



**PEROVSKİT GÜNEŞ HÜCRELERİNDE ETL KATMANI OLARAK
KULLANILAN Nb₂O₅'İN GELİŞTİRİLMESİ**

Ramazan ALPAY

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
FOTONİK BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

TEMMUZ 2024

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
 - Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
 - Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
 - Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
 - Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,
- bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Ramazan ALPAY

31/07/2024

PEROVSKİT GÜNEŞ HÜCRELERİNDE ETL KATMANI OLARAK KULLANILAN
Nb₂O₅'İN GELİŞTİRİLMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Ramazan ALPAY

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Temmuz 2024

ÖZET

ETL'ler yük taşıma yoluyla PSC'lerde temel bir rol oynamakta olup daha iyi aygıt performansı için faydalı bir bileşendir. Önemli bir dielektrik ve yarı iletken malzeme olan niyobyum pentoksit (Nb₂O₅), mükemmel optik geçirgenliği ve yüksek taşıyıcı hareketliliği nedeniyle PSC'ler için ideal bir ETL malzemesi olarak görülmüştür. Bu tez çalışmasında Nb₂O₅'in ETL katmanı olarak kullanılabilmesi için taşıyıcı yoğunluğu $1.0 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ olarak hedeflenmiştir. PSC'lerde ETL olarak kullanılan Nb₂O₅ filmini hazırlamak için düşük sıcaklıkta (oda sıcaklığı) bir çözelti yapmaya imkan sağlayan sol-jel yöntemi uygulanmış olup Nb₂O₅ tabanlı birçok farklı ETL katmanlı esnek alttaşlı numuneler elde edilmiştir. Plastik alttaşlar mükemmel esnekliğe sahip ve hafiftir. Polietilen tereftalat (PET), polietilen naftalat (PEN) ve poliimid (PI) plastikler yaygın seçeneklerdendir. Bu çalışmada, yüksek ısıl işleme dayanma, yüksek geçirgenlik ve esneme gibi özellikleri nedeniyle esnek alttaş olarak PI tercih edilmiştir. Tez çalışmasında ilk olarak, sol-jel tekniği kullanılarak düşük sıcaklıkta üretilen amorf yapıdaki Nb₂O₅ çözeltisi boş ve gümüş nanotel (AgNT) kaplamalı PI numuneleri üzerine büyütülmüştür. Daha sonrasında ise UV-Vis, Profilometre, XRD ve Hall Etkisi cihazlarından ölçüm sonuçları alınmıştır. Taşıyıcı yoğunluğu değeri hedeflenen değere göre ($1.0 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$) çok daha yüksek çıkmıştır. Alınan ölçüm sonuçlarına göre Nb₂O₅ filminin perovskit güneş hücrelerinde ETL katmanı olarak kullanılabilceği ispatlanmıştır.

Bilim Kodu : 93428

Anahtar Kelimeler : Nb₂O₅ (Niyobyum Pentoksit), ETL (Elektron Taşıyıcı Katmanı), Sol-jel, Perovskit güneş hücresi

Sayfa Adedi : 51

Danışman : Doç. Dr. Nihan AKIN SÖNMEZ

DEVELOPMENT OF Nb₂O₅ USED AS ETL LAYER IN PEROVSKITE SOLAR CELLS

(M. Sc. Thesis)

Ramazan ALPAY

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

July 2024

ABSTRACT

ETLs play a fundamental role in PSCs through charge transport and are a useful component for better device performance. Niobium pentoxide (Nb₂O₅), an important dielectric and semiconductor material, has been considered as an ideal ETL material for PSCs due to its excellent optical transmittance and high carrier mobility. In this thesis, the carrier density is targeted as $1.0 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ for Nb₂O₅ to be used as ETL layer. To prepare the Nb₂O₅ film used as ETL in PSCs, the sol-gel method, which allows making a solution at low temperature (room temperature), was applied and many different ETL-layered flexible substrate samples based on Nb₂O₅ were obtained. Plastic substrates have excellent flexibility and are lightweight. Polyethylene terephthalate (PET), polyethylene naphthalate (PEN) and polyimide (PI) plastics are common choices. In this study, PI was chosen as the flexible substrate due to its properties such as resistance to high heat treatment, high permeability and flexibility. In the thesis study, firstly, amorphous Nb₂O₅ solution produced at low temperature using sol-gel technique was grown on blank and silver nanowire (AgNT) coated PI samples. Afterwards, measurement results were obtained from UV-Vis, Profilometer, XRD and Hall Effect devices. The carrier density value was much higher than the targeted value ($1.0 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$). According to the measurement results, it has been proved that Nb₂O₅ film can be used as ETL layer in perovskite solar cells.

Science Code : 93428

Key Words : Nb₂O₅ (Niobium Pentoxide), ETL (Electron Transport Layer), Sol-gel, Perovskite solar cell

Page Number : 51

Supervisor : Assoc. Prof. Dr. Nihan AKIN SÖNMEZ

TEŞEKKÜR

Tez sürecimde gerekli imkânları sağlayan, çalışmalarına yön veren ve tecrübelerini benimle paylaşan kıymetli danışman hocam Doç. Dr. Nihan AKIN SÖNMEZ'e ve Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi Müdürü Prof. Dr. Süleyman ÖZÇELİK'e, çalışmalarımda yardımcı dokunan Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi personellerine, üniversite yıllarımdan beri yanımda olan ve tez sürecimde yardım ve önerilerini esirgemeyen manevi kardeşim Dorukhan ASTEKİN'e, her anımda yanımda olan, desteklerini esirgemeyen ve her zaman motivasyonumu yüksek tutan canım annem Emine ALPAY'a, babam Kemal ALPAY'a, ablalarım Esra ALPAY ve Feride ALPAY'a ve kız arkadaşım Gamze ALTUN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde 2019K12-149045 no'lu T.C. Cumhurbaşkanlığı Strateji Bütçe Başkanlığı ve 121F379 no'lu TÜBİTAK Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Projelerini Destekleme Programı tarafından desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER.....	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xv
1. GİRİŞ	1
2. NİYOBYUM PENTOKSİTİN ÖZELLİKLERİ.....	3
2.1. Nb ₂ O ₅ 'in Yapısal Özellikleri.....	4
2.2. Elektriksel Özellik.....	5
2.3. Optik Özellikler.....	6
2.4. Mekanik Özellikler.....	7
3. Nb ₂ O ₅ 'İN SENTEZ YÖNTEMLERİ.....	9
3.1. Hidrotermal ve Solvotermal Yöntemler.....	9
3.2. Anodizasyon Yöntemi.....	10
3.3. Elektrodpozisyon.....	10
3.4. Buhar Fazı Biriktirme.....	11
3.5. Termal Oksidasyon.....	12
3.6. Sol-Jel Yöntemleri.....	12
4. Nb ₂ O ₅ 'İN KULLANIM ALANLARI.....	15
4.1. Lityum-iyon Piller.....	15
4.2. Süper Kapasitörler.....	16

	Sayfa
4.3. Yüksek Oranlı Elektrot.....	16
4.4. Perovskit Güneş Hücresi.....	17
5. KULLANILAN CİHAZLAR.....	21
5.1. Üretimde Kullanılan Cihazlar.....	21
5.1.1. Glovebox cihazı.....	21
5.1.2. Dönel kaplama.....	22
5.1.3. Hassas tartı.....	22
5.1.4. Isıtıcı ve karıştırıcı.....	23
5.1.5. Aerosol Jet 5X mürekkepli baskı cihazı.....	24
5.2. Ölçümde Kullanılan Cihazlar.....	25
5.2.1. UV-Vis cihazı.....	25
5.2.2. XRD cihazı.....	26
5.2.3. Hall etkisi ölçüm cihazı.....	28
5.2.4. Profilometre.....	29
6. Nb₂O₅'İN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU.....	31
6.1. Nb ₂ O ₅ 'in Boş PI Üzerine Büyütülmesi.....	31
6.1.1. Profilometre ölçümü.....	33
6.1.2. Optik geçirgenlik ölçümleri.....	34
6.1.3. Tauc eğrisinden band gap enerji değeri hesaplama.....	36
6.1.4. Elektriksel iletkenlik ölçümleri.....	37
6.1.5. XRD ölçümleri.....	38
6.2. AgNT/PI Üzerine Nb ₂ O ₅ 'in Büyütülmesi.....	39
6.2.1. Numunelerin isimlendirilmesi.....	39
6.2.2. Optik geçirgenlik ölçümleri.....	40

