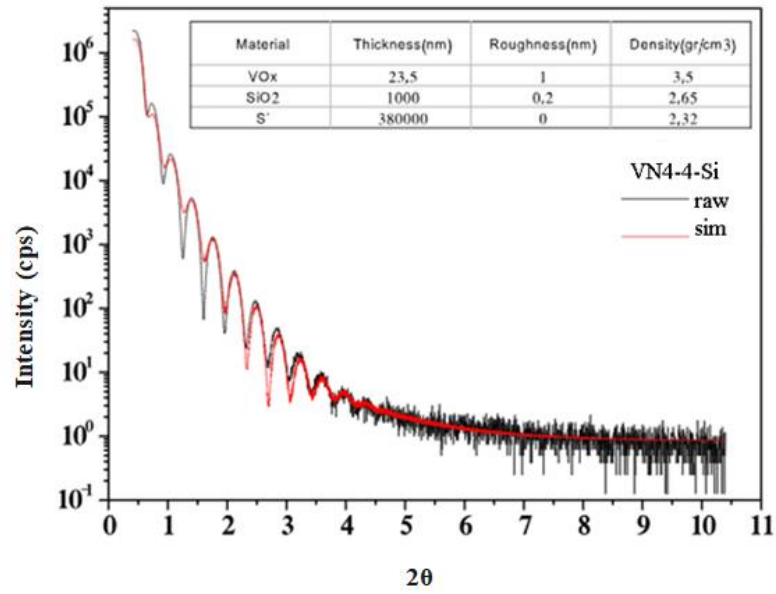
EK-2. VN4-2-Si isimli numunenin (kalınlık 20 nm, O₂/Ar gaz oranı %5) XRR eğrisi



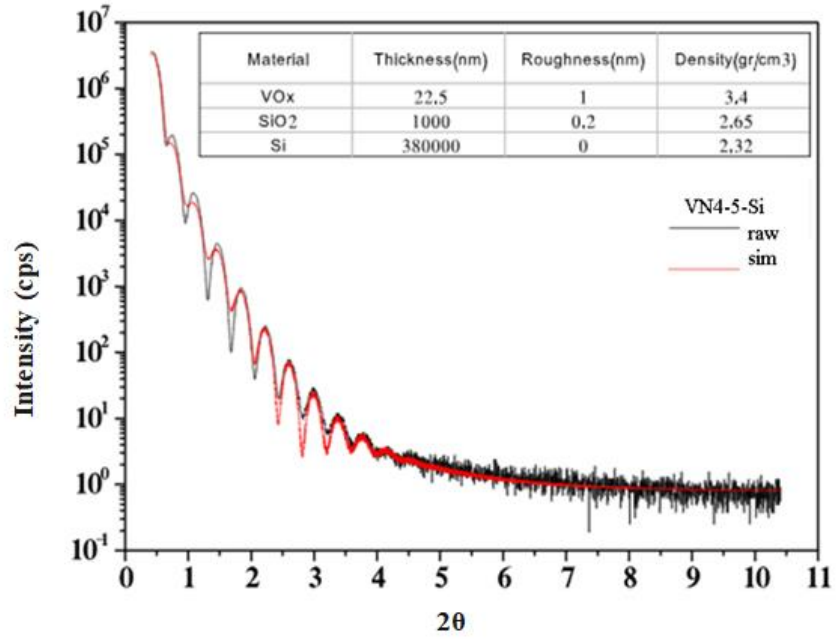
EK-3. VN4-3-Si isimli numunenin (kalınlık 20 nm, O₂/Ar gaz oranı %15) XRR eğrisi



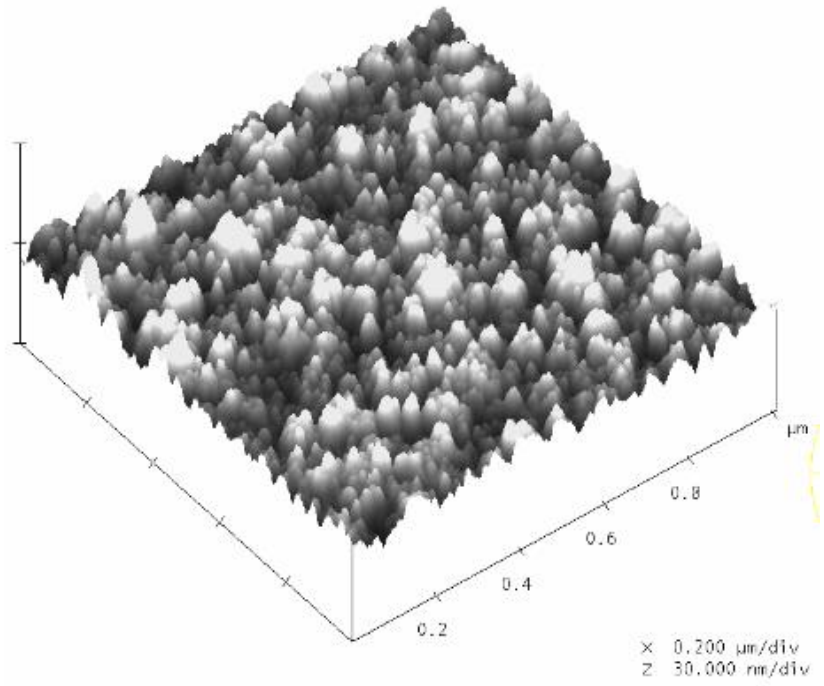
EK-4. VN4-4-Si isimli numunenin (kalınlık 20 nm, O₂/Ar gaz oranı %20) XRR eğrisi



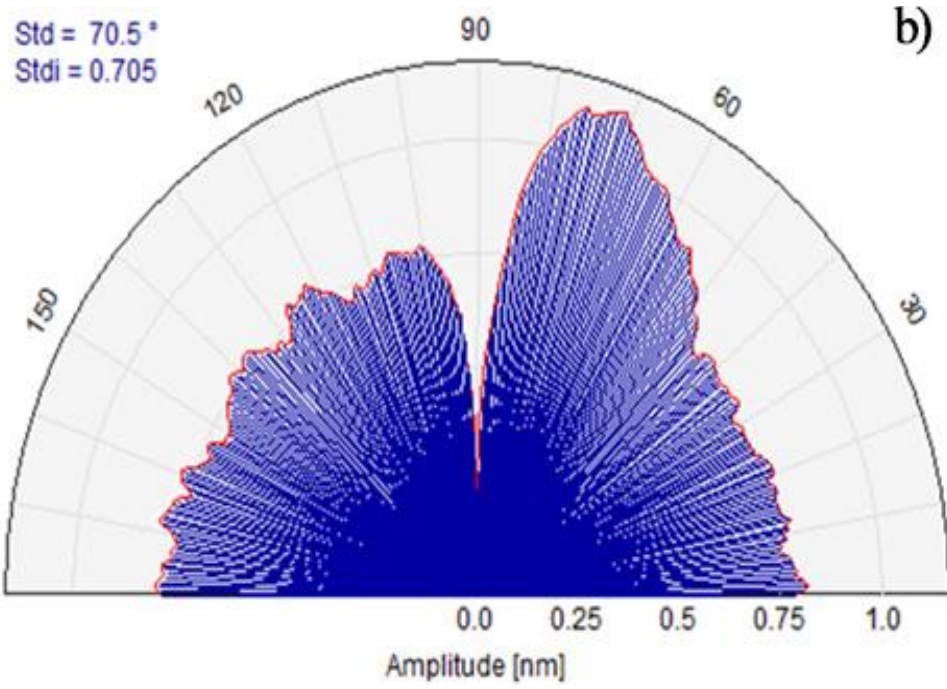
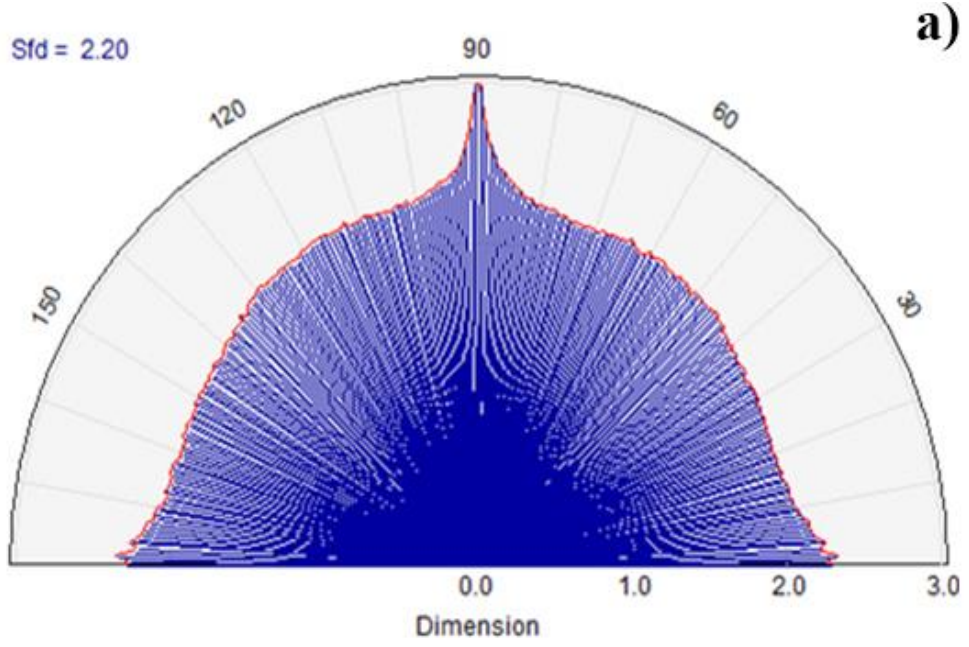
EK-5. VN4-5-Si isimli numunenin (kalınlık 20 nm, O₂/Ar gaz oranı %30) XRR eğrisi



