

## Magnetron Saçtırma Tekniğinde Kullanılacak Olan Hedef Malzemeleri İçin SnO<sub>2</sub> Tozların Sol-jel Yöntemi ile Üretilmesi

Seher TAŞ<sup>1,2,3</sup>, Mustafa EROL<sup>1,2</sup>, Mustafa TOPARLI<sup>1,3,4</sup> ve Erdal ÇELİK<sup>1,3,4</sup>

<sup>1</sup>Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Buca, İzmir

<sup>2</sup>Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Buca, İzmir

<sup>3</sup>Dokuz Eylül Üniversitesi, Elektronik Malzemeler Üretimi ve Uygulama Merkezi (EMUM), Buca, İzmir

<sup>4</sup>Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Nanobilim ve Nanomühendislik, Buca, İzmir

e-posta: sehertas35@ogr.deu.edu.tr

Geliş Tarihi:26.10.2012; Kabul Tarihi: 11.11.2013

### Özet

Kalay oksit (SnO<sub>2</sub>), sıklıkla kullanılan ve geniş yelpazede araştırma alanı bulabilen yarı iletken bir metal-oksittir. SnO<sub>2</sub> ince filmler şeklinde gaz sensörleri, güneş pilleri gibi birçok alanda uygulama bulabilmektedir. SnO<sub>2</sub> ince filmler gaz sensörleri olarak mükemmel performans göstermektedir. SnO<sub>2</sub> ince filmlerin üretimi için birçok teknik olmasına rağmen, basit, ucuz ve istenilen film kalınlığının kolayca kontrol edilebilmesinden dolayı genellikle magnetron saçtırma cihazı kullanılmaktadır. SnO<sub>2</sub> ince filmlerin kararlılığı ve benzer üretim proseslerinin sürdürülebilirliği, magnetron prosesinde kullanılan hedef malzemenin kalitesine bağlıdır. SnO<sub>2</sub> tozlar pellet haline getirilerek hedef malzeme üretilmektedir. Tozların büyük çapta üretimi için sol-jel yöntemi uygun ve kolay bir yöntemdir. Üretilen tozlara bağlayıcı katılarak, sıcak isostatik presleme (HIP) yapılır ve sinterlenir. Böylece tozlar kullanılacak hedef malzeme çapında pellet haline getirilmiş olur. Kararlı SnO<sub>2</sub> ince film üretmek için bu tozların saflığı, yoğunluğu ve ortalama tane çapı önem arz etmektedir. Bu çalışmada, SnO<sub>2</sub> tozlar sol-jel yöntemi ile üretilmiş ve bunların ortalama boyut dağılımı ve karakterizasyonu partikül boyut ölçüm ve X-ışınları difraktometresi (XRD) cihazları kullanılarak analiz edilmiştir.

### Anahtar kelimeler

SnO<sub>2</sub>; Sol-jel; Hedef malzeme; Gaz sensörü

## Production of SnO<sub>2</sub> Powders by Sol-gel Method for Target Materials to be used in Magnetron Sputtering Technique

### Abstract

Tin oxide (SnO<sub>2</sub>) is semiconductor metal-oxide which is frequently used and able to finds search field in a wide range. SnO<sub>2</sub> has been found applications in several fields like gas sensors and solar cells as thin films. The SnO<sub>2</sub> thin films have excellent performance as a gas sensors. Although there are many methods for production of SnO<sub>2</sub> thin film, magnetron sputtering device is usually used because of its simple, inexpensive and easy to be controlled for the desired film thickness. The stability of SnO<sub>2</sub> of thin film and similar sustainability of production processes depend on used target materials. Target materials are produced from SnO<sub>2</sub> powders in form of pellets. By adding binder material to the produced powders, the target materials are performed and sintered by using hot isostatic pressing (HIP). Thus the powders are made into pellets that diameter of the target will be used. Purity, density and average grain size of SnO<sub>2</sub> powders are important in order to produce stable SnO<sub>2</sub> thin film. In this study, SnO<sub>2</sub> powders were produced by sol-gel technique and their particle size d, distribution and characterization were analyzed using particle size measurement and X-ray diffraction (XRD) machines.

