



## Termiyonik Vakum Ark Tekniği ile Üretilen Titanyum İnce Filmlerinin Optik ve Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi

Saliha Elmas<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup> Avrupa Vocational School Medical Imaging Techniques Program, Kocaeli Health and Technology University, Kocaeli, Turkey

<sup>\*</sup>([saliha.elmas@kocaelisaglik.edu.tr](mailto:saliha.elmas@kocaelisaglik.edu.tr)) Başlıca yazarın mail adresi

**Özet** – Son yıllarda, birçok uygulama ve endüstride yaygın kullanıma yol açan Titanyum ve Titanyum bazlı malzeme sınıfı geliştirilmiştir. Titanyum ince filmler, kaplama malzemeleri arasında, önemli bir kullanım alanına sahiptirler. Bu çalışmada, Termiyonik Vakum Ark tekniği ile cam alttaşlar üzerine üretilen Titanyum ince filmin optik ve yüzey özelliklerinin incelenmesi esas alınmıştır. Üretilen Titanyum ince filminin üç-boyutlu yüzey görüntüleri ve pürüzlülük değerleri atomik kuvvet mikroskobu sayesinde belirlenmiştir. Aynı şekilde, UV-VIS spektrofotometresi ile geçirgenlik spektrumu belirlenmiştir. İnterferometre ölçüm cihazı, üretilen Titanyum ince filminin kalınlığını, kırılma indisini ve yansımaya değerlerini belirlemek için kullanılmıştır. Yaygın olarak kullanılan bir metal olan Titanyum ince filmlerin çeşitli teknolojik alanlarda uygulanabilirliğine yönelik araştırma çalışması yapılmıştır.

*Anahtar Kelimeler – Ti İnce Film, TVA, Optik Özellikler, Yüzey Özellikler*

### I. GİRİŞ

Titanyum, oldukça hafif bir metal olan geçiş elementidir [1]. Titanyumun kullanımı ilk kez 1950' lerde havacılık endüstrisinde başlamıştır. Saf titanyumun biyomedikal malzeme olarak kullanılması ise 1960' lara dayanmaktadır [2]. Kaplama malzemeleri arasında, Titanyum ince filmler, önemli bir kullanım alanına sahiptirler. Titanyum, yüksek spesifik dayanımı, mükemmel korozyon direnci ve biyouyumluluğu gibi üstün özelliklere sahiptir. Havacılık sektöründe jet motorları, füzeler ve uzay araçlarında, ulaşım sektöründe ve denizcilik sektöründe, otomobil, uçak ve denizaltı çalışmalarında, endüstri işlemlerinde kimyasal ve petrokimyada, askeri alanda uçak ve füzelerde, spor malzemelerinde bisiklet, tenis raketi, olta ve kayak takımlarında, cep telefonu, takı ve aksesuarlarda ve sağlık alanında ortopedik eklem, implant, kalp kapakçığı ve protez yapımı gibi birçok

tıbbi uygulamalarda kullanılmaktadır [3]. Ayrıca, diş hekimliğinde Titanyum, implant yapımında, sabit ve hareketli protezlerde, ortodontik tel yapımında ve endodontik kanal aletlerinde de kullanılmaktadır [4,5]. Titanyum ince filmler, çok büyük ölçekli bütünleşme teknolojisinde (VLSI) ve mikroeletromekanik sistem tabanlı cihazlarda (MEMS) mikroelettronik uygulamalar için de kullanılma potansiyeline sahiptir [6]. Titanyum ince film üretiminde farklı teknikler kullanılmaktadır. Bunlar, elektron demeti ile buharlaştırma, kimyasal buhar biriktirme ve magnetron püskürtme teknikleri olarak sayılabilir.

Bu araştırma çalışmasında fiziksel buhar biriktirme (PVD) tekniklerinden biri olan Termiyonik Vakum Ark (TVA) tekniği kullanılarak Titanyum ince filmleri üretilmiştir. TVA tekniğinde yüksek basınçta ( $10^{-5}$  Torr) anot materyalinin plazması oluşturulması esasına dayanır. Herhangi bir tampon

gazına ihtiyaç duyulmadığından oluşan deşarj, gaz karışımı içermeyen saf metal plazması olmaktadır. TVA tekniği ile erime sıcaklığı düşük ya da yüksek metal, seramik, yarıiletken gibi hemen hemen her materyalin plazmasını üretmek mümkün olmaktadır. Ayrıca, TVA tekniği istenilen her materyal üzerine kaplama yapılabilme olanağı sağlayan özel bir yöntemdir [7,8].