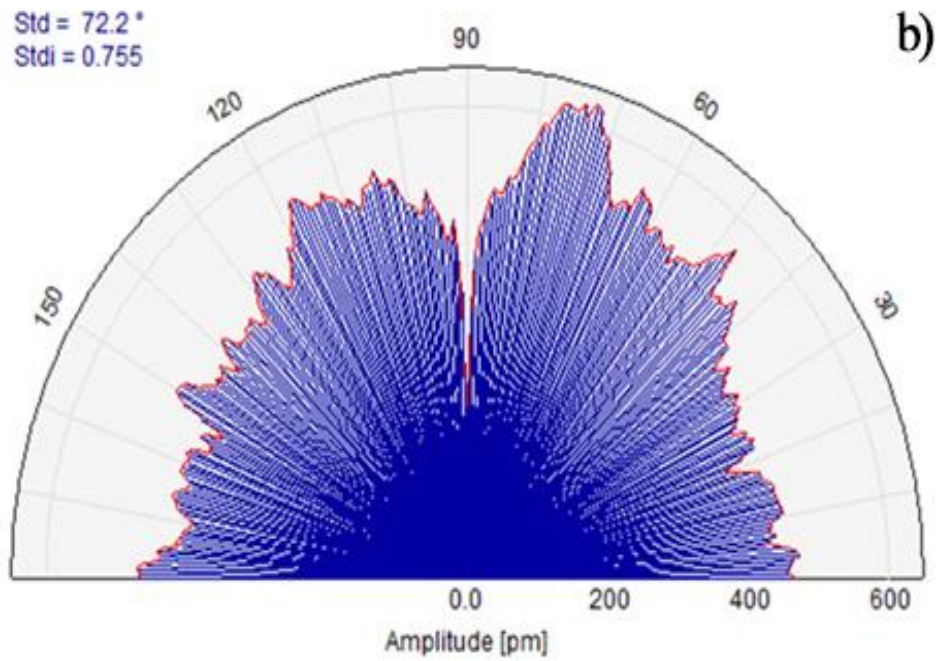
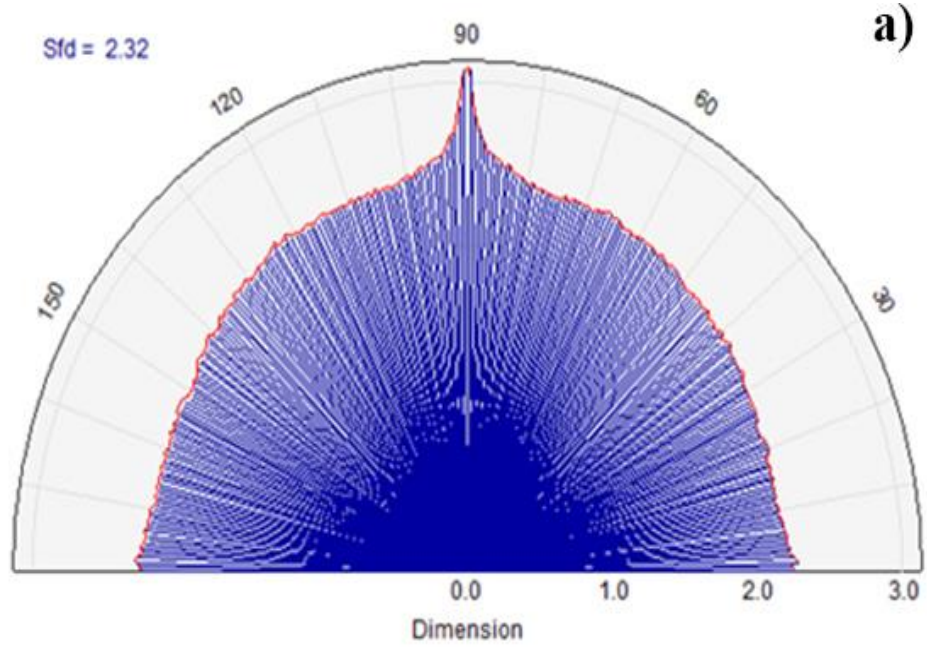
EK-6. VN4-1-SiN isimli numunenin üç boyutlu AKM görüntüsü (20 nm, O₂/Ar gaz oranı %5)



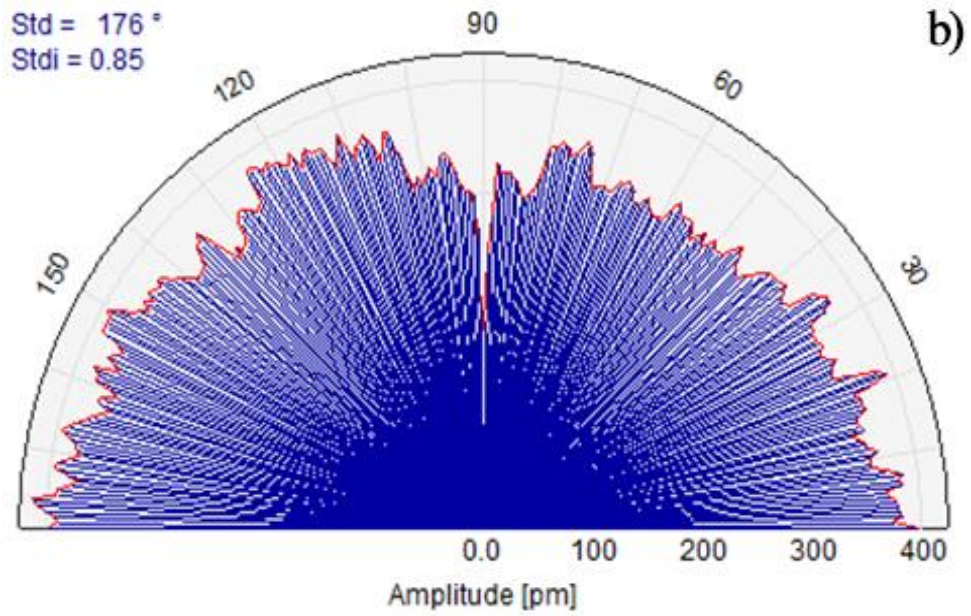
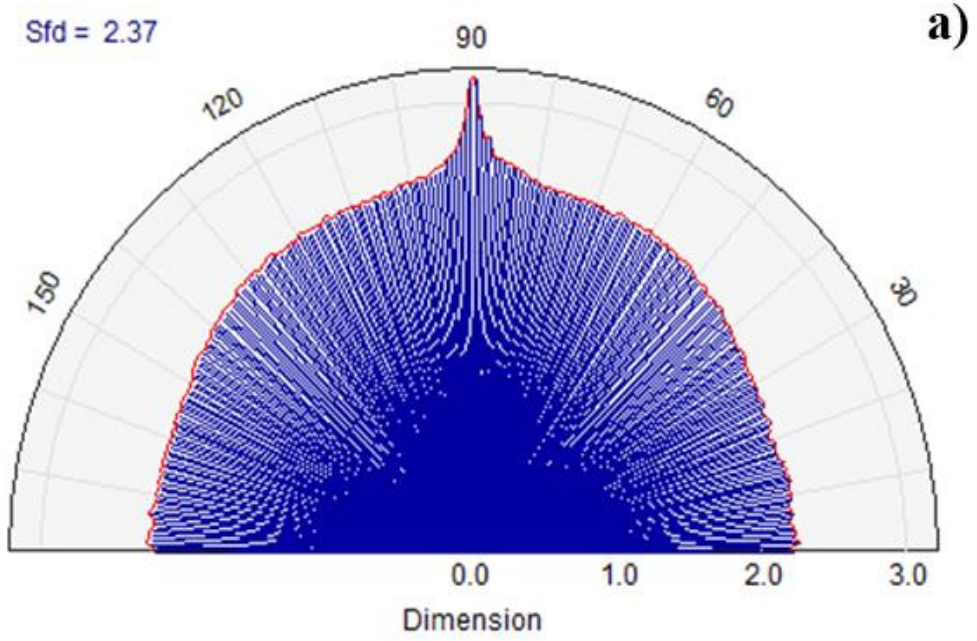
EK-7. VN4-1-Si isimli Numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



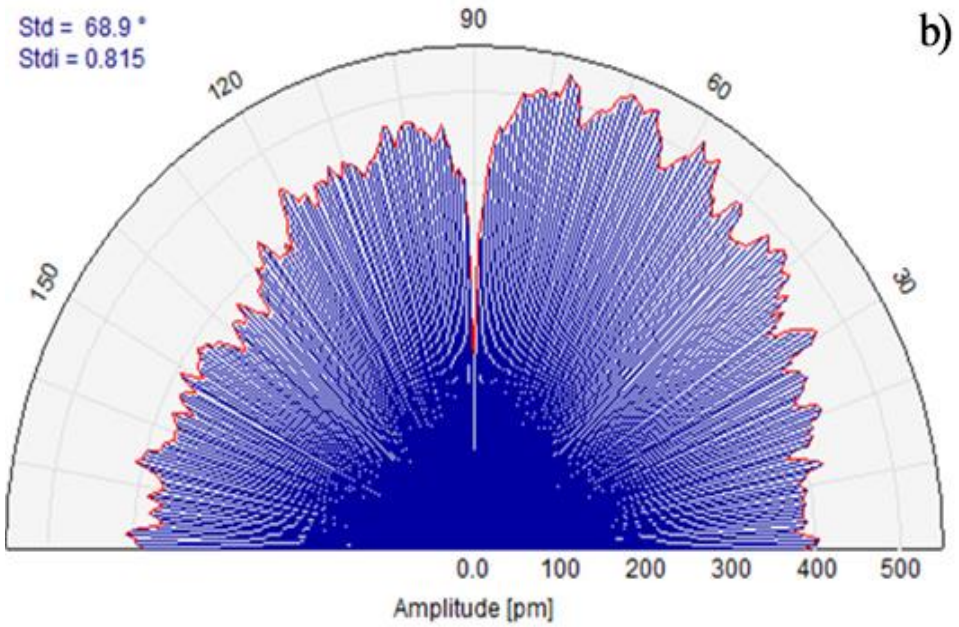
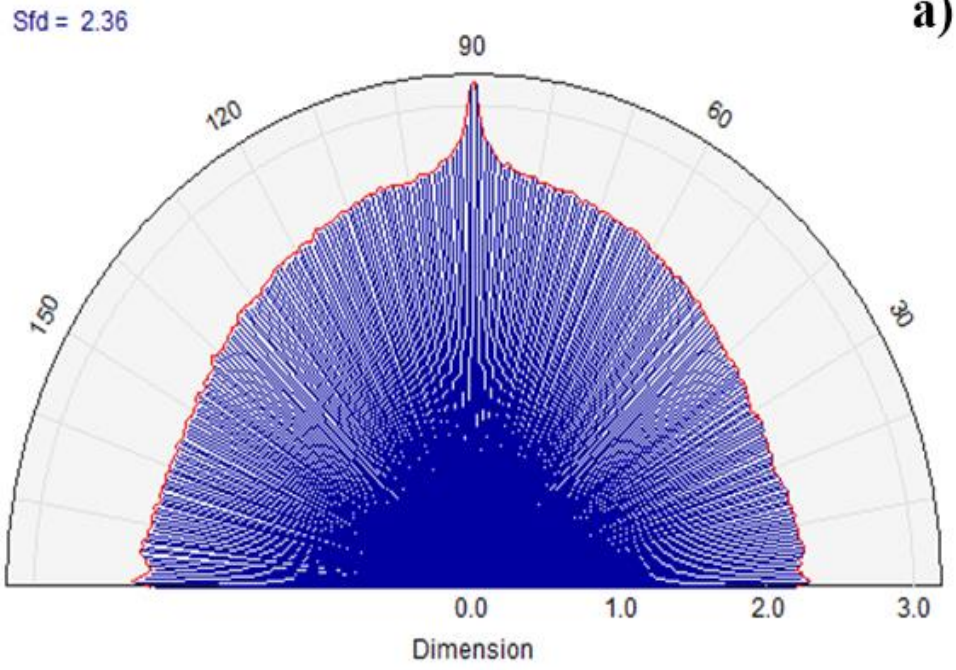
EK-8. VN4-2-Si isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