	Sayfa
6.2.3. Elektriksel iletkenlik ölçümleri.....	42
7. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	45
KAYNAKLAR.....	47
ÖZGEÇMİŞ.....	51



ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Nb ₂ O ₅ fazlarının kristal yapısı	4
Çizelge 6.1. Numunelerin isimlendirilmesi	32
Çizelge 6.2. Tauc eğrisi hesaplama sonuç tablosu	36
Çizelge 6.3. SPI35 numune akım-gerilim tablosu ve yüzey direnci	38
Çizelge 6.4. Numune isim kodlama tablosu	39
Çizelge 6.5. Farklı katmanlı esnek PI altaşlarda geçirgenlik sonucu	41
Çizelge 6.6. SPINW35 kodlu numunenin Hall etkisi ölçüm sonuçları	42

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Nb ₂ O ₅ yapısının araştırılmasının kilometre taşları	3
Şekil 2.2. Sıcaklıkla birlikte Nb ₂ O ₅ kristal faz durumları	5
Şekil 2.3. (a) TiO ₂ ve Nb ₂ O ₅ 'in enerji bandı diyagramı, (b) Nb ₂ O ₅ -TiO ₂ n-n bağlantısının arayüzeydeki enerji bandı diyagramı	6
Şekil 5.1. Etelux Lab2000 IoT glovebox cihazı	21
Şekil 5.2. Laurell Model WS-650Mz-23NPPB dönel kaplama cihazı	22
Şekil 5.3. Weightlab WSA-224T hassas tartı	23
Şekil 5.4. OHAUS GUARDIAN 5000 ısıtıcı ve karıştırıcı	24
Şekil 5.5. Aerosol Jet 5X sistemi	25
Şekil 5.6. PERKIN ELMER Lambda2S UV-Vis spektrometresi	26
Şekil 5.7. APD 2000 PRO XRD cihazı	27
Şekil 5.8. Lake Shore Hall ölçüm sistemi	28
Şekil 5.9. Veeco Dektak-150 profilometre.....	29
Şekil 6.1. Guardian ısıtıcı üzerinde 500 rpm de Nb ₂ O ₅ çözeltisi	31
Şekil 6.2. Spin coater cihazında Nb ₂ O ₅ çözelti alttaş üzerine damlatılarak kaplanması .	32
Şekil 6.3. Nb ₂ O ₅ çözeltisi ile kaplanan numunelerin ısıtıcıda 120°C bekletilme prosedürü	32
Şekil 6.4. SPI50 kodlu numune kalınlığı: 67.39 nm.....	33
Şekil 6.5. SPI35 kodlu numune kalınlığı: 69.06 nm	33
Şekil 6.6. SPI25 kodlu numune kalınlığı: 100.50 nm	34
Şekil 6.7. Optik geçirgenlik grafiği	35
Şekil 6.8. Nb ₂ O ₅ /PI numunesi	35
Şekil 6.9. Elektron bantlar arası geçişin doğrudan ve dolaylı mekanizmaları	36
Şekil 6.10. SPI35 kodlu Nb ₂ O ₅ /PI yapısının Tauc grafiği	37

Şekil	Sayfa
Şekil 6.11. PI ve Nb ₂ O ₅ /PI numunelerinin XRD sonuç grafiği	39
Şekil 6.12. Farklı rpm'lerde Nb ₂ O ₅ ile kaplanan numunelerin optik geçirgenlik grafiği	40
Şekil 6.13. SPINW35 kodlu numune ile elde edilen Tauc grafiği	40
Şekil 6.14. (a) SPINW50 kodlu numunenin geçirgenliği, (b) SPINW35 kodlu numunenin geçirgenliği	41
Şekil 6.15. Hall etkisi ölçüm öncesi SPINW35 kodlu numune fotoğrafı	42



SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

Nb₂O₅

Niyobyum pentoksit

TiO₂

Titanyum dioksit

Açıklamalar

Kısaltmalar

Açıklamalar

CCR

Kapalı Çevrim Soğutma

ETL

Elektron Taşıyıcı Katmanı

HTL

Hole Taşıyıcı Katmanı

PI

Poliimid

PSC

Perovskit Güneş Hücresi

RT

Oda sıcaklığı

SPI

Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine

SPI25

Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, 2500 rpm

SPI30

Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, 3000 rpm

SPI35

Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, 3500 rpm

SPI40

Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, 4000 rpm

SPI45

Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, 4500 rpm

SPI50

Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, 5000 rpm

SPINW

Spin kaplama, Ag nanotel/PI alttaş üzerine

SPINW35

Spin kaplama, Ag nanotel/PI alttaş üzerine, 3500 rpm

SPINW45

Spin kaplama, Ag nanotel/PI alttaş üzerine, 4500 rpm

SPINW50

Spin kaplama, Ag nanotel/PI alttaş üzerine, 5000 rpm

T

Manyetik akı yoğunluğu

TCO

Saydam iletken oksit

XRD

X Işını Kırınımı

1. GİRİŞ

Yeşil ve yenilenebilir enerji alanında kullanılan yüksek performanslı perovskit güneş hücreleri (PSC) üzerine yapılan çalışmalar her geçen gün hızla artmaktadır. PSC, perovskit yapıların yüksek soğurma katsayıları, elektron-deşik difüzyon uzunluğu gibi üstün özellikler ile yüksek fotovoltaj dönüşüm verimliliğine sahip olmalarından dolayı literatürde ilgi görmektedir. PSC'lerin dönüşüm verimliliği ve yük aktarım kararlılıklarında kaydedilen hızlı ilerlemesi ile gelecekteki enerji taleplerinin karşılanabilecek düzeyde olması beklenmektedir. Yüksek verimliliğe sahip geleneksel bir düzlemsel PSC, tipik olarak şeffaf bir iletken oksit (TCO) katmanından, p-tipi bir yarı iletken olan bir deşik taşıma katmanından (HTL), geniş bant aralıklı n-tipi bir yarı iletken olan bir elektron taşıma katmanından (ETL) ve bir perovskit soğurucu katmanından oluşur. ETL'ler yük taşıma yoluyla PSC'lerde temel bir rol oynamakta olup daha iyi aygıt performansı için önemli bir bileşendir. ETL'nin mezogözenekli yapısı, perovskit'in kristalleşmesini ve film oluşumunu teşvik etmekte olup fotonla üretilen elektronların göç yolunu kısaltmaktadır. Yük taşınımında katmanlar arası bant ofsetleri önemli olduğundan uygun bir ETL, perovskit malzemeyle eşleşen bir enerji bandı konumuna sahip olmalıdır [1].

Titanyum oksit (TiO_2), Çinko oksit (ZnO), Kalay oksit (SnO_2), difenilfosfin oksit ve naftalin diimid (NDI) yapısına dayanan n-tipi malzemeler dâhil olmak üzere ETL malzemeleri, bugüne kadarki değerli malzemeler arasında görülmektedir [12]. ZnO , mükemmel elektriksel özellikleri nedeniyle ters çevrilmiş organik güneş hücrelerinde (I-OSC'ler) ETL olarak yaygın bir biçimde kullanılmaktadır. Bununla birlikte, elektriksel özelliklerini geliştirmek için ETL olarak kullanılan ZnO 'ya uygulanan yüksek sıcaklık işlemi ($>300^\circ\text{C}$), esnek alt tabakaların sınırlı sıcaklık toleransı nedeniyle bu ETL'nin esnek I-OSC'lere uygulanması bir engel olarak görülmüştür. TiO_2 genellikle yüksek sıcaklıkta ($>450^\circ\text{C}$) sinterleme gerektirmekte olup bu da esnek cihazların üretimi için istenmeyen bir kriterdir [2].

