

## Ü. Özlem AKKAYA ARIER<sup>\*</sup>

Mimar Sinan Güzel Sanatlar Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Beşiktaş-İSTANBUL

Geliş/Received: 21.02.2006 Kabul/Accepted: 23.01.2007

#### ABSTRACT

That the electric and optic parameters of glass coated with ITO containing an additive are affected according to the parameters has been observed using the reactive dc magnetron sputtering technique in this study. For different values of process parameters like the flow of argon gas, the flow of oxygen gas, power, transition speed and transmission number, optic transmission and the electrical conductivity values shown by transparent conductor glass coated with ITO are seen to be changing in the opposite direction to each other as expected. The increase in conductivity causes the decrease in transmission. The values of process parameters that provide an optimum level for these two parameters have been searched. In experiments, the values determined in advance for the flow of argon gas, transition speed and transition number have been used and only the flow of oxygen gas and power parameters have been changed. At the end of the change in these two parameters, % 78 and 65 ohm per square values for transmission and conductivity of glass have been got as the optimal values.

Keywords: Transmission, electric conductivity, sputtering, transparent conductor, process parameters. PACS number/numarasi: 42.82.-m, 73.61.Jc, 73.61.-r, 81.15.Cd.

## SAYDAM İLETKEN KAPLAMALARIN OPTİK VE ELEKTRİK PARAMETRELERİNİN ÜRETİM PARAMETRELERİNE BAĞIMLILIĞI

### ÖZET

Bu çalışmada, reaktif dc magnetron sıçratma tekniği kullanılarak katkılı ITO (İndium kalay oksit) ile kaplanan camın elektrik ve optik parametrelerinin, üretim parametrelerine bağlı etkilenişi incelenmiştir. Argon gazı debisi, oksijen gazı debisi, güç, geçiş hızı ve geçiş sayısı gibi üretim parametrelerinin değişik değerleri için, ITO kaplı (saydam iletken) camın gösterdiği optik geçirgenlik ve elektriksel iletkenlik değerlerinin, beklenildiği gibi birbirine göre ters yönde değiştiği gözlenmektedir. İletkenliğin artması, geçirgenliğin azalmasına neden olmaktadır. Bu iki parametre için optimum bir düzey sağlayan üretim parametrelerinin değerlerinin değerleri kullanılmıştır. Deneylerde argon gazı debisi, geçiş hızı ve geçiş sayısı için önceden belirlenen değerler kullanılmış, oksijen gazı debisi ve güç parametrelerinin değiştirilmesiyle yetinilmiştir. Bu iki parametredeki değiştiği sonunda camın geçirgenliği ve iletkenliği için % 78 ve 65 ohm/kare değerleri, optimal değerler olarak elde edilmiştir.

Anahtar Sözcükler: Geçirgenlik, elektrik iletkenlik, sıçratma, saydam iletken, üretim parametreleri.

## 1. GİRİŞ

Kaplama işlemiyle cam, estetik (renk, parlaklık), konfor, yüzey dayanıklılığı gibi bir çok nitelik kazanır, enerji tasarrufu temin eder. Bir camın, spektrumun görünür bölgesinde optik geçirgen ve

<sup>\*</sup> e-mail/e-ileti: oarier@msu.edu.tr, tel: (212) 236 69 36 / 119

#### Relation of the Optical and Electrical Parameters ...

elektrik açıdan iletken olabilmesi için saydam iletken bir madde ile kaplanması gerekir. Saydam iletken maddeler, geniş band aralıklı, n-tipi yarıiletken oksitlerdir. Indium kalay oksit (ITO) iyi iletken, görünür bölge içinde yüksek optik geçirgen bir malzemedir. ITO kaplama yapıldığı altlığa çok iyi yapışması gibi özelliklerinden dolayı elektronik ve mekanik uygulamalarda yaygın olarak kullanılan bir saydam iletkendir [1]. Diğer saydam iletken oksitler, kaplama kolaylığı, maliyet, kırmızı-altı (IR) yansıması, optik geçirgenlik ve minumum yüzey direnciyle ITO'ya alternatif olarak endüstride kullanılmaktadır [2]. Sunulan bu makalede, Şişe Cam Araştırma Merkezi İnce Film Labaratuarında reaktif dc magnetron sıçratma tekniği kullanılarak, katkılı ITO ile kaplanan camın, optik ve elektrik özelliklerinin optimize değerleri ile kaplama tekniğinde kullanılan üretim parametreleri arasındaki bağımlılık incelenmektedir. Üretim parametrelerinden argon gazı debisi, geçiş hızı ve geçiş sayısının sabit kalması koşuluyla, oksijen gazı debisini değiştirip gücü sabit tutarak ya da gücü değiştirip oksijen gazı debisinin sabit tutulmasıyla geçirgenlik, direnç ve kalınlık değerlerinin nasıl değiştiği üzerinde durulmaktadır. Bu çalışma yüksek lisans tez çalışması olarak sunulmuştur [3].

### 2. KAPLAMALI CAMLAR

Cam yüzeyi üzerinde, değişik kaplama teknikleri yardımıyla belirli sayıda malzemeden, belirli sırada ve kalınlıkta homojen katmanlar oluşturulması sonucu kaplamalı cam elde edilir. Kaplama işlemi ile camın optik, elektrik ve mekaniksel nitelikleri değişmektedir. Kaplanmamış camın geçirgenlik, yansıtma, renk, iletkenlik gibi optik ve elektrik parametrelerine, söz konusu ince katmanları oluşturmada kullanılan malzemeye ve bunların katman kalınlıklarına bağlı olarak istenilen değerler verilebilir.