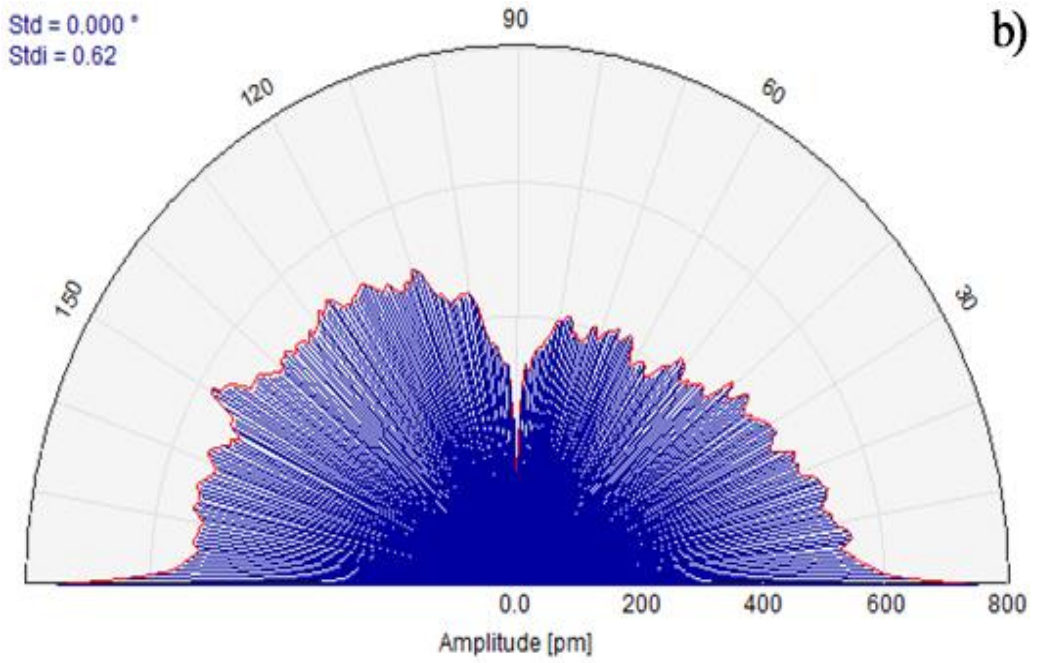
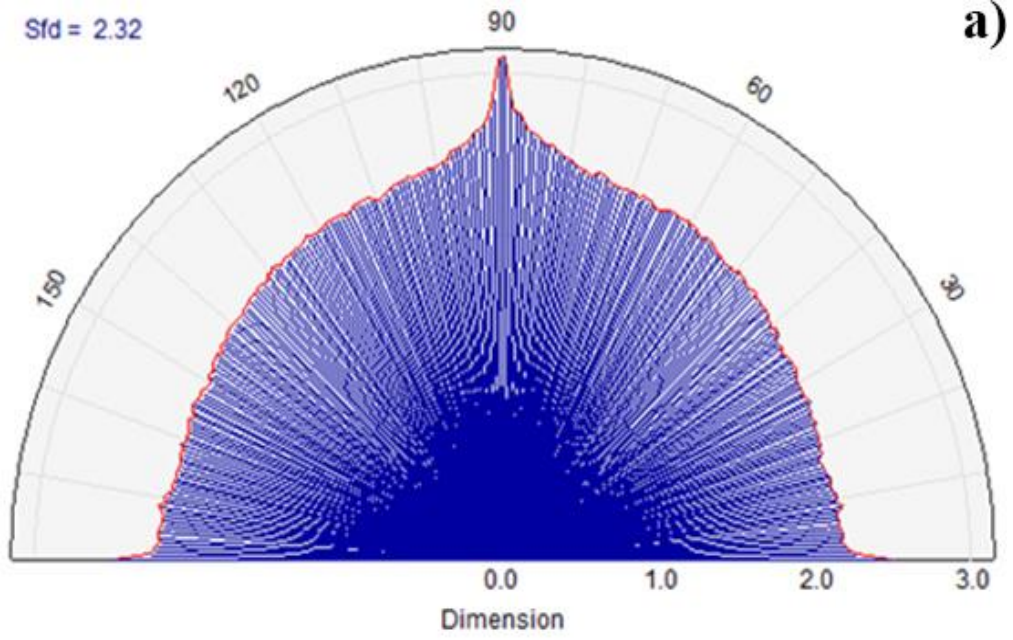
EK-9. VN4-3-Si isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



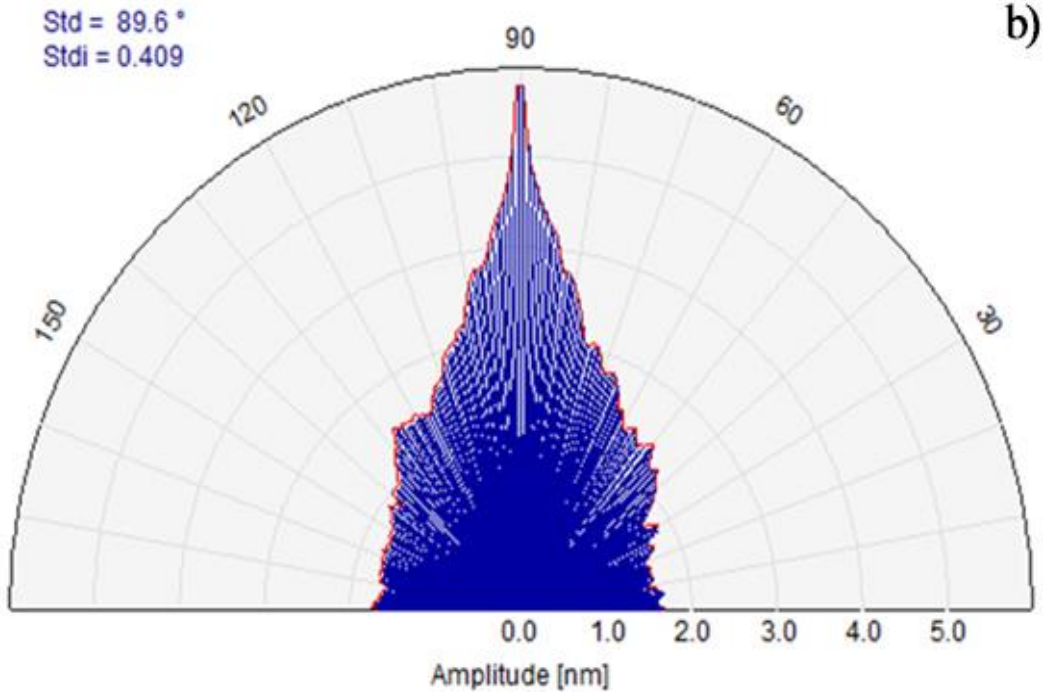
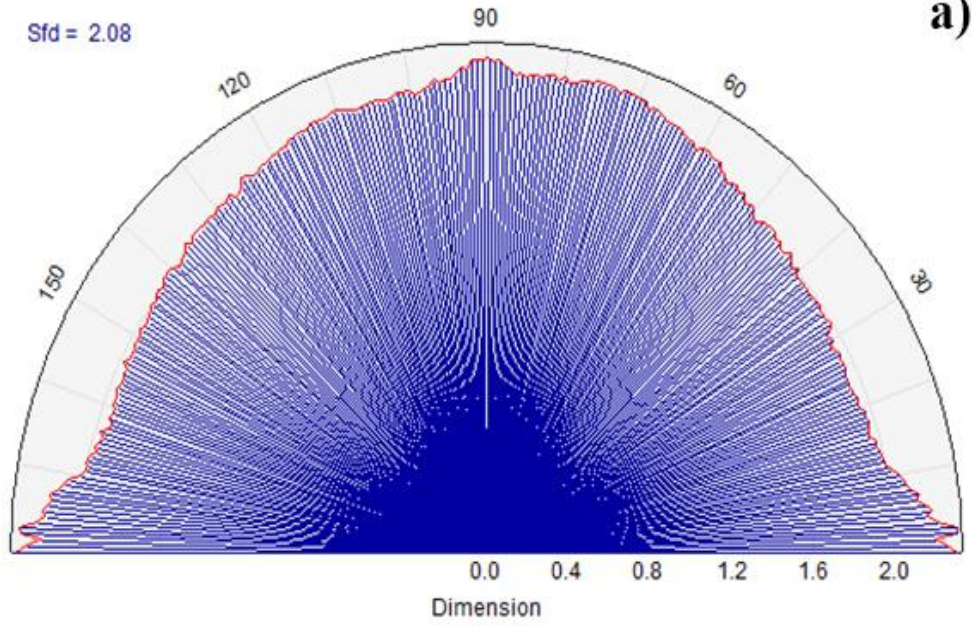
EK-10. VN4-4-Si isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