Bu malzemelere ek olarak Niyobyum pentoksit (Nb_2O_5), mükemmel optik geçirgenliği ve yüksek taşıyıcı hareketliliği nedeniyle PSC'ler için ideal bir ETL malzemesi olarak görülmüştür. Önemli bir dielektrik ve yarı iletken malzeme olan Nb_2O_5 , çok sayıda kristal polimorfuna, su ve oksijenden daha yüksek kimyasal kararlılığa ve çoğu metal oksitten daha

yüksek bir erime noktasına sahiptir. Nb_2O_5 malzemeleri elektrokimya, lityum piller, katalizörler, iyonik sıvı geçitleme ve mikroelektronik alanlarında kapsamlı olarak incelenmektedir. ETL olarak oda sıcaklığında püskürtülmüş (sputtering) Nb_2O_5 kullanarak yüksek verimli PSC'ler elde edilmiştir. Amorf Nb_2O_5 (a- Nb_2O_5) ETL, herhangi bir ısıl işlem olmaksızın düzlemsel PSC'ler için %17.1'lik en iyi güç dönüşüm verimliliğini (PCE) sağladığı gösterilmiştir [2]. İlginç bir şekilde kristal Nb_2O_5 (c- Nb_2O_5), yüksek sıcaklıkta (500°C) tavlama ile %17.2'lik çok benzer bir PCE ile sonuçlanmış olup bu durum a- Nb_2O_5 'in enerji tasarrufundaki büyük avantajını göstermektedir. Böylelikle a- Nb_2O_5 filminin özellikleri üzerine sistematik bir araştırma gerçekleştirilmiştir. Hall etkisi ölçümleri, a- Nb_2O_5 filminin hem yüksek hareketliliğine hem de iletkenliğine işaret etmektedir. Kelvin prob kuvvet mikroskobu ölçümleri a- Nb_2O_5 ve c- Nb_2O_5 'in Fermi seviyelerini sırasıyla -4.31 eV ve -4.02 eV olarak tanımlamıştır. Ayrıca Nb_2O_5 filmindeki ek ısıl işleminden bağımsız olarak Nb_2O_5 /perovskit arayüzünde verimli elektron ekstraksiyonuna izin verdiği gözlemlenmiştir [2]. Başka bir çalışmada ise düşük sıcaklık sürecinden yararlanılarak, a- Nb_2O_5 bazlı esnek PSC'leri %12.1'lik bir PCE elde edilmiştir. Oda sıcaklığındaki üretimi ve a- Nb_2O_5 'in yüksek cihaz performansı, optoelektrik cihazlarda uygulanması için iyi bir potansiyel olduğunu göstermektedir [2].

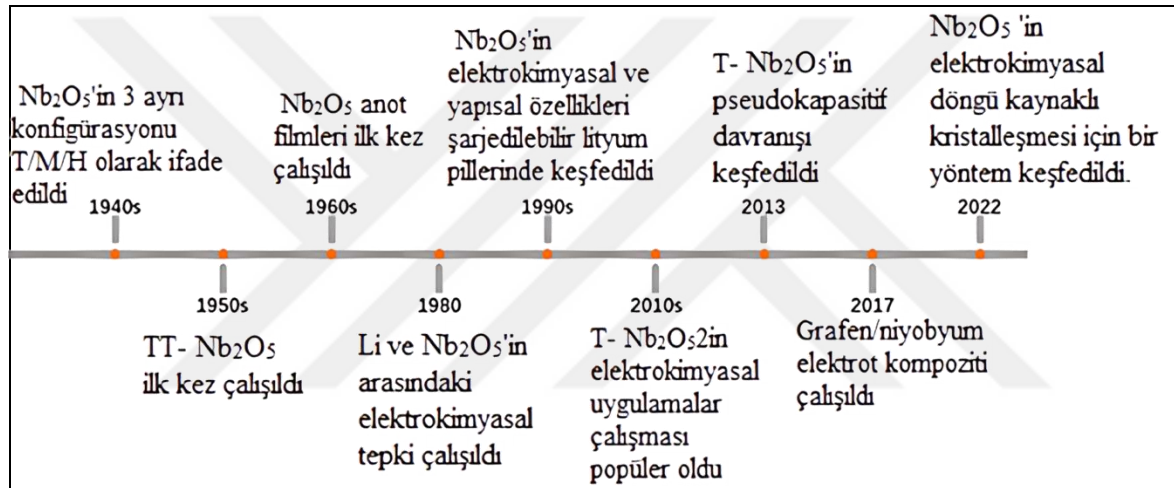
Güneş pilleri plastikler, metaller ve cam dâhil olmak üzere çeşitli alt tabakalarda kullanılabilir. Plastik altaşlar mükemmel esnekliğe sahip ve hafiftir. PET (polietilen tereftalat), PEN (polietilen naftalat) ve PI (poliimid) plastikler yaygın seçeneklerdendir. Özellikle taşınabilir güneş enerjisi uygulamaları için kullanışlı olmaktadır. Çalışmada bu tür avantajları elde etmek için sahip olduğu özellikleri nedeniyle esnek altaş olarak PI tercih edilmiştir.

Bu tez çalışmasının ikinci bölümünde Nb_2O_5 'in yapısal, optik, mekanik ve elektriksel özellikleri anlatılmıştır. Üçüncü bölümde Nb_2O_5 'in sentez yöntemleri tanıtılmıştır. Dördüncü bölümde Nb_2O_5 'in kullanım alanları sunulmuştur. Beşinci bölümde kullanılan cihazlar hakkında bilgiler verilmiştir. Altıncı bölümde Nb_2O_5 'in üretimi ve karakterizasyonu çalışmaları verilmiştir. Son olarak tez çalışmasındaki sonuçlar ve öneriler yedinci bölümde verilmiştir.

2. NİYOBYUM PENTOKSİTİN ÖZELLİKLERİ

Niyobyum pentoksitler (Nb_2O_5) uzun süredir incelenmekte olup [3] farklı potansiyel uygulamalar için teknolojik açıdan ilgi görmektedir. Şekil 2.1 bu yapının kapsamlı araştırma geçmişini göstermektedir. Örneğin; niyobyum oksitler, interkalasyon pseudo kapasitansları nedeniyle enerji depolama uygulamaları için uygun olmaktadır [4].

Nanoyapılı Nb_2O_5 , kuantum etkisi ve yüksek spesifik yüzey alanı oranı ile genellikle yığın formlarına kıyasla farklı fiziksel ve kimyasal özelliklere sahiptir.



Şekil 2.1. Nb_2O_5 yapısının araştırılmasının kilometre taşları [3]

Niyobyum pentoksit özellikle yüksek kırılma indisi ve düşük emilimi ile optik uygulamalar için TiO_2 'ye uygun bir alternatif olmaktadır. Nb_2O_5 malzemeleri elektrokimya, lityum piller, katalizörler, iyonik sıvı geçitleme, güneş pillerinde, VIS ve NIR bölgelerindeki cam üzerinde yansımaya önleyici kaplamalar, lazer aynalar ve ışın ayırıcılar için çok katmanlı kaplamalar ve mikroelektronik alanlarında kapsamlı olarak incelenmiştir [3].

Nb_2O_5 , 4.6 bağıl yoğunluğa ve $1520^\circ C$ gibi yüksek bir erime noktasına ve geniş bant aralığına sahip beyaz bir kristal veya toz bir yapıya sahiptir. Isıtıldığında sarı renk almakta olup suda çözünmezken hidroflorik asit ve sülfürik asitte çözünürlük göstermektedir. Nb_2O_5 , çeşitli fiziksel ve kimyasal özelliklere sahiptir ve bu da onu çeşitli uygulamalarda oldukça değerli kılmaktadır. Ayrıca bu malzeme havada kararlı kalmakta, suda çözünmemekte ve kapsamlı polimorfizm sergilemektedir [5].