## 2.1. Optik Geçirgenlik

Kaplama ile camın optik parametrelerinin değişmesi, kaplamanın ara yüzlerinde oluşan geçme ve yansıma olaylarına bağlıdır. Işık bir yüzeye geldiğinde bir bölümü, en üst katmanın havaya komşu olan yüzünden yansır. Arta kalan bölümü ise ortama girer ve bu katmandan, bir sonraki katmana komşu olan yüzüne doğru ilerler. Bunun bir bölümü yol boyunca absorplanır. Bu süreç söz konusu ara yüzde ve sonrakilerde yinelenecektir. Bu ara yüzlerden yansıyarak geri dönen ışık bileşenleri, üst katmanlarda yansıyan bileşenlerle girişerek (belli faz farkları yaparak) birleşirler ve kaplamalı camın yansıtmasını (R) oluştururlar. İleri yöndeki bileşenler de, yine girişerek camın kaplı olmayan yüzeyinden havaya çıkarlar ve camın geçirgenliğini (T) oluştururlar (Şekil-1).



Şekil 1. (a), katmanın 1 nolu yüzüne gelen; (b), 2 nolu yüzüne gelen ışık için ölçülebilir geçirme ve yansıtma oranları

Geçen ışık dalgaları arasında ve yansıyan ışık dalgaları arasında faz farkları bulunmaktadır. Bir yüzden yansıyan ışık bileşeni ile bir sonraki yüzden yansıyıp geri dönen ve ilki ile girişen ışık bileşeni arasındaki faz farkı, optik yolun dalgaboyuna oranı kadardır.

Bu değer girişimin sönüme yol açıp açmayacağını belirler. Oranın buçuklu değer alması, sönüme yol açar. Spektrofotometre ile kaplamalı, kaplamasız camların geçirgenlik ve yansıtma değerleri ölçülmektedir. Geçirgenlik ve yansıtma değerlerinden yola çıkılarak camların optik özellikleri ve performansları hesaplanabilmektedir. Bu çalışmada spektrofotometrik ölçümler, bilgisayar kontrollü çift ışınlı, çift monokromatörlü PE Lambda 900 marka spektrofotometre cihazı ile yapılmıştır. Bu cihaz spektrumun mor ötesi (UV), görünür bölge, yakın IR bölgelerde 185-3200 nm dalgaboyu aralığında % ışık geçirgenliği, % kaplama tarafı yansımaları, % cam tarafı yansımaları ve % absorpsiyon ölçüm değerlerinin belirlenmesinde kullanılmaktadır. Geçirgenlik ya da yansıtma değeri belirlenecek cam spektrofotometrenin giriş kısmına yerleştirilir ve bilgisayar ekranından geçirgenlik ve yansıtma değerleri okunur. Bir camın, ışık ve ısı ışınımları üzerindeki genel etkisi söz konusu spektroskopik ölçüm değerlerinin ağırlıklı ortalamasıyla standardize edilmiştir. Bu ortalamalar, ışık için söz konusu ortalamalarda (Tvis, Rvis) kullanılan ağırlık katsayıları, insan gözü duyarlılığına göre belirlenmiş, 380 ile 780 nm arasındaki dalgaboylarında geçirgenlik değerleri değişen, 550 nm'de en yüksek değerini alan duyarlık fonksiyonundan alınır. Belirli dalga boyu aralığında ölçülen geçirgenlik ve yansıtma değerleri ile ISO 9050, EN 410 (Avrupa normu) standartlarının belirlediği katsayılar yardımıyla, bir yüzevin belirli dalgaboyu aralığındaki ortalama ışık geçirgenliği ve yansıtma değerleri hesaplanabilmektedir. Standartlar tarafından belirlenen katsayılar, güneş ışığının yeryüzüne geliş açısı, havanın kütlesi ve saçılmalar hesaba katılarak belli dalgaboyu aralığındaki değerler için hesaplanmıştır. CIE (International Commission on Illumination), aydınlatma ile igili uluslararası bir komisyon olup, ışık veren herşey ile ilgili olarak bir standart belirlerler. CIE tarafından belirlenen çeşitli standartlardan D<sub>65</sub>, güneş ışığına yakın bir sıcaklıktaki aydınlatma ya da iluminant değeri olup 6500 K sıcaklıkta bir cismin verdiği aydınlatmayı ifade etmektedir. Bu çalışmada yapılan hesaplamalarda kullanılan katsayılar,  $D_{65}$  aydınlatmasına göre alınmıştır. Aydınlanmanın bağıl spektral dağılımı  $D_{\lambda_2}$  insan gözünün spektral duyarlılığı V( $\lambda$ ), 380 ile 780 nm arasındaki görünür bölge dalgaboyu aralığı Δλ, camın görünür bölge geçirgenliği T, görünür bölge yansıtma değeri R olmak üzere camın, görünür bölgedeki ortalama geçirgenlik ve yansıtma (Tvis, Rvis) değerleri (1) ifadeleri kullanılarak hesaplanmaktadır [4, 5].