### Key words

SnO<sub>2</sub>; Sol-gel; Target material; Gas sensor

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Giriş

Teknolojinin gelişimi ile bazı metal-oksit yarı iletkenlerin kullanımı, çevre ve insan sağlığına etki eden ve ayrıca endüstriyel öneme sahip gazların belirlenmesinde günümüzde oldukça önem kazanmıştır. Kalay oksit (SnO<sub>2</sub>) ince filmler, non-stokiyometrik özelliğe sahip olmasından dolayı,

çevre gazlara karşı yüksek gaz algılama hassasiyeti gösteren ve gaz sensör uygulamalarında sıklıkla tercih edilen bir metal-oksit yarıiletken malzemedir (E<sub>g</sub>=3.6 eV) (Yao et al. 2010; Sahm et al. 2004; Wang et al. 2010). İnce film üretimi için birçok teknik vardır. Bunlardan biri de ileri teknoloji üretim yöntemi olan magnetron saçtırma yöntemidir. Magnetron saçtırma yönteminde SnO<sub>2</sub>

ince film üretmek için SnO<sub>2</sub> hedef malzemesi kullanılır. Ticari olarak üretilen hedef malzemelerin yoğunluğu 6.95 g/cm<sup>3</sup>'tür (Keskinen et al. 2009; Papadopoulos et al. 1997; Liewhiran et al. 2009).

Hedef malzeme, yüksek saflıkta tozların kalıpta istenilen boyutta ön presleme sonrasında, sıcak izostatik presleme (HIP) veya soğuk izostatik presleme (CIP) ile vakumda preslenmesi ve sinterlenmesi ile nihai boyutuna getirilerek, homojen, ince taneli, yüksek yoğunluklu hedef malzemeler elde edilir. Hedef malzemesinde olması gereken en önemli özellikler, yüksek saflık (%99.9), homojenlik (tane boyutu, tekstür, çökeltiler, kristalite), yoğunluk, gözeneksiz ve boşluksuz bir yapıdır. Kararlı olarak film oluşumu elde etmek hedef malzemenin teorik yoğunluğun yaklaşık %99 yoğunluğa sahip olmalıdır (Shuping et al. 2008; Yao et al. 2010; Culha et al. 2009).

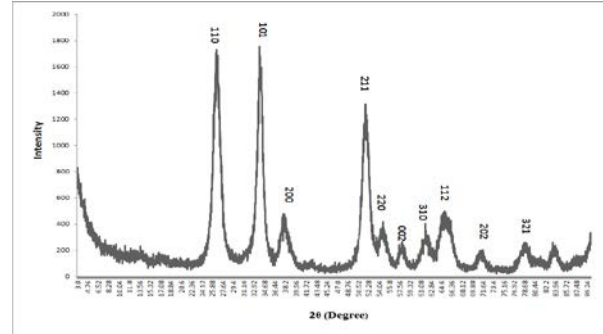
Bu çalışmada, magnetron saçtırma yöntemi ile SnO<sub>2</sub> ince filmler üretmek amacı ile kullanılacak hedef malzeme için SnO<sub>2</sub> toz üretimine yönelik çalışma yer almaktadır. Çalışmada, düşük maliyette, yüksek yoğunluklu ve uzun ömürlü hedef malzemenin üretilmesi için sol-jel yöntemi ile üretilen SnO<sub>2</sub> tozların partikül boyut dağılımı ve karakterizasyonu üzerine araştırma yapılmıştır.

## 2. Malzeme ve Metot

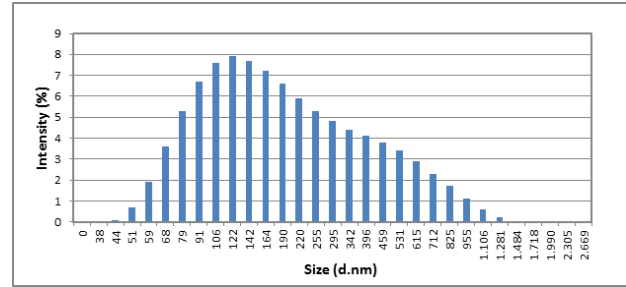
Magnetron saçtırma yöntemi ile SnO<sub>2</sub> ince filmler üretmek amacı ile kullanılacak hedef malzeme için SnO<sub>2</sub> tozlar sol-jel yöntemi ile üretilmiştir. 18 gr SnCl<sub>2</sub>.5H<sub>2</sub>O başlangıç malzemesi 450 ml metanol ile çözüldürülerek sıvı çözelti elde edilmiştir. İçerisine 20 ml asetik asit katılmıştır. Üretilen çözelti 80°C'de 1 saat manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Elde edilen yapı 115 °C'de 5 saatte ve hava ortamında çökelmeye ve kurutmaya bırakılmıştır. Daha sonra tozlar seramik potaya dökülerek, kutu fırında 450°C'de 80 dakika kalsine edilmiştir. Isıl işlem görmüş sarı renkte olan Malvern Zetasizer Nano ZS tozların partikül boyut dağılımı ve X-ışınları difraksiyonu (XRD) (Rigaku, D/Max-2200/PC) cihazı ile CuK<sub>α</sub> X-ışını radyasyonu kullanılarak analiz yapılmıştır.