2.1. Nb₂O₅'in Yapısal Özellikleri

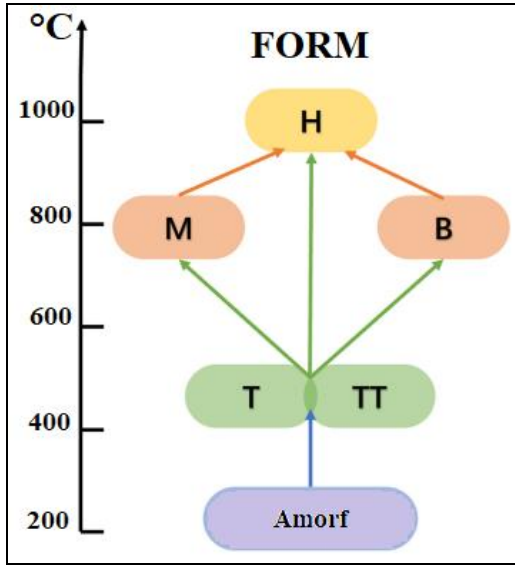
Şüphesiz Nb₂O₅'in farklı kristal fazları birçok özelliğe sahiptir. Nb₂O₅'in tüm kristal fazları eşit derecede yaygın olmamaktadır. En yaygın olanları TT-Nb₂O₅, T-Nb₂O₅ ve H-Nb₂O₅'tir. Bunlara karşılık gelen kafes parametreleri Tablo 1'de verilmiştir. Özellikle bazı makalelerde Nb₂O₅'in kristal fazları γ (T), β (M) ve α (H) olarak yeniden adlandırılmıştır [3].

Çizelge 2.1. Nb₂O₅ fazlarının kristal yapısı

Materyaller	Kristal Yapısı
TT- Nb ₂ O ₅	Pseudohexagonal
T- Nb ₂ O ₅	Orthorhombic
M- Nb ₂ O ₅	Tetragonal
H- Nb ₂ O ₅	Monoclinic

Örneğin; H fazının dielektrik sabiti 100'e ulaşabilmektedir. T fazı, diğer maddelerle reaksiyonlara karşı direnci ve döngüsel kararlılığı da dâhil olmak üzere mükemmel elektrokimyasal özellikleri ile elektrokimyada uygulanmaktadır. TT fazının elektrokromik bir malzeme olarak uygulanmasını değerlendirmek için kapsamlı araştırmalar yapılmıştır.

Amorf Nb₂O₅ tipik olarak çeşitli düşük sıcaklık sentez yöntemleriyle elde edilmekte ve daha sonra yaklaşık 500°C'de TT veya T fazına kristalize edilebilmektedir (Şekil 2.2). Orta sıcaklıklarda (~800°C) malzeme M fazına (tetragonal) dönüşebilirken H fazı $\geq 1000^\circ\text{C}$ 'de oluşmaktadır. Sıcaklığın yanı sıra diğer faktörlerinde Nb₂O₅ kristalinin oluşumunu etkileyebileceğine dikkat edilmelidir. Faz kararlılığı çevresel sıcaklık ve basınçtan etkilenirken polimorfların varlığı ısıtma ve hazırlama yöntemlerine bağlı olmaktadır [3].

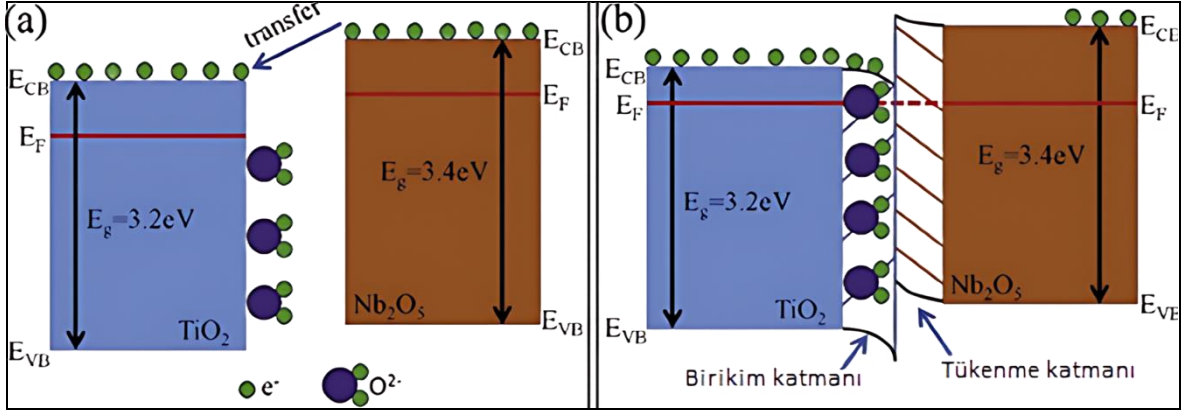


Şekil 2.2. Sıcaklıkla birlikte Nb₂O₅ kristal faz durumları [3]

Termodinamik olarak en kararlı niyobyum oksit niyobyum pentoksittir (Nb₂O₅). Nb₂O₅'in diğer çalışmalarda ayrıntılı olarak ele alınan birçok farklı polimorfu vardır [3]. En önemli polimorflar, bir üst yapıya sahip ortorombik simetriye sahip olan düşük sıcaklık polimorfu T-Nb₂O₅ ve en kararlı polimorf ve monoklinik simetriye sahip olan yüksek sıcaklık polimorfu H-Nb₂O₅'tir. Burada T-Nb₂O₅, pratik uygulamalar için en uygun olan faz hâlidir. Bu nedenle daha düşük sıcaklıklarda oluşturulabilir ve interkalasyon pseudo kapasitansı sergilemektedir [3].

2.2. Elektriksel Özellik

Metal oksitlerin özellikleri elektronik cihazların geliştirilmesinde kritik bir rol oynamaktadır. Özellikle bant yapısı, elektriksel iletkenliği ve optik geçirgenlik gibi temel parametreler önem taşımaktadır. Elektronik uygulamalarda niyobyum oksit, özellikle de termodinamik olarak en kararlı niyobyum oksit olan Nb₂O₅ büyük ilgi görmektedir. Nb₂O₅ için dielektrik sabitleri 41-120 arasında değişen önemli farklılıklar ve tutarsızlıklar göstermektedir. Bant aralığı 3.4-5.3 eV arasında değişmektedir ve geniş bant aralığına sahip n-tipi bir yarı iletken olarak sınıflandırılmaktadır. İletim bandı Nb₅⁺'in boş 4d orbitalleri tarafından oluşturulmaktadır. TiO₂'den yaklaşık olarak 0.2-0.4 eV daha büyüktür [6].



Şekil 2.3. (a) TiO₂ ve Nb₂O₅'in enerji bandı diyagramı, (b) Nb₂O₅-TiO₂ n-n bağlantısının arayüzeydeki enerji bandı diyagramı

Şekil 2.3'te ECB, EVB ve E_F sırasıyla iletim bandı kenar potansiyeli, valans bandı kenar potansiyeli ve Fermi seviyesidir [7]. Nb₂O₅, optoelektronik cihazlarda yaygın olarak kullanılan MNbO₃ (M = Li, K, Na) gibi alkali metal niobatların sentezlenmesinde kullanılmaktadır. Nb₂O₅, 3.1 eV (yarı iletken davranış) ile 5.3 eV (yalıtkan davranış) arasında değişen bant aralığı enerjileri (E_g) sergilemektedir. Bant aralığı enerjisi yabancı iyonlar ve diğer yöntemler eklenerek ayarlanabilmektedir. Klima ve diğerlerine göre sol-jel tekniği ile biriktirilmiş Nb₂O₅'teki farklı yapılar orto, δA ve δB altıgen gibi farklı geçirgenliklere karşılık gelmektedir [8]. Aynı zamanda geçirgenlik tensörünün incelenmesi Nb₂O₅'in anizotropik dielektrik davranış sergilediğini ortaya koymaktadır. Ayrıca elektron taşıma katmanının güneş pili performansı üzerinde önemli bir etkisi vardır. [9]'deki çalışmada PSC'lerde ETL olarak kullanılan Nb₂O₅ filmini düşük sıcaklıkta biriktirmek için kolay bir çözelti işleme yöntemi sunulmuştur.

2.3. Optik Özellikler

Son zamanlarda çok yönlü bir malzeme olan Nb₂O₅'e yönelik artan bir ilgi söz konusudur. Bu malzeme geniş bant aralığı, suda çözünmezliği ve havada kararlılığı ile ultraviyole bölgede şeffaflık sergilemektedir. Bu özelliği sayesinde şeffaf bir oksit yarı iletken malzeme olarak tanınmaktadır. Nb₂O₅ filmlerinin geniş bant aralığı, yüksek kırılma indisi, mükemmel termokimyası ve kararlılığı gibi ilginç özellikleri ile çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Bu uygulamalar fotoelektrik cihazlar, kataliz, gaz sensörleri, yüksek performanslı oksit camlar ve EC cihazlarını kapsamakta olup bunlarla sınırlı olmamaktadır. Bu malzeme güneş

pilleri, bataryalar, fotodetektörler ve diğer elektronik cihazlardaki potansiyel uygulamaları ile ilgi görmektedir [10].