ISO 9050, EN 410 standartları tarafından belirlenmiş Çizelgelerden alınan D<sub>λ</sub>V(λ)Δλ çarpım değerleri, 380 ile 780 nm arasındaki görünür bölge içindeki tüm dalgaboylarında aynı değildir, uçlara doğru gidildiğinde sıfıra yaklaşmaktadır (Şekil-2). Söz konusu eğri, insan gözünün ışığa duyarlılığını yansıtmaktadır. İnsan gözü, görünür bölgede, 380 ile 780 nm'lik bir dalgaboyu aralığında duyarlıdır ve en duyarlı olduğu dalgaboyu değeri ise 550 nm dir.

Isı için söz konusu ortalamalarda (Ts, Rs) kullanılan ağırlık katsayıları için birden fazla fonksiyon tanımlanmıştır. Atmosferik koşullara bağlı çeşitlilik gösteren 300 ile 2500 nm dalgaboyu aralığındaki solar bölgede (güneş enerjisi aralığı), geçirgenlik ve yansıtma değerleri için iki tane ISO 9050 ile bir EN 410 standartı Çizelgeler bulunmaktadır [4, 5].

Solar radyasyonun spektral dağılımı  $S_{\lambda}$ , solar bölge dalgaboyu aralığı  $\Delta\lambda$ , solar bölge geçirgenliği T, solar bölge yansıtma değeri R olmak üzere, camın solar bölgenin ortalama geçirgenlik ve yansıtma değerleri (Ts, Rs) (2) denklemiyle ifade edilmektedir.

$$T_{s} = \frac{\sum_{\lambda=300}^{2500} S_{\lambda} T(\lambda) \Delta \lambda}{\sum_{\lambda=300}^{2500} S_{\lambda} \Delta \lambda} \qquad \qquad R_{s} = \frac{\sum_{\lambda=300}^{2500} S_{\lambda} R(\lambda) \Delta \lambda}{\sum_{\lambda=300}^{2500} S_{\lambda} \Delta \lambda}$$
(2)



Şekil 2.  $D_{\lambda}V(\lambda)\Delta\lambda$  çarpım değerlerinin dalgaboyuna bağlı değişimi

#### 2.2. Elektrik İletkenlik

Kaplanmamış cam iletken değildir, uygun malzemeler yardımıyla cam üzerinde iletken bir ya da birkaç katman oluşturulabilir. Bu katmanlar ince olduğu için söz konusu iletkenlik bir yüzey iletkenliğidir. Bu çalışmada elektrik iletkenliğini belirlemek için direnç ölçümü yapılmakta olup bunun için dört nokta probu kullanılmaktadır. Dört nokta probu, herhangi bir yarıiletken maddenin direncinin ölçümünde, bir hacim ya da ince kaplamanın direncini belirlemek için kullanılan bir aparattır. Dört nokta probu, eşit uzaklıkta dört tungsten metal uç, test altındaki malzeme ile kontak kurmak için yapılan proplar ve bunların yeraldığı sonlu bir alandan oluşur. Her bir uç ölçüm sırasında, örnek malzeme üzerinde oluşabilecek tahribatları azaltmak için yaylarla desteklenir. Tipik prop aralığı yaklaşık olarak bir milimetredir [6]. Akım kaynağı, dıştaki iki prop içinden geçecek akımı temin eder. İdeal olarak herhangi bir akım kaçağı olmadan, akım dış proplar arasından akar ve potansiyel farkı içteki iki prop arasından ölçülür. Dört nokta probu ile ölçüm metodu, direnç değerlerini belirlemek için kolay ve elverişli bir aletse de metodun doğruluğu, numunenin şekline ve boyutuna bağlıdır [6, 7]. Yüzey direnci, doğru akım alanının (volt/metre) yüzey akımına (amper/metre) oranıdır ve birimi ohm per square dir. "Ohms Per Square" terimi bir metalin yüzey direncini tanımlamada kullanılır ve bir maddenin herhangi bir kare alanının yüzey özgül direncinin birimidir. Bu terim, bir birim kareden geçen elektronların yerdeğiştirmeye karşı direnmelerinin bir ölçüsüdür. Bu ölçüler basit bir madde parametresi olarak düşünülmüş olup belirlenen alana, uzunluğa ya da kalınlığa bağlı değildir.

## 2.3. Kaplama Etkisi

Türkiye Şişe Cam İşletmelerine ait Trakya Cam Fabrikalarında üretilen, 8 mm kalınlığındaki Float (Tr-Clear) cam olarak adlandırılan kaplanmamış float cam üzerine toplam kalınlığı yaklaşık 80 nm tutan, kalay, nikel-krom, gümüş, kalay olarak sıralanan katmanların kaplanmasıyla oluşturulan, yine bir şişe cam ürünü olan low-e camın 300 ile 2100 nm arasındaki dalgaboylarındaki geçirgenlik ve yansıtma değerleri Çizelge-1 de verilmiş olup, Şekil-3 ve 4 de karşılaştırılmalı olarak gösterilmiştir. Bu karşılaştırma ile cam üzerine yapılan kaplamanın etkisi ortaya konmaktadır. Grafiklerden görüldüğü gibi, kaplamalı camın % geçirgenliği kırmızı-altı bölgede büyük ölçüde azalmaktadır. Böylece ısıya karşı camın geçirgenliği düşürülmüş olmaktadır. Isı geçirgenliğinde sağlanan bu düşüş, görünür bölge ışık geçirgenliği de 8 birimlik bir düşüşe yolaçmaktadır. Ancak bu geçirgenlik kabul edilebilir bir değerdir.