## 3. Bulgular

Hedef malzemeleri için 450 °C'de kalsine edilmiş SnO<sub>2</sub> tozların XRD kırınım paternleri elde edilmiştir (Şekil 1). SnO<sub>2</sub> tozlarının XRD sonuçlarına bakıldığında, yoğun ve keskin pikler elde edilmiştir. SnO<sub>2</sub> tozları, 26.8°, 34.05°, 38.12°, 51.9° ve 65.51° 2θ değerleri için sırasıyla (110), (101), (200), (211), (220), (002), (310), (202) ve (321) kristal düzlemlerinde pikler vermiştir. Sonuçlar tozların polikristal yapıya sahip olduğunu göstermektedir.



Şekil 1. 450°C'de 80 dakika ve hava ortamında ısıl işlem görmüş SnO<sub>2</sub> tozların XRD paterni



Şekil 2. SnO<sub>2</sub> tozların ortalama partikül boyut dağılımı.

Ortalama tane boyut analizi sonucunda SnO<sub>2</sub> tozların ortalama boyutlarının 170 nm değerinde olduğu saptanmıştır (Şekil 2). Bu boyutlardaki tozlar Magnetron saçtırma yöntemi ile SnO<sub>2</sub> ince filmler üretmek amacı ile kullanılacak hedef malzeme için kullanılacak tozlar HIP veya CIP teknikleriyle peletler yapmak için uygun özellikler sunmaktadır. Bu kapsamda hedef malzemesi daha yoğun yapıda oluşmakta ve kaplama için uygun özellikler vermektedir.

## 4. Tartışma ve Sonuç

Hedef malzemeleri için 450 °C'de üretilmiş ve kristal SnO<sub>2</sub> tozlarının ortalama tane boyutu 170 nm değerindedir. Tane boyut dağılımına bakıldığında tozlar mikron boyutların yeterince altındadır. Sinterleme koşulları değiştirilerek tane boyutu yeniden değerlendirilebilir. XRD sonuçları,

tozların polikristal bir yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Oldukça saf kristal SnO<sub>2</sub> tozları üretilmiştir. Gelecekteki çalışmalarda bu tozlar pellet haline getirilerek hedef malzeme üretilecek ve magnetron saçtırma yöntemi ile SnO<sub>2</sub> ince filmler oluşturulacaktır.

### Teşekkür

Yazarlar bilimsel araştırmanın yapıldığı ve teknik destek alındığı için Dokuz Eylül Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği ve Elektronik Malzemeler Üretimi ve Uygulama Merkezi çalışanlarına teşekkür etmektedir.

### Kaynaklar

- Culha O., Ebeoglugil M. F., Birlik I., (2009). Synthesis and characterization of semiconductor tin oxide thin films on glass substrate by sol-gel technique. *J. Sol-Gel Science and Technology*, **51**, 32-41.
- Keskinen H., Tricoli A., Marjamäki M., Mäkelä J.M, and Pratsinis S.E., (2009). Size-selected agglomerates of SnO<sub>2</sub> nanoparticles as gas sensors. *J. Appl. Phys.*, 106.
- Liewhiran C., Tamaekong N., Wisitsoraat A. and Phanichphant S., (2009). H<sub>2</sub> sensing response of flame-spray-made Ru/SnO<sub>2</sub> thick films fabricated from spin-coated nanoparticles. *Sensors*, 8996-9010, 10.3390/s91108996.
- Papadopoulos C.A., Vlachos D.S., Avaritsiotis J.N., (1997). Effect of surface catalysts on the long-term performance of reactively sputtered tin and indium oxide gas sensors. *Sensors and Actuators B*, **42**, 95-101.
- Shuping G., Jing X., Jianqiao L., Dongxiang Z., (2008). Highly sensitive SnO<sub>2</sub> thin film with low operating temperature prepared by sol-gel technique. *Sensors and Actuators B*, **134**, 57-61.
- Yao K., Caruntu D., Cao B., O'Connor C. J. and Zhou W., (2010). Investigation of gas-sensing performance of SnO<sub>2</sub> nanoparticles with different morphologies. *IEEE Transactions on Nanotechnology*, **9**, 5, 630-633.
- Sahm T., Mädler L., Gurlo A., Barsan N., Pratsinis S.E., Weimar U., (2004). Flame spray synthesis of tin dioxide nanoparticles for gas sensing. *Sensors and Actuators B*, **98**, 148-153.
- Wang Y., Mu Q., Wang G., Zhou Z., (2010). Sensing characterization to NH<sub>3</sub> of nanocrystalline Sb-doped SnO<sub>2</sub> synthesized by a nonaqueous sol-gel route. *Sensors and Actuators B*, **145**, 847-853.
- Yao K., Caruntu D., B. Cao, O'Connor C. J., and Zhou W., (2010). Investigation of gas-sensing performance of SnO<sub>2</sub> nanoparticles with different morphologies. *IEEE Transactions on Nanotechnology*, **9**, 5, 630-633.