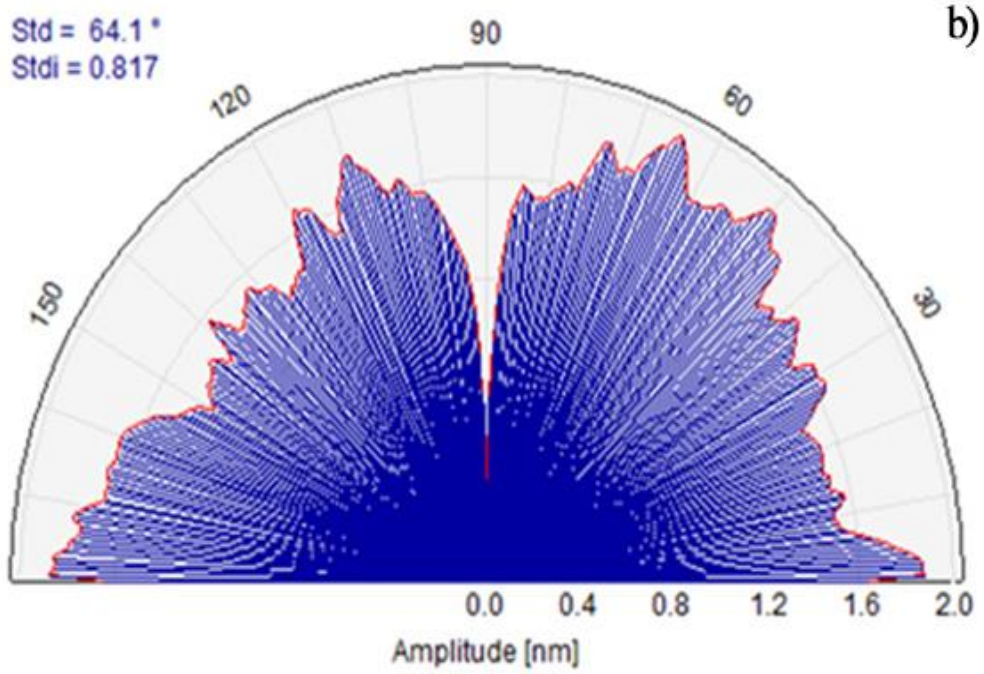
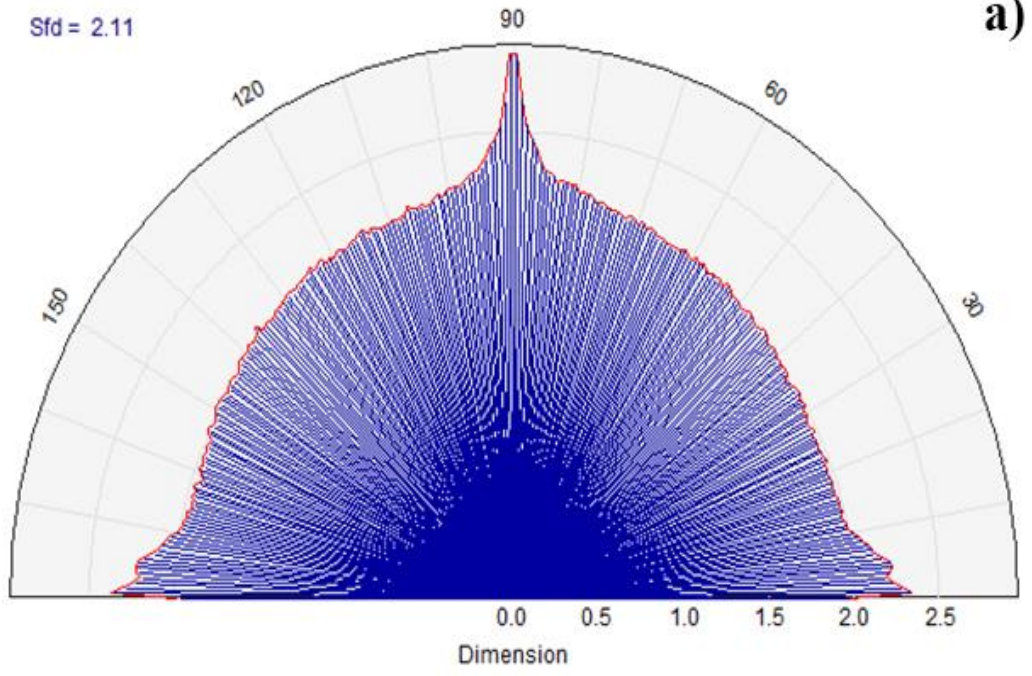
EK-11. VN4-5-Si isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



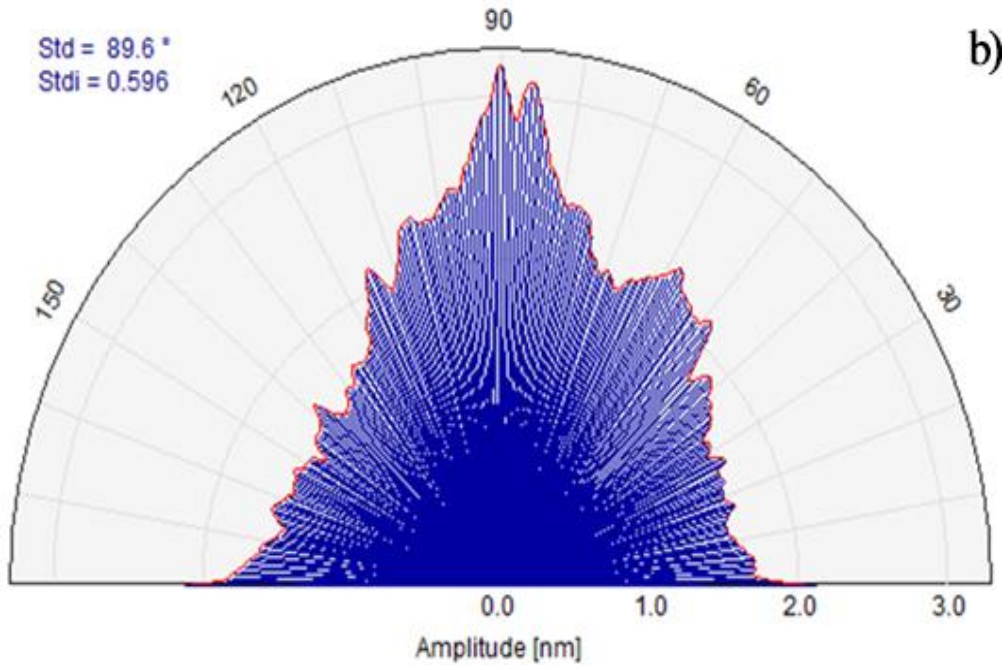
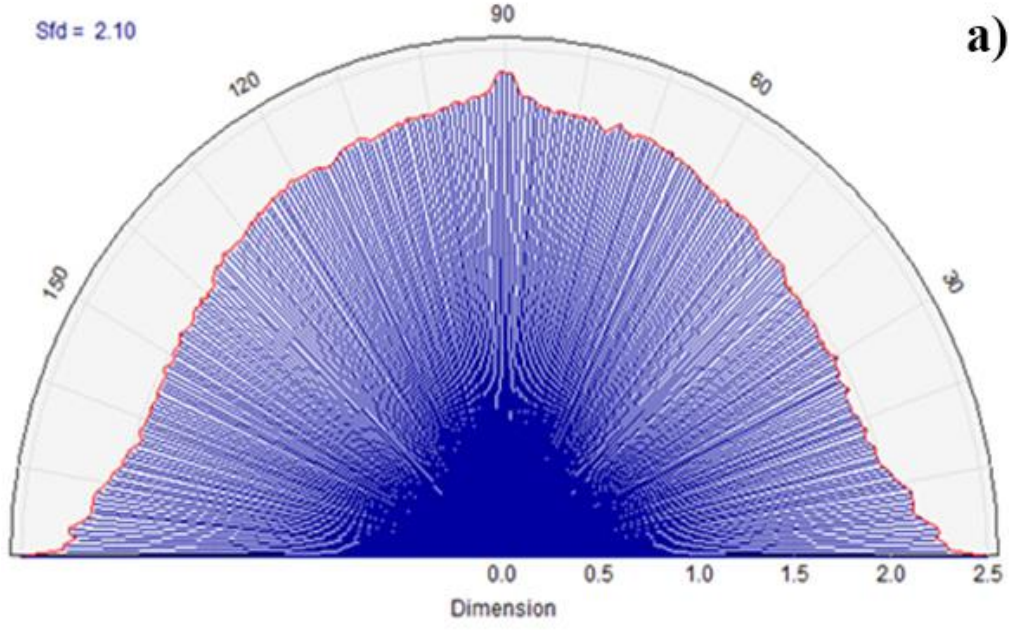
EK-12. VN4-SiN-1 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