## Ü. Ö. Akkaya Arıer

		T <sub>float</sub>	T <sub>low-e</sub>	R <sub>float</sub>	R <sub>low-e</sub>
Görüni	ür Bölge	87,65	80,98	8,67	5,84
Solar Bölge	ISO 9050 Çizelge-2	76,68	57,65	7,73	23,11
	ISO 9050 Çizelge-3	77,73	61,47	7,73	19,98
	EN 410	77,52	60,51	7,79	20,30

Çizelge 1. 8 mm kalınlığındaki Float (Tr-Clear) cam ile kaplamalı Low-e cama ait görünür ve solar bölge % ortalama geçirgenlik ve yansıtma değerleri



Şekil 3. Float ile low-e camın geçirgenliğinin dalgaboyu ile değişimleri



Şekil 4. Float ile low-e camın yansıtmasının dalgaboyu ile değişimleri

# 3. KAPLAMA TEKNİĞİ

Cam yüzeylerini kaplamak için kullanılan yöntemler; kimyasal buhar kaplama (CVD), fiziksel buhar kaplama (PVD), termal buharlaşma, reaktif termal buharlaşma, sol-jel, sprey piroliz, reaktif dc magnetron sıçratma şeklinde sıralanabilir. Bu çalışmada reaktif dc magnetron sıçratma tekniği kullanılarak, katkılı ITO (katkı maddesi açıklanmamıştır) malzeme cam üzerine kaplanmıştır. Sıçratma sistemi içinde, hedef (target) maddenin parçacıklarının ortamdaki gaz iyonlarıyla bombardıman edilmesi sonucu hedef yüzeyden parçacıkların atılmasıyla, taşıyıcı altlık (cam) üzerinde ince bir katman oluşturulması işlemine sıçratma tekniğiyle kaplama denir (Şekil-5).

## Relation of the Optical and Electrical Parameters ...

Hedef maddenin yüzeyine gelen iyon, madde içinde atomik ve elektronik etkileşimlere uğrar ve bunun sonucu hedef maddeden altlığa parçacık geçişi olur. Sıçratma işlemi, sistem içinde bombardıman edilen gaz iyonlarının hedefdeki parçacıklar ile çarpışma yaparak momentum transfer etmesi sonucu oluşan mekanik bir işlemdir. Sıçratma sistemi, hedef (katot) ve bir altlık tablasından (anot) oluşmaktadır. Sıçratma sistemi kendi kendini besleyen bir sistemdir. Gönderilen her iyona karşılık en az 10 elektron saçılır. Bu elektronlar anoda doğru ilerlerken gazın iyonlaşmasına neden olur. Böylece yeni iyonlar hedefteki katkılı ITO ya doğru ilerlerler.



Şekil 5. Sıçratma (sputtering) sistemi

Reaktif dc magnetron sıçratma tekniğinde, sisteme argon ve oksijen gazı ilave edilerek kaplama yapılmaktadır. Eğer bir yüzey enerji yüklü parçacıklarla bombardıman edilirse yüzeyde nötr atomların saçılması, yüklü atomların ve serbest elektronların firlatılması gibi olaylar gerçekleşir.

## 4. SAYDAM İLETKEN ITO

Saydam iletken malzemeler, elektrik iletken ve optik geçirgen yapıya sahiptirler. Aluminyum çinko oksit, indium kalay oksit, kalay oksit gibi metal oksitler düşük elektrik direncine, metalik iletkenliğe yakın bir iletkenliğe, 400 ile 700 nm arası görünür bölgede yüksek optik geçirgenliğe sahip variiletkenlerdir. Genelde iletkenler savdam değildir, savdamlar da iletken değildir. Enerji skalasında, fotonların absorplanabileceği düşük enerji aralığına sahip olan maddelere iletken, enerji aralığı geniş olan, fotonların absorplanmadan geçtiği maddelere ise saydam denir. Saydam iletkenlerde iletkenlik ve geçirgenlik, katkılama yapıldığında yerine geçen vericilerle ya da mevcut girişler sayesinde dejenere olan, geniş band aralıklı (>3 eV) yarıiletken oksitlerin seçimiyle sağlanmaktadır. Teknolojide önemli bir yere sahip olan saydam iletkenlerin tipik uygulamaları; anti-reflect kaplamalar, saydam elektrotlar, görüntü sensörleri, foto diodlar, foto transistörler, laserler, güneş pilleri, LCD ve elektrokromikler şeklinde sıralanabilir. Katkılama, malzeme yapımında ve farklı iletkenlik bölgelerine sahip yarıiletkenler oluşturmada önemlidir. Yariiletkenlere, eşit sayıda iletim elektronu ve boşluk (hole) içeren saf yariiletken katılarak bant yapılarının ve dirençlerinin değiştirilmesi işlemine katkılama denir. Çok küçük bir miktarda katkı, bir yarıiletkenin iletkenliğini büyük ölçüde değiştirebilir. İndium kalay oksit (ITO), indium oksitin kalayla katkılandırılması sonucu oluşur. ITO, n-tipi, geniş band aralıklı, kırılgan, pahalı, az zehirli ve saydam iletkenler içinde oldukça iletken, dejenere bir yarıiletken oksittir. ITO'nun elektrik iletkenliği, indium oksit örgüsü içindeki indiuma kalay katkılanmasına bağlıdır, katkılama ile indium oksitin iletkenliği büyük ölçüde iyileştirilir [8]. İndiumun örgü yapısı üzerinde, kalayla indiumun yerdeğiştirmesi sonucu serbest elektronlar oluşur. İndium oksitle kalay katkılandığında kalay, normalde yasak olan iletim bandının hemen altında enerji düzeyleri oluşturur. Bu düzeylere verici düzeyler, iyonlaşmış durumdayken iletkenlik bandına bir elektron veren kalava verici atom, katkılama sonucu olusan ITO'va ise n-tipi variiletken adı verilir. ITO içinde elektrik iletkenliği sağlayan yük taşıyıcıları genelde iki mekanizma sonucu oluşmaktadır.