Le ve diğerleri tarafından üç farklı sıcaklıkta (500°C, 800°C ve 1100°C) sinterlenen H-Nb₂O₅, O-Nb₂O₅ ve M-Nb₂O₅ dâhil olmak üzere kristal Nb₂O₅ nanofiberlerin bant aralığını belirlemek için çalışmalar yapılmıştır. H-Nb₂O₅, O-Nb₂O₅ ve M-Nb₂O₅ için bant boşlukları sırasıyla 3.85 eV, 3.77 eV ve 3.79 eV olarak ölçülmüştür [11].

Nb₂O₅, hava ve suda kararlılık, asit ve bazlara karşı direnç, yüksek kırılma indisi (550 nm’de $n = 2.4$), düşük sönme katsayısı ve UV-Vis-NIR bölgesinde yüksek şeffaflık gibi özellikleri ile kullanışlı optik malzemelerden biridir. Örneğin; akıllı pencerelerde, güneş pillerinde ve kimyasal sensörlerde yaygın olarak kullanılmaktadır [12].

Silikon güneş pilleri için yansımaya önleyici katman olarak sıklıkla kullanılan kaplama TiO₂’dir ve 600 nm dalga boyunda yok olma katsayısı yaklaşık 10^{-3} olarak ele alınmaktadır. Bu katsayı, güneş pilinden yansımaya kayıplarının yaklaşık %2-3’e düşürülmesini sağlamaktadır. İncelenen Nb₂O₅ ince filmlerinde $\lambda = 600$ nm için yok olma katsayısı değeri 3.59×10^{-5} ’e eşittir ve kırılma indisi 2.30’dur. Sönme katsayısının bu değeri, biriktirilen ince filmlerin görünür ışık aralığında ışığı neredeyse hiç absorbe etmediğini göstermektedir. Ayrıca yüksek iletim katsayısı ve uygun kırılma indisi sayesinde Nb₂O₅ kaplamalar silikon güneş pilleri için yansımaya önleyici katmanlar olarak kullanılabilir [12].

2.4. Mekanik Özellikler

Optik ve elektriksel özelliklerine ek olarak Nb₂O₅’in mekanik mukavemeti, elektronik cihazların üretiminde, özellikle aktüatörlerin ve esnek mekanik bileşenlerin üretiminde önemli bir rol oynamaktadır. İnce filmler, biriktirme yöntemi veya alt tabakanın getirdiği sınırlamalar ile genellikle gerilme veya gerilmelere maruz kalmaktadır. Püskürtülmüş Nb₂O₅ filmler tipik olarak 5.6-6.8 GPa arasında değişen bir ortalama sertlik (H) ve 117-268 GPa’ya ulaşan bir Young modülü (Er) sergilemektedir. Bu mekanik özellikler filmin kristal yapısından etkilenmektedir. Püskürtülmüş bir Nb₂O₅ filmi içeren MIM kapasitör, yaygın olarak kullanılan bir bükme testi tekniği olan çökme yarıçapı testine tabi tutulmuştur. Bulgular, cihazın maksimum 2500 kez tekrarlanan testlere dayanacak şekilde kayda değer bir sağlamlık ve esneklik sergilediğini göstermektedir [13].

Son zamanlarda mikroelektronik cihazlarda mevcut kapı oksitlerinin yerini almak üzere yüksek geçirgenliğe sahip dielektrik olarak Nb_2O_5 kullanımını büyük ilgi görmektedir [12]. Geleneksel yüksek geçirgenlikli malzemelere kıyasla Nb_2O_5 'in olağanüstü termal kararlılığı ve mekanik direnci sayesinde bu tür ince filmler, kapasitörler, lityum piller ve güneş pilleri vb. birçok uygulama için elverişlidir.



3. Nb₂O₅'İN SENTEZ YÖNTEMLERİ

Araştırmacılar, ekoloji dostu ve sağlam bir oksidasyon kapasitesine sahip ve toksik olmayan bir madde olan Nb₂O₅'e yoğun ilgi göstermektedir. Geniş potansiyel uygulamaları ile bu malzemenin birçok hazırlama yöntemini keşfetmek üzere kapsamlı araştırmalar yapılmaktadır. Uygun sentez yönteminin seçilmesindeki temel motivasyon, Nb₂O₅'in özelliklerini, özellikle kristal fazını ve morfolojisini değiştirmektir. Bu tez kapsamında, Nb₂O₅ çözeltilisini üretmeye ve Nb₂O₅ film özelliklerinin geliştirilmesine yönelik çalışmalar yapılmıştır. Nb₂O₅ filmini hazırlamak için darbeli lazer ayrıştırma (PLD), elektrodpozisyon, magnetron püskürtme, plazma daldırma iyon implantasyonu ve sol-jel işlemi dâhil olmak üzere çeşitli teknikler kullanılmaktadır.

Örneğin hidrotermal yöntem, Nb₂O₅ nanorodları ve deniz kestanesi nanoyapılarını sentezlemek için kullanılabilir. Ayrıca çökeltme kuralı ile gözenekli bir yapıya sahip olan nanosfer tabakası oluşturulmuştur. Sol-jel yöntemiyle hazırlanan numuneler mercan benzeri nanoyapılar oluştururken daha uzun Nb₂O₅ nanoteller elektrospinning yöntemiyle sentezlenmiştir [14].

3.1. Hidrotermal ve Solvotermal Yöntemler

Hidrotermal ve solvotermal yöntemler basitlikleri, düşük maliyetleri ve yüksek verimleri nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır. Tipik olarak reaksiyon bir otoklav, su veya organik çözücülerle doldurulmuş teflon kaplı paslanmaz çelik bir kap içinde gerçekleşmektedir. Nb iyonu, niyobyumun asidik veya bazik çözeltilerle reaksiyonundan veya niyobyum tuzlarının çözülmesinden ortaya çıkmaktadır. Bu çözelti daha sonra birkaç saat veya gün boyunca 100-600°C'ye kadar ısıtılmakta ve bu sırada Nb₂O₅ nanoyapıları büyümektedir. Nb₂O₅ polikristal içi boş nanoküreler ve tek kristalli nanotüpler, Nb/Ti molar oranı ve kullanılan F-iyonlarının miktarı ayarlanmıştır [15]. Ayrıca hidrotermal koşullar altında Nb₂O₅ nanotellerinin ikincil çekirdeklenmesi ile ağaç benzeri Nb₂O₅ nanotüpleri üretilmiştir. Sözde altıgen Nb₂O₅ nanorod dizilerinden monoklinik Nb₂O₅ nanotüp dizileri rapor edilmiştir. Faz dönüşümü, sözde altıgen ve monoklinik Nb₂O₅ nanoyapıları arasındaki enerji farklılıklarından kaynaklanmaktadır. Gelecekteki çalışmalar, elektrokimyasal özelliklerini iyileştirmek için potansiyel olarak diğer elementlerle katkılama veya organik

moleküllerle yüzey modifikasyonları yoluyla Nb₂O₅ nanopartiküllerinin hazırlama yöntemlerine ve özelliklerinin daha da optimize edilmesine dayanmaktadır [3].

3.2. Anodizasyon Yöntemi

Anodizasyon yöntemi, oldukça gözenekli ve iyi düzenlenmiş oksit yapıları oluşturmasıyla bilinen yaygın bir nanofabrikasyon tekniğidir. Anodizasyon işlemi, çalışma ve karşı elektrotların (genellikle bir platin levha) bir elektrolit içine daldırılmasıyla başlatılır. Daha sonra akım ve gerilim uygulanarak elektrolit ve elektrot arasındaki arayüzde kimyasal reaksiyonlar başlatılır ve ince bir film yapısı oluşturulur. Ortaya çıkan filmin şekli, boyutu, elektrolit bileşimi, elektrolit sıcaklığı, uygulanan akım veya gerilim miktarı ve iletim süresi dâhil olmak üzere sayısız faktörle ilgili olabilir.