Bu çalışmanın amacı, TVA tekniği ile geçiş elementi olan Titanyum ince filminin cam alttaşı üzerine üretilerek optik ve yüzey özelliklerini belirlemektir. Bu amaç doğrultusunda, yüzey morfolojisini incelemek için Titanyum ince filminin üç boyutlu AFM görüntüsü alınıp pürüzlülük değerleri bulunmuştur. Üretilen Titanyum ince filminin geçirgenlik oranını belirlemek için ise UV-Vis spektrofotometre ölçüm cihazında 400-1000 nm dalga boyu aralığında ölçümleri gerçekleştirilmiştir. İnterferometre ölçümleri ile de kalınlık ölçümünün yanı sıra kırılma indisi ve yansıma değerleri bulunmuştur. Bu sayede, TVA tekniği ile cam alttaşı üzerine üretilen Titanyum ince filminin özelliklerinin belirlenerek literatüre katkı sağlaması hedeflenmektedir.

## II. MATERYAL VE YÖNTEM

Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniği; metal, seramik, yarıiletken gibi hemen hemen her materyalin plazmasını üretebilen bir tekniktir. TVA sisteminin vakum odası içinde, anot ve katot bulunur. Katot elektron tabancasını (Filament ve wehnelt silindiri) oluştururken anotu ise tungsten /molibden pota oluşturur. Anot ve katot arasında 3-4 mm uzaklık bulunmaktadır. Tungsten/molibden potanın içerisine plazması oluşturulacak malzeme konulur. Düşük voltajlı güç kaynağı vasıtasıyla filament üzerinden akım geçirilir. Böylelikle filamentin ısınması ve termiyonik emisyon yapması sağlanır. Anot üzerine gelen hızlandırılmış elektron demeti, potayı ve malzemeyi yüksek sıcaklıklara ısıtır. Elektrotlar arasına uygulanan DC yüksek voltaj ile anot malzemesinin saf, gaz karışımı ve makro-parçacık içermeyen, yüksek iyonlaşma dereceli plazması oluşturulur. TVA tekniği, pek çok yeni teknolojik uygulamalarda kullanılmaktadır. Bunlardan en önemlisi iyon-destekli kaplama tekniğidir. Anot materyali iyonları ile bombardıman edilerek üretilen kaplamalar; son derece düz,

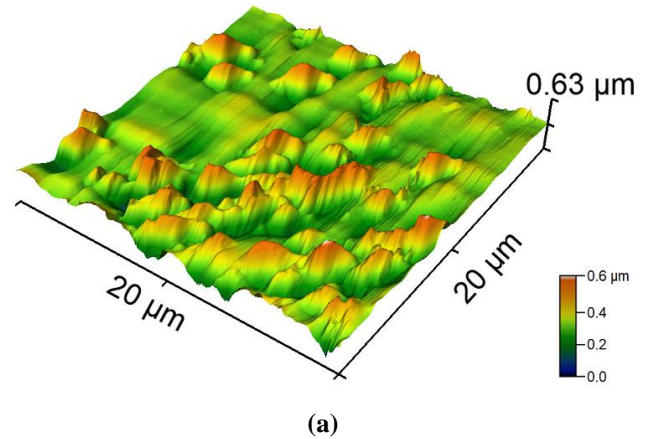
pürüzlülüğü düşük, yoğun ve yüksek tutunmalı kaplamalar olmaktadır [9,10].

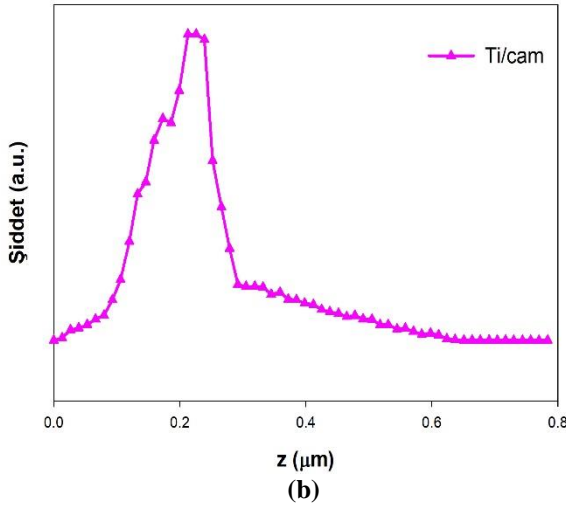
Titanyum ince filmi cam alttaşı üzerine TVA tekniği ile yüksek basınçta ( $9 \times 10^{-5}$  torr) üretilmiştir. Bu teknikte molibdenden imal edilmiş olan bir pota içerisine Titanyum malzemesi konulmuştur. Elektron tabancasından çıkan elektronlar yüksek voltaj altında hızlandırılarak önce pota içerisindeki bu malzemenin buharlaşmasına, daha sonra da plazmasının oluşmasına sebep olur. Titanyum ince film oluşum esnasında kaplama basıncı  $7 \times 10^{-5}$  torr, filaman akımı 22 A'de sabit tutulmuştur. Uygulama Voltajı 700 V'tur. Deşarj akımı ise 550 mA olarak ölçülmüştür. Titanyum ince film kaplama süresi ise 5 dakika sürmüştür.