Bunlardan birincisi, oksijen boşluklarının taşıyıcı olarak iki elektron oluşturması, diğeri ise kalay atomunun indium'un yerine geçmesiyle ekstra bir elektron daha oluşturmasıdır.

## Ü. Ö. Akkaya Arıer

İndium oksite kalay katkılandığında indium oksit (3)'ün kübik yapısından olayı In<sup>+3</sup> iyonlarının yerdeğiştirdiği kalay, oksijenle bağ yapar, SnO ya da SnO<sub>2</sub> oluşur [7,9]. Kalay sırasıyla +2 ya da +4 valans elektronuna sahiptir, değerliği ITO'nun (In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Sn) iletkenliği üzerinde doğrudan etkilidir. İletkenliği azaltan, tuzak gibi davranan bir boşluk yaratıldığı için düşük valans değeri, taşıyıcı konsantrasyonda net bir azalma meydana getirir. Diğer taraftan SnO2 seviyesinin üstünlüğü, iletkenlik bandına elektron veren n-tipi verici gibi davranmasındandır, bu durumda kalayın dört, indiumun üç tane valans elektronu vardır. Kristal örgüsü bozulmadan, kalayın dört elektronundan üçü, kovalent bağlanma yaparak dengeyi sağlarlar, artan bir elektron boşta kalır. Aynı şekilde kalayın çekirdek yükü, indiumdan bir fazla olduğu için, çekirdekte de fazladan bir yük artmış olacaktır. Kristal örgü içinde bağlanma sırasında bir elektronu artan kalaya, bağlı olan Sn+4 iyonudur. Bu valans elektronuna hidrojen türü bir iyon gibi bakılıp bağlanma enerjisi hesaplandığında bu değerin çok küçük olduğu anlaşılmaktadır [10]. Bu durumda dördüncü elektron, kalay atomuna çok zayıf bağlıdır. Oda sıcaklığında bir katı içindeki atomların ısısal titreşim hareketi, bu enerjiden daha büyük bir enerjiye sahip olduğundan zayıf bağlı elektron kolayca serbest duruma geçerek katı içinde hareket edebilmektedir [11]. Böylece katkı atomlarından birer elektron katının iletkenlik bandına geçer. Bir n-tipi yarıiletkende iletkenlik, saf kristalin elektron yapısına uymayan katkı bandına cıkan fazla elektronların bir vericiden diğerine atlamasıyla sağlanmaktadır. ITO'nun özgül direnci, hedef içindeki kalay miktarına bağlıdır. Düşük dirençli ITO elde etmeyi denerken, kalay katkılaması kontrollü olarak yapılmalıdır. Kalay, indiumun yerine geçtiğinde bir iletkenlik elektronu serbest kalır, aynı zamanda kirlilik saçılma merkezlerinin oluşmasına neden olur [9]. Bu durum taşıyıcılığın azalmasından dolayı direnç artışına neden olur. Kristal içindeki düzensizlikler (kusurlar) ve yığıntılardan dolayı saçılmalar oluşur [12]. ITO içindeki oksijen boşlukları (oksijenin bulunmadığı durumlar) ile kalayın, indiumun kristal yapısı içindeki ara bir bölgede sıkışıp kalması, kristal içinde düzensizlik yarattığından saçılmalara neden olur.

#### 5. DENEYSEL ÇALIŞMA

Bu çalışma, katkılı ITO hedef kullanılarak sürdürülmekte olan deneysel çalışmaların ön çalışması olarak yapılmış, toplam 62 değişik kaplama içeren deneylerle ilgili sonuçları içermektedir. Deneylerde geçiş hızı, geçiş miktarı, argon debisi, oksijen debisi ve güç parametrelerinden ilk üçü sabit tutulmuştur. Tüm deneyler, argon debisi 30 sccm'de, taşıyıcı geçiş hızı 0,2 m/dak da sabit tutularak, dört gecis sonucunda elde edilmistir. Standart akısı ifade eden sccm (standart cubic centimeters per minute) birimi, 0 °C de, atmosferik basınçda, dakika başına, 1 cm3 hacmindeki gaz akışına eşittir. Ölçülerde güç, 0.5 kW dan 1 kW ta kadar 0,1 kW lık artışlarla artırılmış, bazı örnekler için 1 kW dan büyük güçler de kullanılmıştır. Deneylerde, oksijen debisinin 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, ile 2,5 sccm değerlerinin herbiri için güç, 0.5 kW dan başlayarak 1 kW a kadar 0,1 kW lık artışla değerler seçilerek toplam 25 deney yapılması planlanmış, daha sonra bazı oksijen debilerinde, daha yüksek güç değerleri için de deney yapılarak, deney sayısı 45 e ulaştırılmıştır. Elde edilen kaplamaların tüme yakınının yüzey dirençleri için deneyin ilk ölçümünden yaklaşık 100 saat sonra bir kez daha ölçüm yapılmıştır. Kaplamalı camın geçirgenlik ölçümü, 380 ile 780 nm arası görünür bölge içinde 10 nm lik artışlarla izlenmiştir. Kaplama kalınlığının ölçümünde, Tencor Alpha Step 500 marka, bilgisayar kontrollü yüzey profil cihazı kullanılmaktadır. Bu cihaz değişik uygulamalara yönelik olarak, yüzey pürüzlülüğünü, yüzeydeki dalgalanmaları ve kaplamalı ile kaplamasız yüzeyler arasındaki adım yüksekliğinin belirlenmesinde kullanılabilir. Sistem, ana cihaz, monitor, klavye ve bilgisayar olmak üzere 4 birimden oluşur. Sistemin çalışma prensibi, iğne şeklindeki probun yüzey üzerinde yatay hareket etmesi ve yüzeyin mekanik olarak izlenmesine dayanmaktadır. Probun yatay ve aşağı yukarı hareketleri optik olarak izlenerek bilgisayarda değerlendirilmekte, grafik ve nümerik sonuclar elde edilebilmektedir. Yüzevi alkolle temizlenmiş cama, kaplama yapılmadan önce keçeli kalemle bir çizik atılır, kaplama yapıldıktan sonra bu çizik silinir ve bilgisayar yardımıyla, oluşan derinliğin ölçülmesiyle kalınlık belirlenir.