Anodize filmler tipik olarak amorfudur, ancak tavlama yoluyla kristalleştirilebilirler. Anodize Nb₂O₅ film üzerine yapılan araştırmalar 1960'lara kadar uzanmaktadır. Draper ve diğerleri tarafından niyobyum tabletler üzerinde oksit filmlerin oluşumu incelenmiştir. Elektrolit bileşim olan film malzemesinin büyümesi ve yapısal düzensizliklerini nasıl etkilediği araştırılmıştır [16].

3.3. Elektrodepozisyon

Elektrodepozisyon toz, kompozit ve ince filmler gibi çeşitli formlarda nanoyapılı malzemeler üretmek için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu teknik, bir çözeltiliye daldırılmış iki elektrot arasına elektrik potansiyeli uygulanarak ince ve düzgün bir kaplama üreten ve metal iyonlarının bir alt tabaka üzerinde birikmesine neden olan köklü bir yöntemdir. Anodizasyon yönteminin aksine elektrodepozisyon ile oluşturulan metal oksit film katottadır. Elektrodüksiyon genellikle düşük maliyetli metal malzemeler üretmek için kullanılırken elektrooksidasyon ise tipik olarak yüksek değerli malzeme üretiminde kullanılmaktadır.

Elektrodepozisyon süreci, akım yoğunluğu/gerilimi, sıcaklık ve elektrolit çözeltisine ajan eklenmesi gibi çeşitli parametreler ayarlanıp uyarlanabilmektedir. Ek olarak, alt tabakanın yüzey özelliklerinin değiştirilmesi ile istenen elektrodepozisyon özellikleri elde

edilebilmektedir. Akım yoğunluğu/gerilim çifti, elektrodepozisyon özelliklerinin kontrol edilmesinde ve farklı reaksiyonlar için eşğin belirlenmesinde önemli bir rol oynamaktadır.

Elektrodepozisyonun önemli faydalarından biri harici bir devre kullanarak reaksiyonu düzenleme yeteneği olup malzeme birikimi üzerinde doğru ve basit kontrol sağlamaktır. Nb₂O₅'in elektrodepozisyonu için sulu elektrolitlerde tipik olarak niyobyum iyonları ve hidrojen peroksit gerekli olmaktadır. Niyobyum oksitin (NbO_x) katodik elektrodepozisyonu Nb₃⁺'ün aşırı negatif indirgeme potansiyeli (NHE'ye karşı -1.1 V) tarafından engellenmektedir. Bu reaksiyon sulu çözeltilerde gerçekleştiğinde yıkıcı H₂ gazının birlikte evrimleşmesine yol açmaktadır [17].

3.4. Buhar Fazı Biriktirme

Buhar biriktirme, buharlaşmış kaynak malzemeyi belirli koşullar altında yoğunlaştırarak malzeme katmanları üretmek için kullanılan bir tekniktir. Buhar biriktirme fiziksel buhar biriktirme (PVD) ve kimyasal buhar biriktirme (CVD) olmak üzere iki ana kategoride sınıflandırılabilir.

PVD, katı veya sıvı malzeme kaynaklarının vakum ortamında buharlaştırılmasını içermektedir. Bu durum gaz hâlindeki atomların, moleküllerin veya kısmen iyonize olmuş iyonların oluşumuyla sonuçlanmaktadır. Daha sonra bu parçacıklar, alt tabaka yüzeyine gaz olarak (düşük basınç durumunda) veya plazma olarak biriktirilerek farklı işlemlere sahip filmler üretilmektedir. PVD yöntemleri; vakum buharlaştırma, püskürtme kaplama, iyon ışını destekli biriktirme, termal buharlaştırma, darbeli lazer biriktirme (PLD) olarak belirtilmektedir. PVD teknolojisi diğer malzemelerin yanı sıra metaller, alaşımlar, bileşikler, seramikler, yarı iletkenler ve polimerlerden oluşanlar dâhil olmak üzere çeşitli filmleri biriktirmenin mümkün olduğu noktaya kadar gelişmiştir. Argon (Ar) ve diğer taşıyıcı gaz preparatları ortamında metal niyobyum (Nb) veya Nb₂O₅, oksijen (O₂) ortamında doğru akım (DC) veya radyo frekansı (RF) güç kaynağı kullanılarak Nb₂O₅ ince filmleri püskürtme yöntemi ile kaplanmaktadır.

CVD, katı ve gaz arasındaki veya iki gaz fazı arasındaki arayüzde katı birikintiler oluşturmak için gaz veya buhar hâlindeki maddelerin kimyasal reaksiyonlarını içeren yaygın bir tekniktir. CVD ve PVD arasındaki temel fark, CVD biriktirme sırasında kimyasal

reaksiyonların meydana gelmesidir. CVD, çeşitli ham gaz malzemelerinin bir reaksiyon odasına sokulduğu gaz fazlı bir kimyasal büyütme işlemidir. Gazlar arasında kimyasal reaksiyonlar meydana gelmekte olup yeni malzemeler üretilmektedir. Daha sonra alt tabaka yüzeyinde biriktirilmektedir. Bu nedenle CVD, Nb₂O₅ hazırlamak için etkili bir yöntemdir ve çeşitli uygulama gereksinimlerini karşılamak için reaksiyon koşullarını düzenleyerek Nb₂O₅ filmlerinin kalınlığı, morfolojisi, şekli ve bileşimi üzerinde hassas kontrol sağlanmaktadır.

3.5. Termal Oksidasyon

Nb₂O₅'in termal oksidasyon işlemi yoluyla hazırlanması, tipik olarak başlangıç malzemesi olarak Nb metal/folyo veya toz kullanılmasını içeren basit bir prosedürdür. Malzeme daha sonra bir fırına yüklenmektedir. Nb₂O₅ oluşumunu kolaylaştırmak için yüksek oksijenli veya saf O₂ ortamında 1000°C'ye kadar ısıtılmaktadır. Termal oksidasyon süreci, O₂ gibi oksitleyici ajanların yüksek sıcaklıklarda substrat üzerine difüzyonuna dayanmaktadır. Bu maddeler daha sonra Nb malzemesi ile reaksiyona girerek yüzeyde doğrudan nano ölçekli Nb₂O₅ yapılarının oluşmasına yol açmaktadır. Bu yaklaşım, 20 mm'ye kadar uzanabilen Nb₂O₅ nanotellerin üretilmesini sağlamaktadır [18]. Ortaya çıkan nano yapılar sıcaklık, zaman, metal katalizörler ve gaz atmosferi gibi faktörlerden etkilenmektedir.

3.6. Sol-Jel Yöntemleri

Sol-jel yöntemi 1970'lerde keşfedildiğinden beri hızla geliştirilmiş ve çeşitli malzeme mühendisliği alanlarında başarıyla uygulanmıştır [19]. Ulrich 1988'de ve Hench ise 1990'da bu yöntemin geniş perspektiflerini tanımlamışlardır. Bu yöntem, düşük sıcaklıklardaki malzeme sentezi sırasında bileşimin ve homojenliğin hassas bir şekilde kontrol edilmesine izin verdiği için yöntemin özellikle ıslak kimyada geniş bir uygulama alanı bulunmaktadır. Ayrıca bu yöntem uygun maliyetli, büyük ölçekli üretim potansiyeli ile basit bir süreç sunmaktadır. Sol üretmek için ilk olarak, alkol çözeltileri tipik olarak su ile hidrolize edilmektedir. Ardından dağılmış ince parçacıklar üretmek için polimerizasyon veya agregasyon yapılmaktadır. İstenen sol bileşimine ve özelliklerine bağlı olarak bu öncü bileşikler inorganik veya metal-organik yapıda olabilmektedir. Sol-jel süreçlerinin temel kimyası diğer araştırmalarda ayrıntılı olarak ele alınmıştır [3].

Bokov ve diğeri tarafından yapılan bir arařtırmada, sol-jel iřlemi sırasında metalik alkoksitler gibi moleküler öncüler, hidrolize veya alkolize uğrayarak su veya alkoldeki çözeltilerden ısıtma ve çalkalama yoluyla jel oluşumu elde edilmiştir. Bu işlemlerden kaynaklanan jeller genellikle bir miktar su ve çözücü tuttuğı için amaçlanan özelliklerine ve uygulamalarına gerekli yöntemler kullanılarak kurutulmaları gerekmektedir. Örneğın bir alkol çözeltisi kullanılıyorsa kurutma işleminin alkolün yakılmasıyla gerçekleştirilebilmektedir [20].