## III. BULGULAR

Bu çalışmada, TVA tekniği kullanılarak Titanyum ince filmin üretilmesi gerçekleştirilmiştir. Filmetrics F20 cihazı ile cam alttaşı üzerine üretilen ince filmin kalınlığı 60 nm olarak ölçülmüştür. Bu ince filmin yüzey analizi ve pürüzlülük değerleri elde edilmiştir. Ayrıca, geçirgenlik, kırılma indisi ve yansıma analizleri de yapılmıştır.

Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) tahribatsız yüzey analizi yapmasından dolayı kaplanmış materyallerin yüzey özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan bir cihazdır. Cam üzerine TVA tekniği ile üretilen Titanyum ince filmin üç-boyutlu yüzey görüntüleri, yüzey pürüzlülük değeri ve yükseklik dağılımı histogram grafiği Ambios Q-Scope marka AFM cihazı ile elde edilmiştir. AFM yüzey analizi görüntüleri hava ortamında, oda sıcaklığı koşullarında temassız mod kullanılarak ve  $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$  alanlı bölgeler taranarak alınmıştır. Pürüzlülük değerleri de tüm taranan bölge üzerinden belirlenmiştir. Elde edilen görüntüler Şekil.1'de gösterilmektedir.





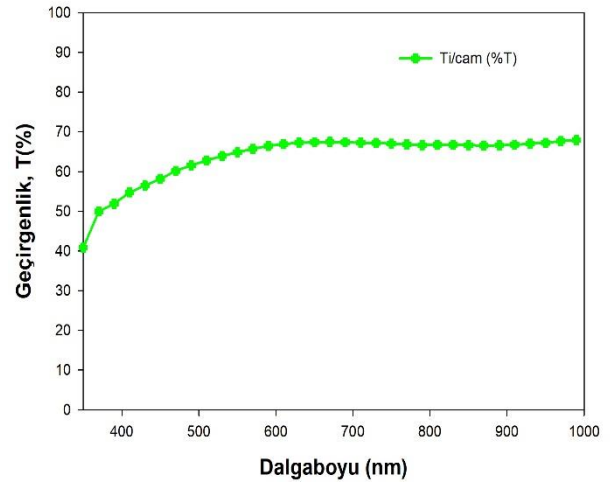
Şekil 1. Titanyum ince filmin a) 3D AFM yüzey analizi görüntüleri b) yükseklik dağılım histogramı

Şekil 1’de Titanyum ince filminin AFM görüntüsünden, yüzeyde taneli bir yapılanmanın tam olarak gerçekleşmediği, yüzeyde rastgele dağılmış farklı genişlik ve yüksekliklere sahip tepe tipi oluşumların olduğu dikkat çekmektedir. Tanelerin üst üste binmesi sonucu oluşan yüksek kümelerin olduğu belirlenmiştir. Ayrıca farklı yüksekliklere sahip bu oluşumlarda filmin yüzeyinde renk tonu farkı oluşturduğu da görülmektedir. Bu görüntülerden Titanyum ince filminin homojen bir yüzey morfolojisine sahip olduğunu da söyleyebiliriz. Ayrıca, Titanyum ince filmin  $R_q$  (rms pürüzlülük) ve  $R_a$  (ortalama pürüzlülük) değerleri de ölçülmüştür. Bu değerler, sırasıyla  $R_a$  68 nm,  $R_q$  86.5 nm olarak belirlenmiştir. Titanyum ince film yüzeyinde rastgele tanelerin kümelenmesinden dolayı yüzeyde engebeler oluştuğunu da söylemek mümkündür. Bu yükseltilerin varlığı sonucunda yükseklik dağılımı grafiği karakteristik bir Gaussian eğrisi göstererek homojen tane dağılımını göstermektedir.