#### Relation of the Optical and Electrical Parameters ...

Üretim parametrelerinin kalınlık, geçirgenlik ve dirençle olan ilişkisi belirlendikten sonra geçirgenlik ve direnç değerlerinin kalınlığa nasıl bağlı oldukları incelenmiştir.

Kalınlığın, güç ve oksijen debisine göre değişimi Çizelge-2 ile verilmiş olup, kalınlığın, oksijen debisiyle değişimini gösteren grafik Şekil-6a'da, kalınlığın güçle değişimini gösteren grafik ise Şekil-6b ile verilmiştir. Geçirgenliğin, oksijen debisi ve güce göre değişimi Çizelge-3 ile verilmiş olup, oksijen debisi sabitken, geçirgenliğin güç ile değişimini gösteren grafik Şekil-7a'da, güç sabitken, geçirgenliğin oksijen debisi ile değişimini gösteren grafik ise Şekil-7b'de verilmiştir. Çizelge-2 ve 3 de verilen değerler birlikte düşünülerek belirli güç ve oksijen debisi değerleri için kalınlığın geçirgenlikle değişimi incelenmiş olup, güç sabitken geçirgenliğin kalınlıkla değişimini gösteren grafik Şekil-8a'da, oksijen debisi sabitken geçirgenliğin kalınlıkla değişimini gösteren grafik ise Şekil-8b'de verilmiştir. Yüzey direncinin, oksijen debisi ve güce göre değişimi Çizelge-4 ile verilmiş olup, güç sabitken direncin oksijen debisi ile değişimini gösteren grafik Şekil-9a'da, oksijen debisi sabitken direncin güç ile değişimini gösteren grafik ise Şekil-9b'de verilmiştir. Yüzey dirençlerinin 100 saat sonraki değerlerinin, güç ve oksijenle değişimi Çizelge-5 ile verilmiş olup, benzer şekilde bunlara ait garfikler ise Şekil-10a ve b'de verilmiştir. Çizelge-2 ve 4'de verilen değerler birlikte düşünülerek belirli güç ve oksijen debisi değerleri için kalınlığın dirençle değişimi incelenmiş olup, oksijen debisi ile kalınlığın değişimini gösterir grafik Şekil-11a'da, güç sabit tutulduğunda kalınlık ile yüzey direncinin değişimini gösterir grafik ise Şekil-11b ile verilmiştir.

Ka	lınlık	Güç (k	xW)												
d	(Å)	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8
	0.5	1140	1363	1530	1768	1999	2170	2430							
(1	1	1084	1300	1530	1748	1979	2143	2330	2580	2717	2979	3224			
scen	1.5	1036	1262	1500	1691	1927	2140	2391	2560	2740	2920	3169			
ien (	2	1000	1181	1426	1653	1872	2100	2334	2504	2650	2894	3140	3304	3525	3736
Oksi	2.5	1000	1175	1419	1590	1891	2047	2250							

Çizelge 2. Kalınlığın, güç ve oksijen debisine göre değişimi



Şekil 6a. Güç sabitken, kaplama kalınlığının oksijen debisi ile değişimi



Şekil 6b. Oksijen debisi sabitken, kaplama kalınlığının güç ile değişimi

Т	ric	Guç (I	Juç (Kw)													
1 115		0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8	
m)	0.5	79.16	78.41	71.39	64.47	61.38	61.66	60.78								
SCCI	1	82.43	84.17	79.04	70.41	67.54	68.33	69.91	71.54	69.96	66.44	57.75				
en (	1.5	82.43	86.19	82.53	75.65	71.27	71.67	73.91	77.77	75.34	71.37	64.23				
csij(	2	81.88	87.39	85.35	78.09	73.67	74.02	77.96	81.79	82.18	76.37	72.75	71.55	71.47	73.81	
Ō	2.5	81.03	87.37	86.46	79.5	73.64	74.14	78.44								