Özetle, sol partikülleri bağlanarak jel olarak bilinen ve bir miktar artık su ve çözücü tutan inorganik polimerlerden oluşan bir ağ oluşturulmaktadır. Kalan su ve çözücü uzaklaştırılmadan önce soldan jele geçiş penceresinde kuru bir jel oluşturulmakta veya kaplanmaktadır. Jel daha sonra nihai yoğun ürünü oluşturmak için ısı işleme tabi tutulmaktadır.

Sol-jel yöntemi kullanılarak oksit filmlerin biriktirilmesi tipik olarak daldırma veya spin kaplama teknikleriyle gerçekleştirilmektedir. Bununla birlikte sol-jel yönteminin zayıf bağlanma nedeniyle düzensiz film kalınlığı potansiyeli dâhil olmak üzere bazı sınırlamaları mevcuttur. Ayrıca reaksiyon hızını ve gözenekliliğini kontrol etmek zor olmaktadır.

Alquier ve diğeri tarafından ilk olarak 1986 yılında sol-jel yöntemiyle Nb₂O₅ tuzu ve çözücüsü hazırlanmıştır [21]. Bu işlemlerle hazırlanan Nb₂O₅ filmlerinin kristalleşmesini teşvik etmek için tipik olarak tavlama sonrası işlem gerekli olmaktadır. Schmitt ve diğeri tarafından bu ince filmler NbCl₅ tozunu bütanol ve asetik asit karışımında çözerek hazırlanmıştır [22].

Nb₂O₅ filminin daldırma kaplama ile hazırlanmasının ardından Nb₂O₅ kaplama 400-600°C arasında farklı sıcaklıklarda tavllanmış ve yapısının amorf tan kristale (yani bir TT yapısı) kaymasına neden olmaktadır. Öncül olarak NbCl₅ ve çözücü olarak bütanol kullanılıp farklı elektrokimyasal özelliklere sahip ince filmler elde etmek için öncül çözeltilere lityum tuzu LiCF₃SO₃ eklenmiştir. 2021 yılında Xu ve diğeri tarafından kristalliğın sol-jel yöntemi ile hazırlanan Nb₂O₅'in optik özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir [23]. TG-DSC analizinde, 460°C'ye kadar amorf Nb₂O₅ ortaya çıkarılmıştır. XRD sonuçları ise amorf Nb₂O₅'in yalancı altıgen faza dönüştüğünü ve daha yüksek sıcaklıklarda kristalliğın arttığını göstermektedir.

UV-Vis ve Raman spektrum sonuçları, Nb₂O₅ atomlarının düzenlenmesinde kısa menzilli düzenden başlayarak orta menzile doğru ilerleyen ve nihayetinde uzun menzilli bir düzene ulaşan bir ilerleme olduğunu göstermektedir. Yani sıcaklık arttıkça atomların yapısal birimleri birbirine bağlayarak uzun menzilli düzenli yapılar hâline geldiği gözlemlenmiştir [23].



4. Nb₂O₅'İN KULLANIM ALANLARI

Geçtiğimiz birkaç yılda, fosil yakıtların insanlar tarafından aşırı derecede sömürülmesi ve kullanılması, kaynakların tükenmesine ve önemli çevresel sorunlara yol açmıştır. Bu nedenle, enerji kaynakları ve çevre üzerindeki baskıyı hafifletmek için yeni enerji kaynaklarına ve teknolojilerine ihtiyaç duyulmaktadır. Geleneksel içten yanmalı motorların mobil enerji depolama sistemleri ile değiştirilmesi, fosil yakıtların aşamalı olarak kullanımdan kaldırılması için çok önemlidir. Bu uygulamalar için yüksek enerji yoğunluğuna sahip enerji depolama malzemelerine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu malzeme, günlük yaşamda elektrik enerjisini depolamak için kullanılan lityum-iyon piller (LIB'ler), süper kapasitörler (SC'ler) ve güneş hücresinde verimliliğin artmasında önemlidir. Ayrıca bu malzeme, elektrikli araçlarda yaygın bir şekilde benimsenerek küresel çapta büyük ilgi görmektedir. Nb₂O₅'in benzersiz elektriksel özellikleri ile güneş hücresinde ETL katmanı olarak LIB'ler ve SC'lerdeki uygulamalar üzerinde kapsamlı araştırmalar yapılmaktadır [3].

4.1. Lityum-iyon Piller

Bu bataryalar HSC'ler, elektrikli araçlar, akıllı telefonlar vb. için çok önemli olup ilgili endüstrilerdeki gelişmeleri yönlendirmektedir. Sürdürülebilir ve yüksek kapasiteli anot malzemelerinin geliştirilmesi yüksek verimli batarya teknolojisinin önemli bir parametresi olmaktadır. Grafit (Gr), LIB'lerde en yaygın kullanılan anot malzemesidir [24]. Karbon nanotüpler ve grafen anot malzemeleri olarak büyük önem taşımaktadır [25]. Ancak bu karbonlu malzemeler yüksek üretim maliyetleri, karmaşık, büyük ölçekli üretim süreçleri ve sürdürülebilir olmayan rotalarla sınırlı olmaktadır. Sonuç olarak, çevre dostu ve uygun maliyetli yeni anot malzemelerinin geliştirilmesi zorunlu bir hâle gelmektedir. Bu tür ilerlemeler, batarya teknolojisinin sürdürülebilir büyümesini sağlamak için gereklidir. Uygun maliyetli ve sürdürülebilir alternatifler geliştirmeye yönelik bu çaba, bu alanda devam eden araştırma ve yenilik ihtiyacını vurgulamaktadır. Son zamanlarda, niyobyum oksit bazlı malzemelerin ve bunların kompozitlerinin LIB'lerde kullanılmasına büyük ilgi duyulmaktadır [3].

4.2. Süper Kapasitörler

Günümüzde elektrikli araçların tüketici elektroniği, büyük güç istasyonları ve hibrit elektrikli araçlardaki (HEV'ler) uygulamalarıyla birlikte batarya ve HSC'lerin kullanımına doğru önemli bir eğilim göstermektedir. SC'ler bataryalara kıyasla önemli ölçüde daha yüksek güç yoğunluğu, daha uzun çevrim ömrü ve hızlı şarj özellikleri gibi avantajlar sunmaktadır [3].

Buna ek olarak, Nb₂O₅ bazlı malzemeler düz bir şarj-deşarj platformundan yoksundur ve diğer alaşım tipi veya dönüştürülmüş bileşiklerden daha düşük bir teorik kapasiteye sahiptir. Ayrıca hızlı Faraday olmayan kapasitif katotlar ile yavaş Faraday pil tipi anotlar arasında bir güç kapasitesi dengesizliği mevcuttur [26]. Bu sınırlamalara rağmen Nb₂O₅ bazlı malzemeler benzersiz yapısal avantajları, güçlü hız performansları ve döngü kararlılıkları sayesinde EESC cihazlarında gelecekte işleri kolaylaştırabileceği öngörülmektedir.

4.3. Yüksek Oranlı Elektrot

Kim ve diğerleri tarafından kristalliğin SC'ler için Nb₂O₅'in kapasitans tepkisi üzerindeki etkisini değerlendirmek üzere bir çalışma yapılmıştır [27]. Aynı zamanda Augustyn ve diğerleri tarafından yapılan çalışmada ise interkalasyonlu pseudo kapasitanslar ile yüksek hızlı şarj depolama cihazları elde etmek için 40 mm'ye kadar kalınlığa sahip elektrotların kullanılabilmesi gösterilmiştir [4]. Lubimtsev ve diğerleri tarafından Nb₂O₅ kristallerinde interkalasyonlu pseudo kapasitansların yüksek hızlı davranışına katkıda bulunan faktörleri araştıran bir çalışma gerçekleştirilmiştir [28].