Asimetri ve düzlüğü ölçmek için kullanılan iki önemli parametre olan Skewness (Ssk) ve Kurtosis (Skr) değerleri Scan Atomic V5.1.0 SPM yazılımı ile ölçülmüştür. Simetri veya asimetriyi ölçmek için Ssk kullanılır. Ssk değeri sıfıra eşit olduğunda, mükemmel simetrik yüzey dağılımı anlamına gelir. Yükseklik dağılımı asimetrik ise (yani yüzeyde vadilerden daha fazla tepe noktası varsa), Ssk pozitifdir. Skr değeri, dağılımın düzlüğünün bir ölçüsüdür. Skr değeri sıfıra eşit olduğunda, normal yüzey dağılımı anlamına gelir. Skr değeri pozitif ise,

yüzey topografyası keskin bir tepe dağılımına işaret edecektir. Bu bağlamda, Ssk değeri 1.176 ölçülürken, Skr değeri 1.620 olarak ölçülmüştür.

Bu çalışmada üretilen titanyum ince filmin optiksel özelliklerini incelemek için hem Unico UV-VIS spektrofotometre cihazı hem de Filmetrics F20 interferometre cihazı kullanılmıştır. Unico UV-VIS spektrofotometre cihazı ile 400-1000 nm dalgaboyu aralığında cam üzerine üretilen titanyum ince filmin geçirgenlik spektrumu elde edilmiştir. Titanyum ince filminin 400-1000 nm dalgaboyu aralığında elde edilen geçirgenlik spektrumu Şekil 2’ de verilmektedir.

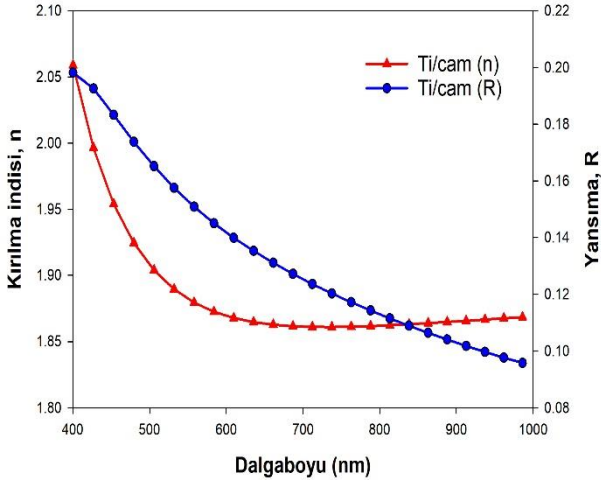


Şekil 2. Titanyum ince filmin geçirgenlik spektrumu

Şekil 2’ de geçirgenlik spektrumu incelendiğinde, Titanyum ince filmin görünür bölgede ve uzun dalga boylarında yarı-saydam malzeme olarak davranış sergilediği görülmektedir. Filmin 550 nm’ de geçirgenlik değeri  $\sim$  % 65 civarında olduğu belirlenmiştir. Titanyum ince filmi için geçirgenliğin düşük olmasının nedeni yüzey özelliklerine bağlanabilir. Yüzey görüntülerinde ince filmin yüzeyinde farklı yüksekliklere sahip oluşumların varlığı kendini göstermişti. Bu yüzey özellikleri, titanyum ince filmin yüzeyinde yansıma veya saçılma yolu ile kayıplara neden olmasından dolayı ince filmin geçirgenlik değerinin azalmasına neden olduğu söylenebilir.

Filmetrics F20 interferometre cihazı aracılığıyla ise cam alttaşı üzerine üretilen Titanyum ince filmlerin eş zamanlı olarak 400-1000 nm dalgaboyu aralığında kırılma indisi ve yansıma spektrumları elde edilmiştir. Şekil 3’ de dalgaboyuna karşı

kırılma indisi ve yansıma ait spektrum gösterilmiştir.



Şekil 3. Titanyum ince filmin dalgaboyuna karşı kırılma indisi ve yansıma grafiği

Filmin yüzeyindeki pürüzlülük, yüzeyin homojenliğinin farklı olması, yüzeyden ve tane sınırlarından yansıma olayları ölçümleri etkileyen en önemli faktörlerdir. Şekil 3' te görüldüğü gibi Titanyum ince filminin yansıma değerleri uzun dalgaboylarından kısa dalgaboylarına giderken arttığı görülmektedir. Bunun nedeni; uzun dalgaboylarında fotonların enerjisi artacak, fotonların elektron, atomlar veya kristal molekülleriyle etkileşmeleri daha çok olacaktır. Bu durum kırılmanın azalmasına sebep olurken ince filmin yansıtma özelliğinin artmasına neden olacaktır. Tane sınırları, yüzey pürüzlülüğü ve morfoloji bir ince filmde yansıyan ışığın şiddetini etkileyen faktörleri de oluşturmaktadır. Bununla birlikte, yansıma değeri 550 nm' de %15 civarında olduğu bulunmuştur.