Çizelge 3. Geçirgenliğin, oksijen debisi ve güce göre değişimi



Şekil 7a. Oksijen debisi sabitken, geçirgenliğin güç ile değişimi



Şekil 7b. Güç sabitken, geçirgenliğin oksijen debisi ile değişimi



Şekil 8a. Güç sabitken, geçirgenliğin kalınlıkla değişimi



1 1 01 01	1 1 1 1 1 1 1		1 111 1 2
VIII YN I WCIIAN	dobici cohitizon	appropriation 1/20	linlizio dogicimi
$\mathbf{K}$ <b>II OD. U K S II C I</b>	UCDISE SADDIKET	<b>YEUHYEHHYHI K</b> A	

r	)	Güç (	(kW)												
(ohm	/kare)	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8
sijen (sccm)	0.5	235	210	191	178	166	158	211							
	1	137	112	91	95	88	84	85.2	79.1	76.3	73.7	89			
	1.5	135	108	92	82	77	74	70.7	65	64.5	64.5	67.3			
	2	200	205	123	109	108	104	95	92	85	67.5	67	67.6	60	63
Ok	2.5	290	220	187	156	109	135	143							

Çizelge 4. Yüz	ey dırençlerinin,	oksijen debisi v	ve güce	göre değışımı
----------------	-------------------	------------------	---------	---------------

Çizelge 5. Yüzey dirençlerinin 100 saat sonraki değerlerinin, güç ve oksijenle değişimi

R	1	Güç (	(kW)												
ohm/kare)		0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8
n (sccm)	0.5	180	194	186	173	166	157	211							
	1	123	105	91,7	92,4	85,3	82,2	85,7	76,3	74,5	71,7	88			
	1.5	123	98,7	85,3	77	72	70	66	62	61	62	65,7			
csije	2	177	190	113	100	100	95,8	90	88	83,5	65	65,5	65,8	0	0
Õ	2.5	230	206	174	151	102	128	135							



Şekil 9a. Güç sabitken, direncin oksijen debisi ile değişimi



Şekil 9b. Oksijen debisi sabitken, direncin güç ile değişimi



Şekil 10a. Güç sabitken, yüzey dirençlerinin 100 saat sonraki değerlerinin oksijenle değişimi



Şekil 10b. Oksijen debisi sabitken, yüzey dirençlerinin 100 saat sonraki değerlerinin güç ile değişimi



Şekil 11a. Oksijen sabitken, direncin kalınlıkla değişimi



Şekil 11b. Güç sabitken, direncin kalınlıkla değişimi

## 6. SONUÇLAR

Kalınlık, önemli bir kaplama parametresidir. Kaplama işleminde kullanılan üretim parametrelerinin değişimi, kalınlıkta değişikliğe neden olur. Kalınlık, oksijen miktarı sabitken, güç ile doğru orantılı olarak değişimektedir (Şekil-6b). Güç arttıkça, cam üzerine biriken malzeme de çoğalmakta ve dolayısıyla kalınlık artışı sağlanmaktadır. Güç sabit kaldığında, oksijen miktarındaki değişim, kalınlığı çok etkilememektedir (Şekil-6a). Elektriksel iletkenlik, kaplama kalınlığı ile artar. Bunun nedeni, oldukça ince kaplamaların dış yüzeyleri tarafından yük taşıyıcılarının dağıtılmasıdır. Kalınlık artışı, taşıyıcı konsantrasyonun ve hedef yoğunluğunun artması yüzündendir.

Geçirgenlik, sisteme verilen güç sabitken, oksijen miktarı artırıldığında, belli bir değere kadar artıp, sabit kalmaktadır (Şekil-7b). Oksijen miktarı sabit tutulup güç arttırıldığında ise geçirgenlik, belli bir değere kadar artar, sonra azalır, ardından tekrar artışa geçmektedir (Şekil-7a). Çizelge-2 ve 3 de verilen değerler birlikte düşünülerek belirli güç ve oksijen debisi değerleri için kalınlığın geçirgenlikle değişimi incelenmiştir. Güç sabitken, kalınlık artırıldığında geçirgenlik azalmaktadır (Şekil-8a). Oksijen miktarı sabit tutulduğunda, kalınlık artırılırsa gecirgenlik, önce biraz artar, sonra azalır, ardından tekrar artar, sonra tekrar azalısa gecmektedir (Şekil-8b). Kalınlıkla geçirgenlik arası ilişkiye bakıldığında sönümlü titreşime benzeyen bir dalga hareketi gözlenmektedir. Kalınlık artışına karşılık geçirgenlik bir yerde değişim göstermez, belli bir kalınlığa kadar azalıp sonra artar, sonra tekrardan bir azalma göstermektedir. Bu dalgalanma hareketi geçirgenliği küçültmekle birlikte artma ve azalma bölgeleri oluşturmaktadır. Bu dalgalanma, ince kaplamalı yapıların doğası gereği beklenen bir sonuçtur. Maksimum absorpsivon bulunmamakla birlikte, söz konusu bu dalgalanmanın genliği azalmaktadır. Geçirgenlik değişimi, kaplamanın havaya komşu yüzündeki yansıma ile cama komşu yüzündeki yansımaların üst üste binmesinden kaynaklanan faz farkı nedeniyle gözlenmektedir. Bu iki yüz arasındaki optik yolun iki katının, dalgaboyunun tam ya da buçuklu katlarına eşit olduğu yerler, Şekil-8b deki eğrinin maksimum ve minumum bileşenlerinin olduğu bölgeye düşmektedir.