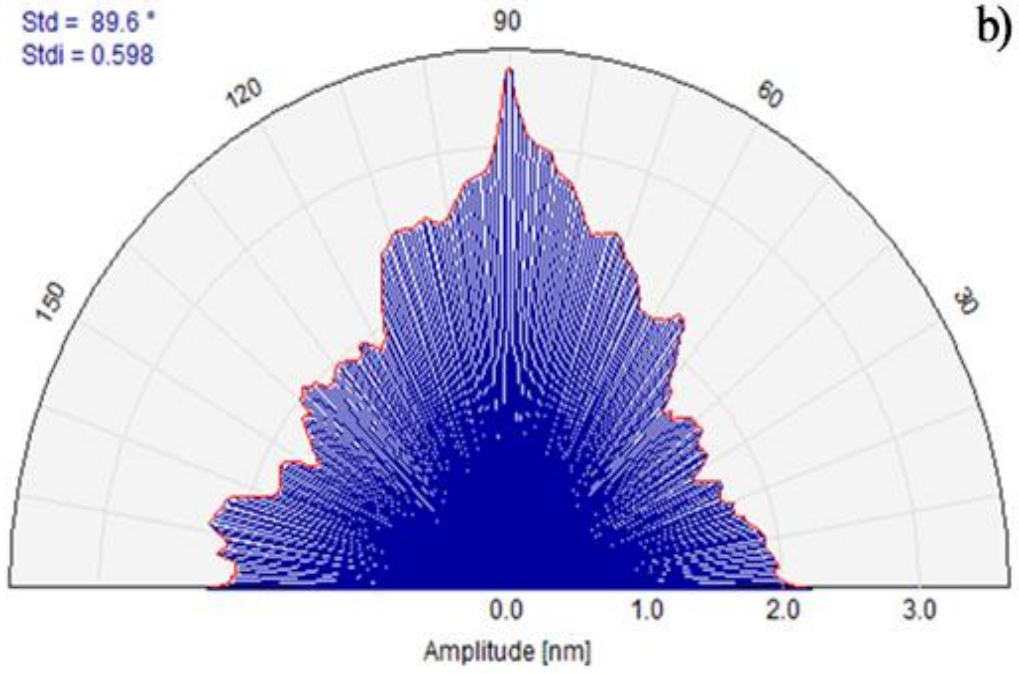
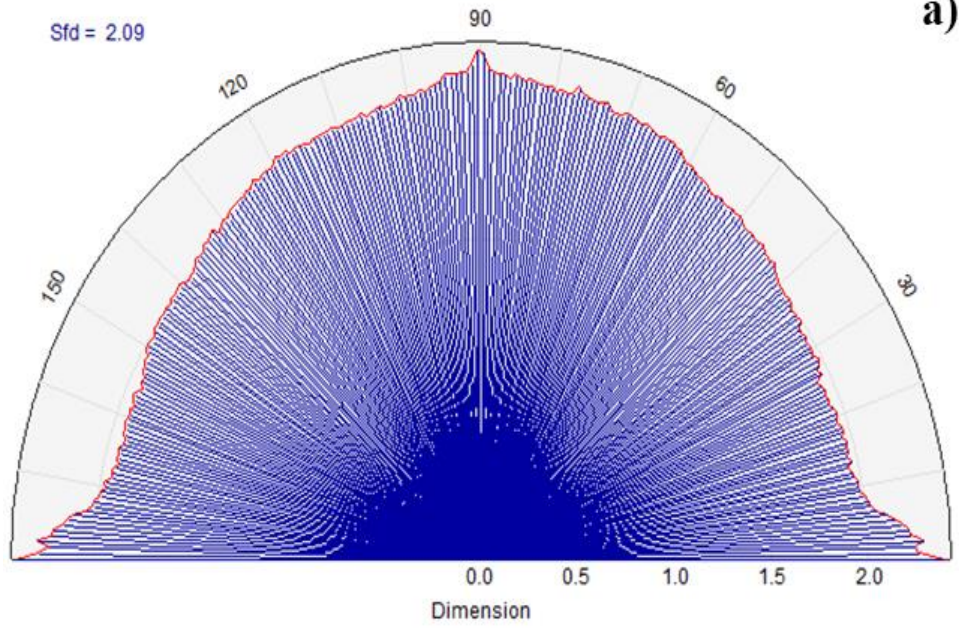
EK-13. VN4-SiN-2 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



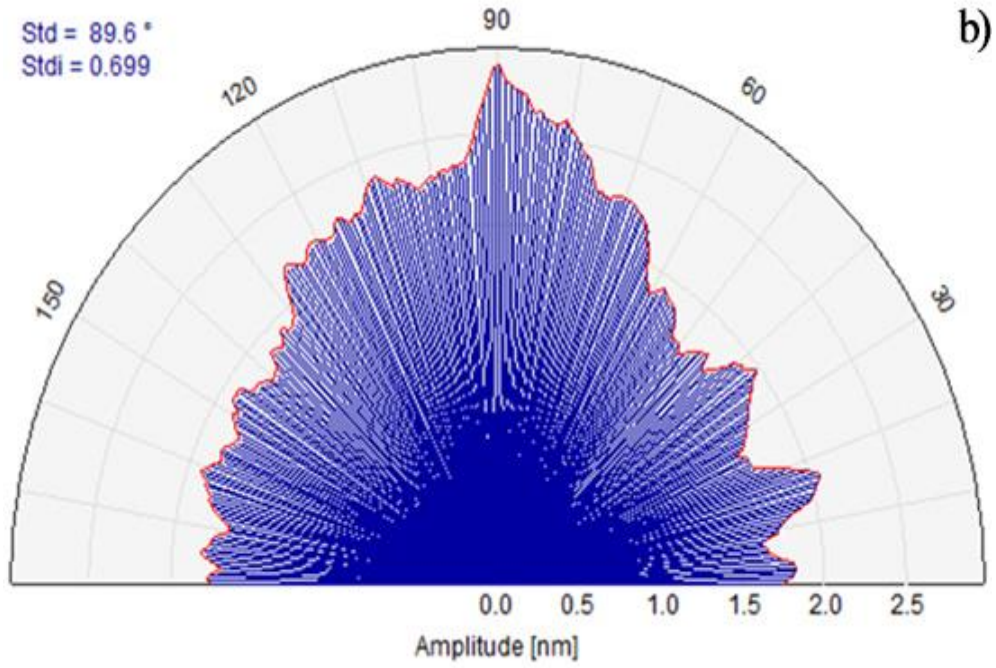
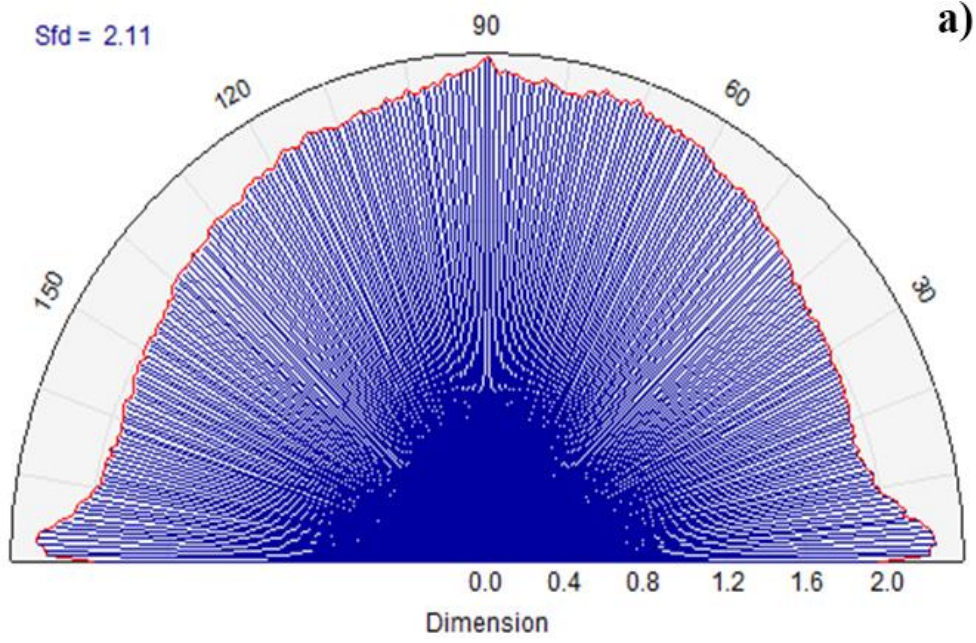
EK-14. VN4-SiN-3 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Sdi (alt ekseninde genlik).



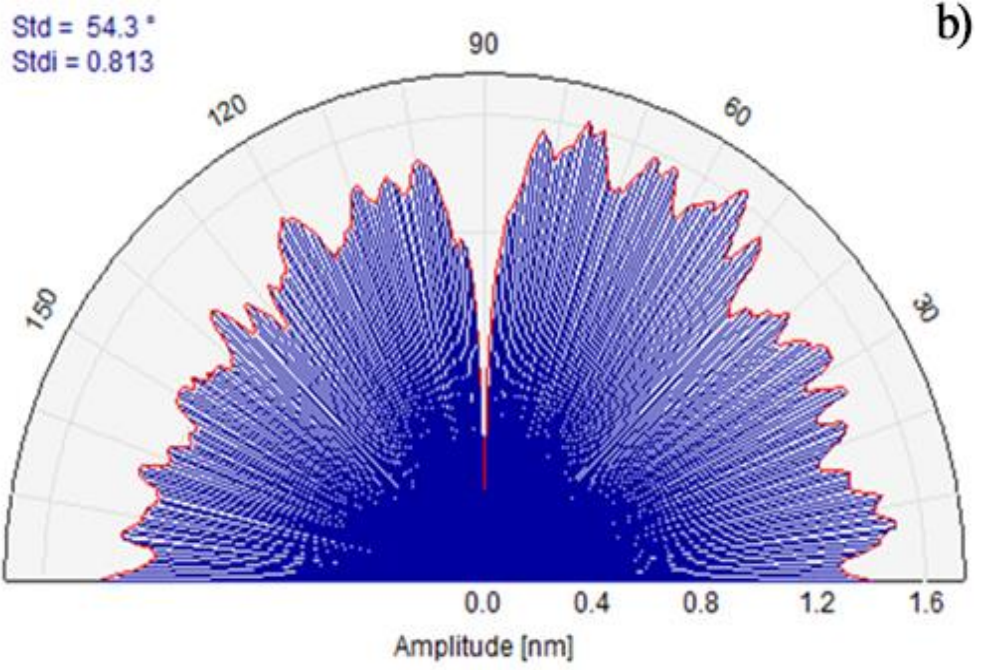
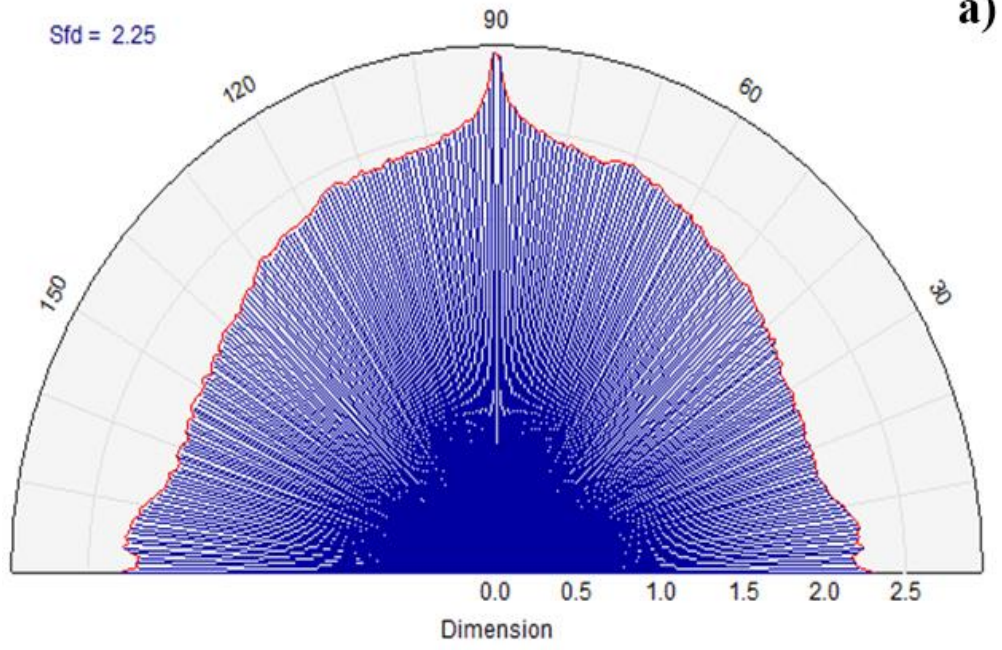
EK-15. VN4-SiN-4 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