Titanyum ince filminin kırılma indisi değerlerinin artan dalgaboyuna bağlı olarak azaldığı görülmektedir. Bu Titanyum ince filmi için 400-1000 nm dalgaboyu aralığında normal dispersiyon olayının gerçekleştiğinin bir göstergesidir. Gelen fotonun dalga boyu azaldıkça kırılma indisinin arttığı görülmektedir. Bunun nedeni, gelen fotonun enerjisinin artmasından dolayı elektronlarla daha fazla etkileşmesindedir. Bu bağlamda Titanyum ince filminin 550 nm' de 1.88 olarak ölçülmüştür.

#### IV. SONUÇLAR

TVA tekniği ile cam alttaş üzerine Titanyum ince filmi 5 dakika boyunca kaplanmıştır. Üretilen bu ince filmin uygun analiz teknikleri kullanılarak analiz edilmiş ve yüzey ve optik özellikleri araştırılmıştır. AFM cihazı ile elde edilen yüzey görüntü ve pürüzlülük değerlerine bakıldığında homojen, farklı yüksekliklere sahip kümelenmiş yapılar görülmektedir. Gaussian eğrisine göre homojen tane dağılımı olduğu görülmektedir. AFM ölçümlerinde Ssk değerinin pozitif olması üretilen ince filmin yüzeyinde az da olsa asimetric bir yapının meydana geldiğini göstermiştir. S<sub>kr</sub> değerinin pozitif olması ise, yüzey topografyasının keskin bir tepe dağılımına işaret ettiğini göstermiştir. Ayrıca, geçirgenlik, kırılma indisi ve yansıma spektrumları incelenmiştir. Geçirgenlik değerlerinin üretilen Titanyum ince filminin yarı saydam olmasından dolayı düşük çıkmıştır. Bunun yanında görünür bölgede 550 nm' de kırılma indisi değeri 1.88 olarak belirlenip normal dispersiyon gösterirken yansıma değeri %15 civarında olduğu bulunmuştur. Sonuç olarak, Titanyum ince filmlerin hem teknoloji alanında hem de tıbbi kullanımlar için iyileştirilmesine yönelik yapılan çalışmalara hala ihtiyaç duyulmaktadır. Bu anlamda, TVA tekniği ile üretilen Titanyum ince filminin bilimsel literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

#### KAYNAKLAR

- [1] Donachie M.J., Titanium: A Technical Guide, 2nd ed., ASM International, Ohio, 2000.
- [2] Davim, J. P. Biomaterials and medical tribology: research and development, Elsevier 2013.
- [3] Oosthuizen S., Titanium: The Innovators Metal-Historical Case Studies Tracing Titanium Process and Product Innovation, The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy, 111(11), 781-786 2011.
- [4] Uzun İ.H., Bayındır F., Dental Uygulamalarda Titanyum ve Özellikleri, Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi, 20(2), 213-220, 2010.
- [5] Çavuşoğlu Osman, Ti6Al4V Alaşımının sert nikel alaşım tozları ile kaplanması ve aşınma özelliklerinin geliştirilmesi, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2020.
- [6] Ümüt Kaplan, DC Magnetron Sıçratma Tekniği İle Büyütülen Titanyum İnce Filmlerinin Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2019.
- [7] S. Elmas, S. Korkmaz, S. Pat, Optical characterization of deposited ITO thin films on glass and PET substrates, App. Surf. Sci. 276, 641– 645, 2013.

- [8] S. Elmas, Ş. Korkmaz, S. Pat, Investigation of physical properties and surface free energy of produced ITO thin films by TVA technique, *J. Mater. Science: Materials in Elect.*, 30, 8876-8882, 2019.
- [9] S. Elmas, S. Pat, R. Mohammadigharehbagh, C. Musaoğlu, M. Özgür, U. Demirkol, S. Özen, Ş. Korkmaz, Determination of physical properties of graphene doped ZnO (ZnO: Gr) nanocomposite thin films deposited by a thermionic vacuum arc technique, *Physica B: Condensed Matter*, 557, 27-33, 2019.
- [10] N. Akkurt, S. Pat, S. Elmas, Ş. Korkmaz, Electrochromic properties of UV-colored WO<sub>3</sub> thin film deposited by thermionic vacuum arc, *J. Mater. Science: Mater. in Electronics* 31, 1293-1301, 2020.