Yüzey direnci, güç sabitken oksijen miktarı artırıldığında önce azalır, sonra belli bir değerde sabit kalır, ardından tekrar artışa geçer (Şekil-9a). Oksijen sabitken, güç artırılırsa direnç, belli bir değere kadar azalır, sonra tekrardan bir artış gösterir (Şekil-9b). Yüzey dirençlerinin 100 saat sonraki değerleri (Çizelge-5) incelendiğinde, güç sabitken, oksijen miktarı artırıldığında direnç, önce azalır, sonra belli bir değerde sabit kalır, ardından tekrar artışa geçer (Şekil-10a). Oksijen sabitken, güç artırılırsa direnç, belli bir değere kadar azalır, sonra tekrardan bir artış gösterir (Şekil-10a).

Çizelge-2 ve 4'de verilen değerler birlikte düşünülerek belirli güç ve oksijen debisi değerleri için kalınlığın dirençle değişimi incelenmiştir. Güç sabit tutulduğunda, kalınlık artıkça yüzey direnci, önce belirli bir değere kadar azalır, sonra tekrar artışa geçer (Şekil-11b). Oksijen miktarı sabit kaldığında, kalınlık artıkça dirençte belli bir noktaya kadar azalma, sonra çok az bir artış gözlenmektedir (Şekil-11a).

Grafiklerden, geçirgenlik ve yansıtma değerlerinin, kaplama malzemesinin absorpsiyonundan çok optik yol nedeniyle oluşan faz farklarına bağlı olduğu anlaşılmaktadır. Grafiklerden görüldüğü gibi, geçirgenlik değişimi, bir dalgalanma hareketi sergilemektedir. Kalınlık arttıkça, geçirgenliğin kendisi değil, gösterdiği değişimin genliği azalmaktadır. Bu çalışmada amaçlanan kaplamalı camın optik ve elektrik büyüklüklerinin optimumları, bu dalgalanmanın tepe değerlerini veren kalınlıklarda aranmalıdır. Oksijen gazı debisi ve güç parametrelerinin değişimi sonunda camın geçirgenliği ve iletkenliği için % 78 ve 65 ohm/kare değerleri, optimal değerler olarak elde edilmiştir. Geçirgenlik için elde edilen değer yeterli olmakla birlikte, direnç için yeter bir değer sayılan 10 ohm/kare değerinin uzağında kalınmıştır. Geçirgenliğin daha yeterli bir değerini elde etmek için bu çalışmanın, değişik argon gazı debilerinde yinelenmesi gereklidir.

## TEŞEKKÜR

Çalışmanın her aşamasında yardımlarını benden esirgemeyen kıymetli hocam Prof. Dr. Ender Aktulga'ya teşekkürlerimi sunarım. Söz konusu bu çalışmanın deneysel bölümü, Şişe Cam Araştırma Merkezi İnce Film Laboratuvarında (İFL) gerçekleşmiştir. Bu deneylere katılmama, elde edilen verileri kullanmama izin veren merkez yöneticilerine, İFL birim sorumlusu Ateş Parlar'a çok teşekkür ederim.

## KAYNAKLAR

- Kamei M., Enomoto H., Yasui I., "Origin of the crystalline orientation dependence of the [1] electrical properties in tin-doped indium oxide films", Thin Solid Films, 392, 265-268, 2001.
- Lewis B.G., Paine D.C., "Applications and processing of transparent conducting oxide", [2] MRS Bulletin, Ağustos 2000.
- Arıer Ö.Ü., "Saydam İletken Kaplamaların Optik ve Elektrik Parametrelerinin Üretim [3] Parameterelerine Bağımlılığı ", Yüksek lisans tezi, Mimar Sinan Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü, Temmuz 2004.
- [4] International Standard ISO 9050 Glass in bulding-Determination of light transmittance, total solar energy transmittance and ultraviolet transmittance, and related glazing factors.
- [5] European standard EN 410 Glass in bulding-Determination of luminous and solar characteristics of glazing.
- Chan J., ESD Journal-The ESD elektrostatics Magazine.htm, Spring, 1994. [6]
- [7] Bashar S.A., "Study of ITO for novel optoelectronic devices", Ph. D. Thesis, university of London, 1998.
- [8] Deng W., Ohgi T., Nejo H. and Fujita D.,"Characteristics of indium tin oxide films deposited by dc and rf magnetron sputtering", National Research Institute for Metals, 305-0047, Japan, 15 Şubat 2000.
- [9] Meng L., Maçarico A. and Martins R., "Study of annealed indium tin oxide films prepared reactive magnetron sputtering", Pergamon 0042-207X(94)00150-2, by rf Cemop/Uninova, Quinta de Torre, 2825 Monte da Caparica, Portugal, 14 Ekim 1994.
- [10] Prof. Dr. Durlu T.N., "Katıhal Fiziğine Giriş", Ankara Üniversitesi, ISBN-975-556-000-9.
- [11]
- Karaoğlu B., "Katıhal Fiziğine Giriş", Kıttel C. çevirisi, Güven yayınları, 1996. Huang, J.L., Yau, B.S., Chen, C.Y., Lo, W.T., Lii, D.F., "The Electromagnetic shielding effectiveness of indium tin oxide films", Departman of Materials Science and [12] Engineering, National Cheng-Kung University, Ceramics International 27 (2001), 363-365, 2000.

Pdf Source: Sigma