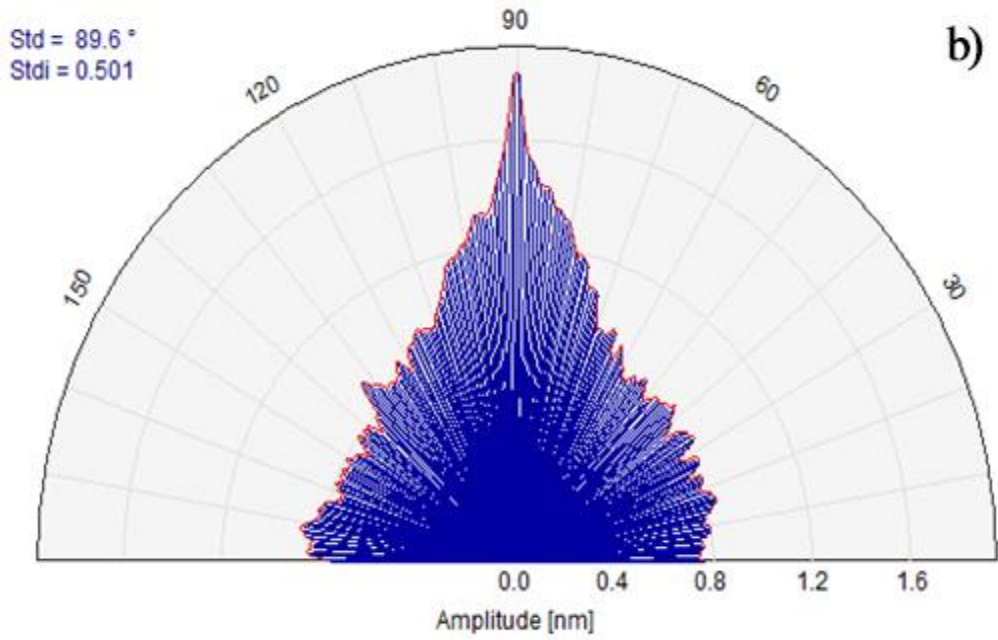
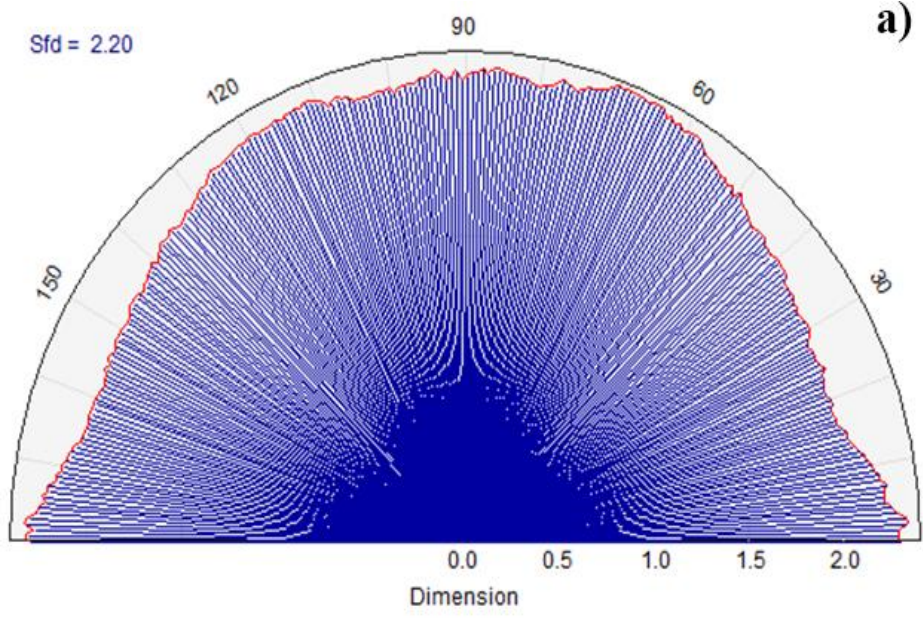
EK-16. VN4-SiN-5 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



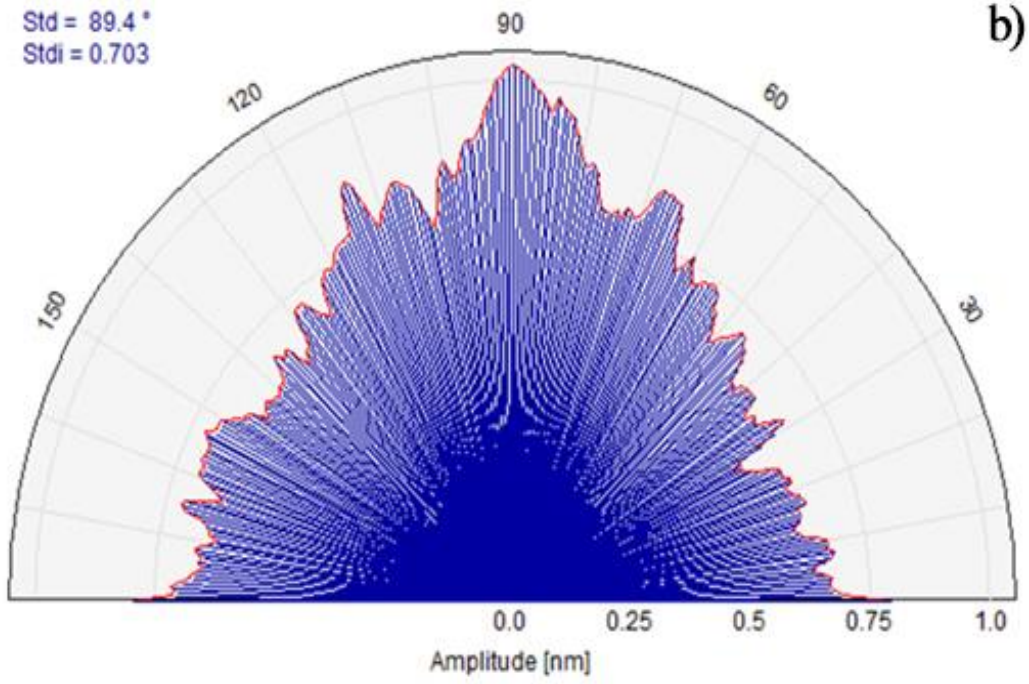
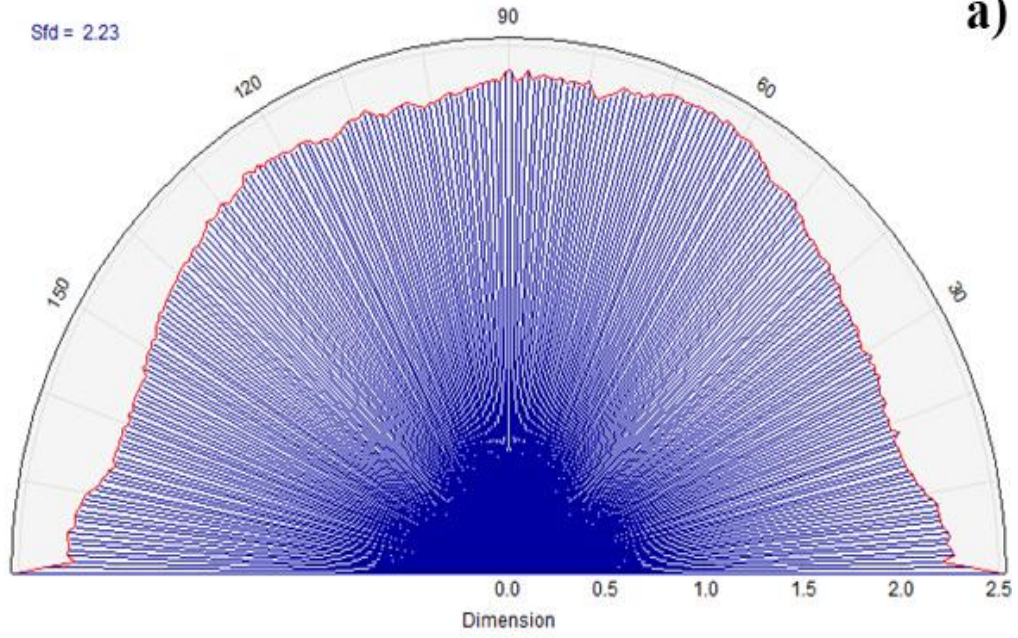
EK-17. VN4-11-Si2.000 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut),
b) Stdi (alt ekseninde genlik).



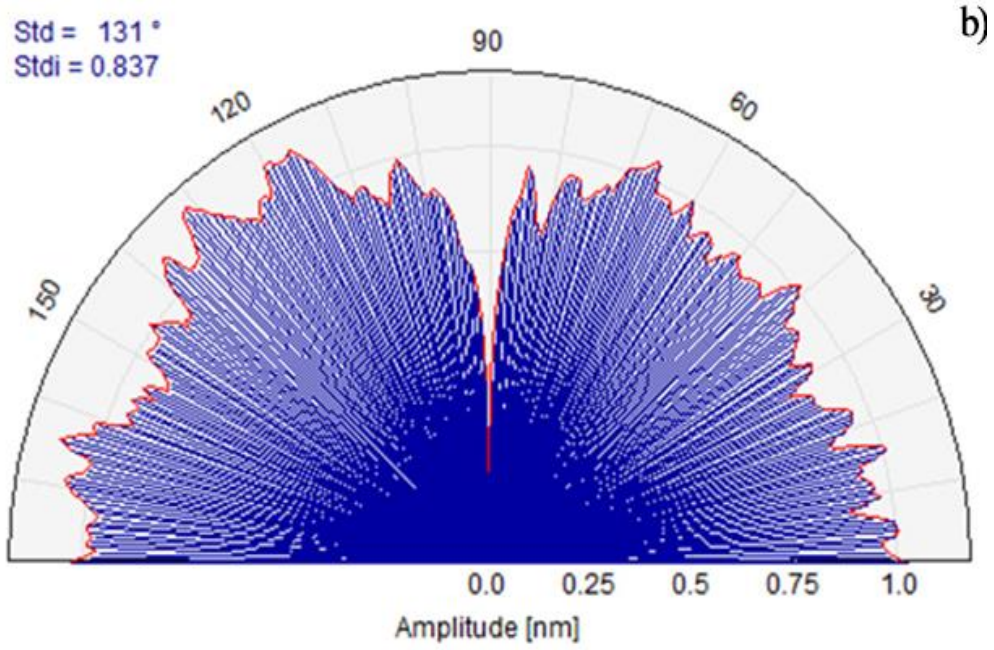
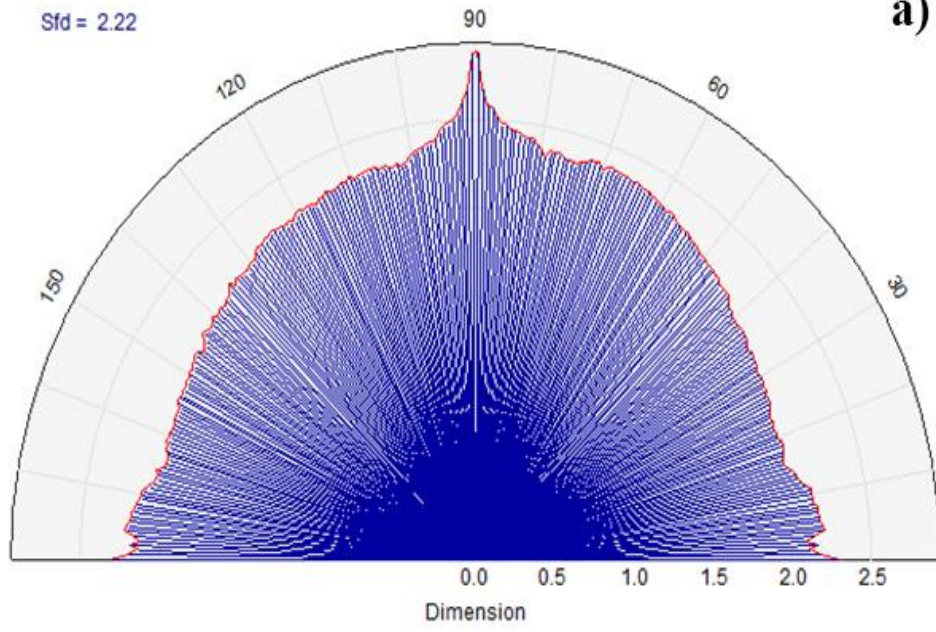
EK-18. VN4-12-Si2.000 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt eksende boyut), b) Stdi (alt eksende genlik).



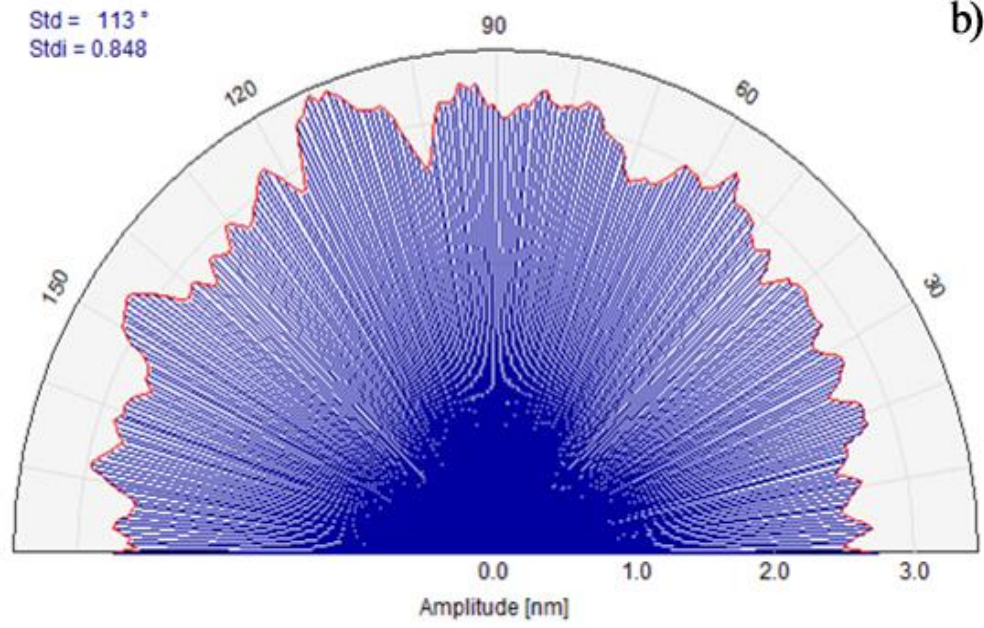
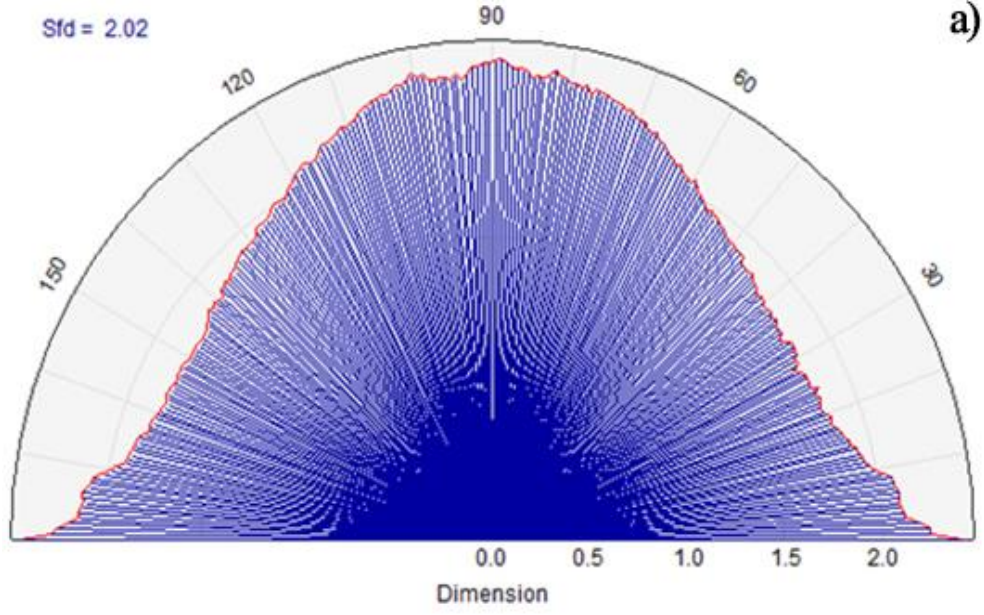
EK-19. VN4-14-Si2.000 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



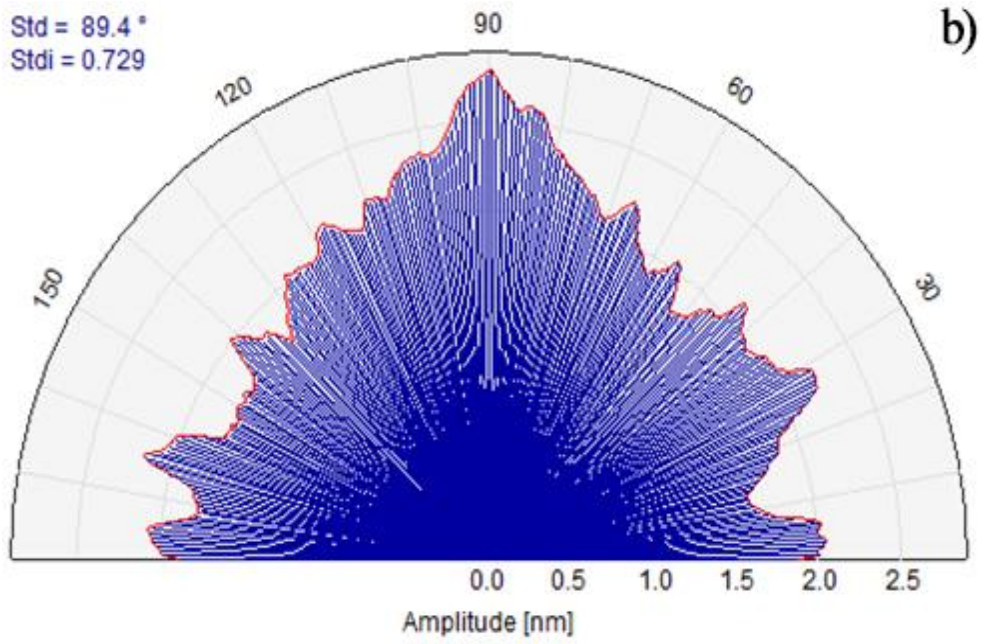
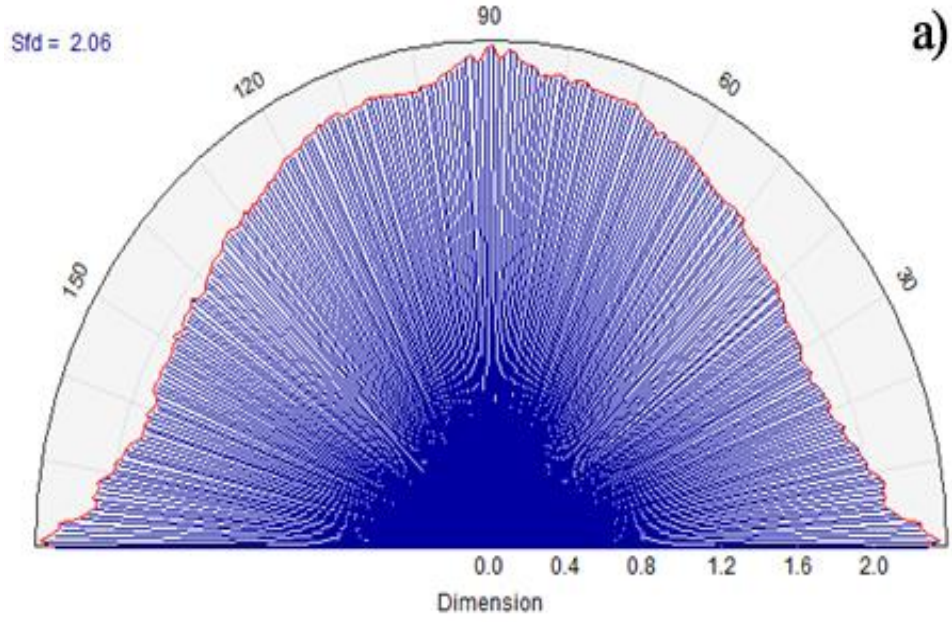
EK-20. VN4-15-Si2.000 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut),
b) Stdi (alt ekseninde genlik).



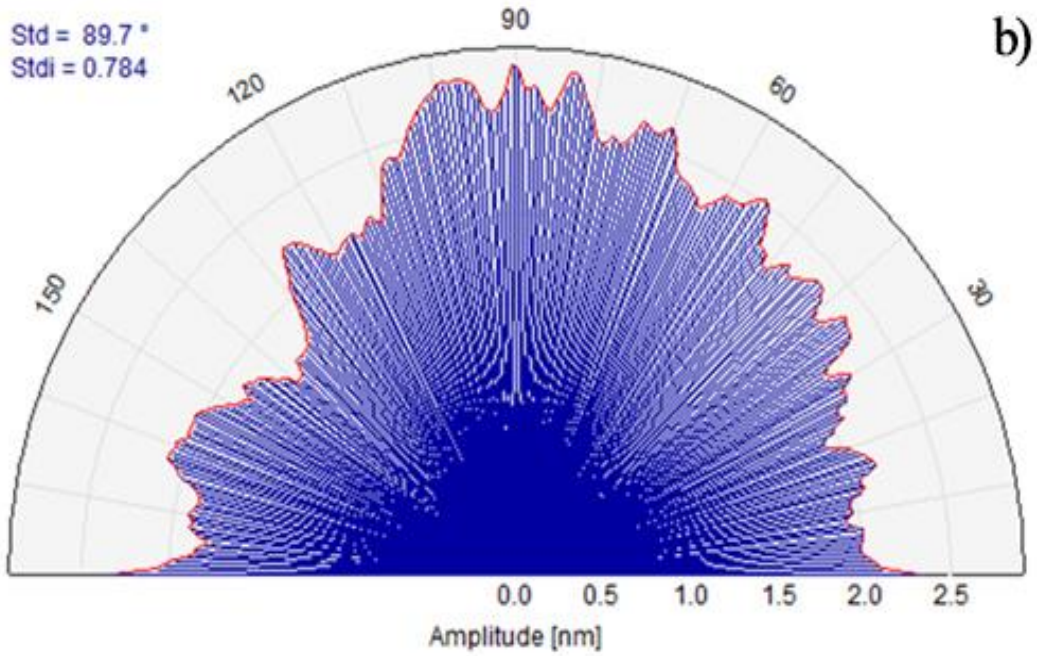
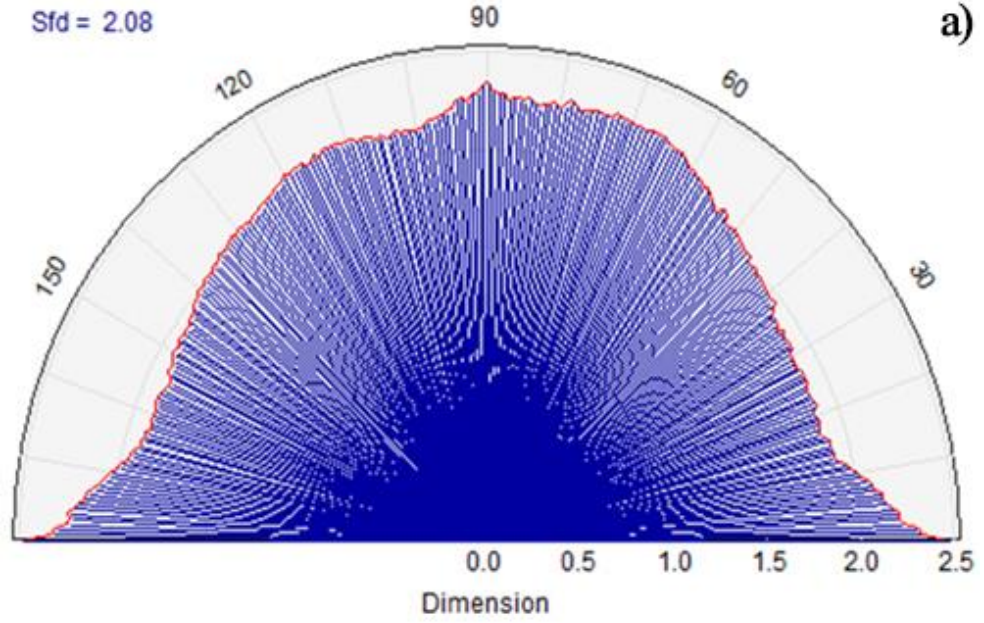
EK-21. VN4-11-Sin4.000 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



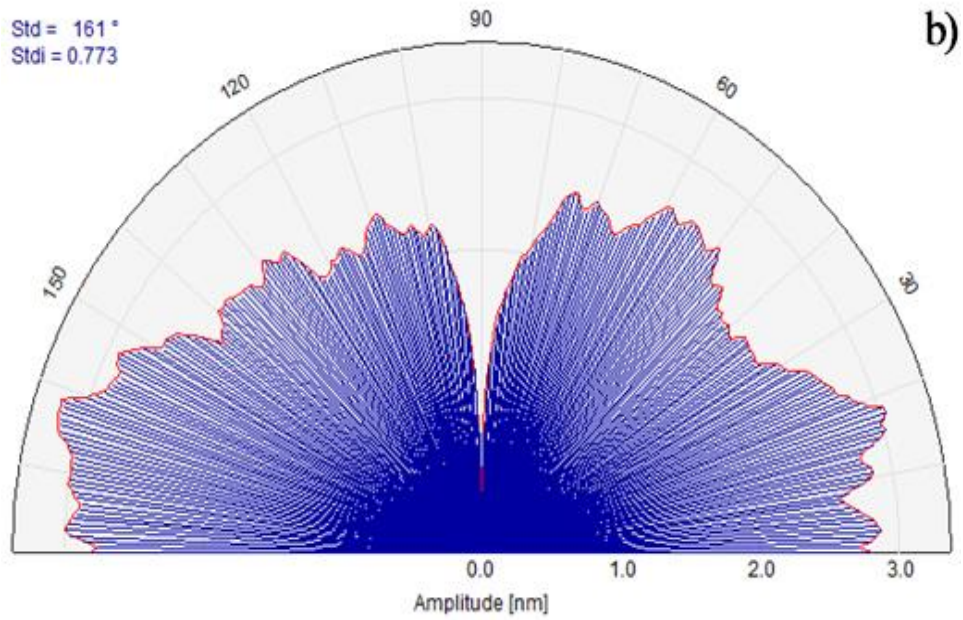
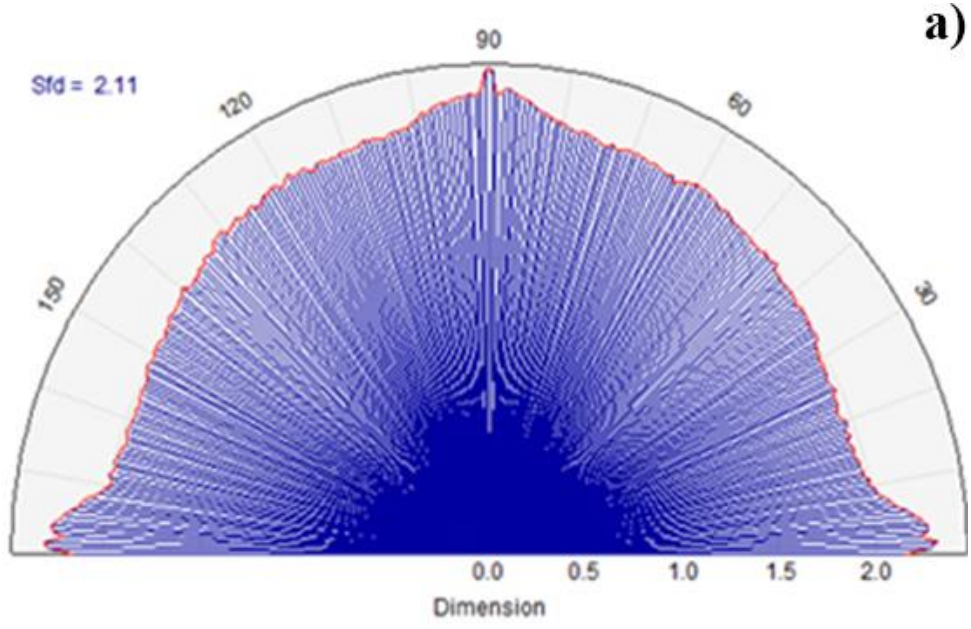
EK-22. VN4-12-Sin4.000 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



EK-23. VN4-13-Sin4.000 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



EK-24. VN4-14-Sin4.000 isimli numunenin SPIP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).



EK-25. VN4-15-Sin4.000 isimli numunenin SPiP görüntüleri: a) Sfd (alt ekseninde boyut), b) Stdi (alt ekseninde genlik).