Zhang ve diğerleri tarafından yapılan çalışma ile T-Nb₂O₅/karbon (Nb₂O₅/C) ve T-Nb₂O₅/mezogözenekli karbon (Nb₂O₅/MC) başarıyla sunulmuştur [29]. Her iki numunede yapısal kararlılığı ve elektrokimyasal performansı artıran gözenekli karbon kabuklarla kaplanmıştır. Nb₂O₅/MC'nin gelişmiş elektrokimyasal performansı, daha fazla yük depolama kapasitesi sağlayan yüksek spesifik yüzey alanına (SSA) sahip Nb₂O₅ nanopartiküllerine işaret edilmektedir. Ayrıca birbirine bağlı mezogözenekli karbon kabuklar etkili iyon, difüzyonunu kolaylaştırmakta olup elektrot malzemesi içindeki yük transfer kinetiğini geliştirmektedir [3].

4.4. Perovskit Güneş Hücresi

PSC'lerin verimliliği ve kararlılığı, cihazdaki ETL olarak seçilen malzemelerin morfolojisine ve türüne büyük ölçüde bağlıdır. Nb_2O_5 , PSC'lerde ETL'ler için uygun bant hizalaması ve ultraviyole kararlılığı gibi faydalı özellikler göstermektedir. PSC'lerde, ETL'ler için fotojenize elektronların çıkarılması ve taşınması çok önemlidir. İyi bir ETL'nin özellikleri arasında yüksek yük hareketliliği ve perovskit ile iletim bandı hizalanması yer almaktadır. TiO_2 , n-i-p cihazlarda en çok kullanılan ETL'dir. Ancak bu malzeme, elektron deliği rekombinasyonundan ve bozulmasından sorumlu olan oksijen boşluğu kusurları nedeniyle kararlılık ve verimlilik açısından sınırlamalar getirmektedir. Nb_2O_5 , iyi elektronik enerji seviyesi hizalaması, daha yüksek kararlılığı ve TiO_2 'ye kıyasla daha düşük fotoaktivitesi ile PSC'ler için ilginç bir alternatiftir [2].

Hem verimli hem de istikrarlı perovskit güneş pilleri üretmek için ETL'nin tasarlanması, yüksek yük çıkarılabilirliğini korurken sürekli ışık aydınlatmasına ve termal strese dayanması açısından önem arz etmektedir. ETL için farklı malzemelerin kullanıldığı bazı çalışmalar mevcuttur. ETL olarak ZnO bazlı malzemeler son zamanlarda PSC cihazlarında düşük sıcaklıkta, düşük maliyetli ve esnek cihazlar için araştırılmaktadır. Lung-Chien Chen ve Zong-Liang Tseng tarafından ETL olarak ZnO malzemelerini kullanan PSC'ler incelenmiştir [30].

Diğer geleneksel metal oksit elektron taşıma malzemeleriyle karşılaştırıldığında SnO_2 , daha derin bir iletim bandına ve daha yüksek elektron hareketliliğine sahiptir. Bununla birlikte yük çıkarma ve aktarımını kolaylaştırmak için verimli bir şekilde bir ETL olarak hizmet edebilmektedir. Xiangping Huan ve diğerleri tarafından PSC'lerde ilk kez SnO_2 içine polietilenimin polielektrolit katkıları ile optimize edilmiş düşük sıcaklıkta çözelti ile işlenmiş bir SnO_2 ETL elde edilmiştir [31].

Ayrıca ETL, PSC'ler için kritik bir bileşendir. Bu katman, elektronların çıkarılması ve taşınmasında önemli bir rol oynamaktadır. Yaygın olarak kullanılan geniş bant aralıklı metal oksitler (TiO_2 , ZnO, SnO_2 , vb.) genellikle UV ışığı altında perovskit malzemelere karşı istenmeyen fotokatalitik aktivite içermekte olup bu durum PSC'lerin uzun vadeli stabilitesini zayıflatmaktadır [32].

Yaygın olarak kullanılan bir ETL malzemesi olan TiO_2 , genellikle yüksek sıcaklıkta ($>450^\circ\text{C}$) sinterleme gerektirmekte olup bu durum esnek cihazların imalatı için istenmemektedir. Amorf Nb_2O_5 (a- Nb_2O_5) ETL, herhangi bir ısıl işlem olmaksızın düzlemsel PSC'ler için %17.1'lik en iyi güç dönüşüm verimliliğini (PCE) sağlayabilmektedir. Kristal Nb_2O_5 (c- Nb_2O_5), yüksek sıcaklıkta (500°C) tavlama ile %17.2'lik çok benzer bir PCE ile sonuçlanmaktadır. Bu durum, a- Nb_2O_5 'in enerji tasarrufundaki büyük avantajını göstermektedir.

Xufeng Ling ve diğerleri tarafından a- Nb_2O_5 filminin özellikleri üzerine sistematik bir araştırma gerçekleştirilmiştir [2]. Hall etkisi ölçümleri, a- Nb_2O_5 filminin hem yüksek hareketliliğini hem de iletkenliğini göstermektedir. Kelvin prob kuvvet mikroskobu ölçümleri, a- Nb_2O_5 ve c- Nb_2O_5 'in Fermi seviyelerini sırasıyla -4.31 ve -4.02 eV olarak tanımlamaktadır. Bundan dolayı Nb_2O_5 filmindeki ek ısıl işleminden bağımsız olarak Nb_2O_5 /perovskit arayüzünde verimli elektron ekstraksiyonuna izin vermektedir. Düşük sıcaklık sürecinden yararlanarak a- Nb_2O_5 tabanlı esnek PSC'leri %12,1'lik önemli bir PCE ile gösterilmiştir. Oda sıcaklığında işleme ve a- Nb_2O_5 'in yüksek cihaz performansı, optoelektrik cihazlarda uygulanması için büyük bir potansiyel olduğunu göstermektedir [2].

ZnO , SnO_2 , Nb_2O_5 ve Zn_2SnO_4 ve BnSnO_4 gibi diğer oksit malzemelerin kullanımı rapor edilmiş olsa da şimdiye kadar en iyi performans gösteren PSC'ler, mezoskopik tipi cihazlarda ETL olarak kompakt veya mezoyapılı titanyum dioksit (TiO_2) kullanmaktadır. Nb_2O_5 , TiO_2 'ye göre daha iyi UV kararlılığına sahip n-tipi bir yarı iletkenidir. Ancak Nb_2O_5 , magnetron püskürtme tekniği kullanılarak PSC'lerde biriktirilebilmektedir [9].

Son zamanlarda kararlı, tamamen organik, kurşunsuz $\text{Cs}_3\text{Sb}_2\text{I}_{9-x}\text{Cl}_x$ perovskit benzeri güneş pilleri ETL'nin önemli olduğu yerlerde büyük ilgi görmüştür. Zhao ve diğerleri tarafından amorf Nb_2O_5 (a- Nb_2O_5) ETL tabakasının optik bant aralığını artırmak, iletim bandı minimumunu (CBM) iyileştirmek, a- Nb_2O_5 / $\text{Cs}_3\text{Sb}_2\text{I}_{9-x}\text{Cl}_x$ arayüzündeki yük rekombinasyonunu bastırmak ve $\text{Cs}_3\text{Sb}_2\text{I}_{9-x}\text{Cl}_x$ güneş pillerinin kaçak akımını azaltmak amacıyla oda sıcaklığında püskürtme teknolojisi ile hazırlanan bir çalışma yapılmıştır. Daha da önemlisi a- Nb_2O_5 tabanlı $\text{Cs}_3\text{Sb}_2\text{I}_{9-x}\text{Cl}_x$ güneş pili, a- TiO_2 ETL'yi (%0.69) içeren $\text{Cs}_3\text{Sb}_2\text{I}_{9-x}\text{Cl}_x$ cihaza kıyasla daha yüksek bir verimlilik (%1.75) sunmaktadır. Ayrıca a- Nb_2O_5 ETL, havadaki cihaz kararlılığını artırmaktadır. [25]'teki çalışmada a- Nb_2O_5

ETL'nin $Cs_3Sb_2I_{9-x}Cl_x$ güneş pillerinin performansını artırmada bir taşıyıcı kontrolörü ve taşıyıcı katmanı olarak etkisi vurgulanmaktadır [33].

Bu tez çalışmasında ise sol-jel tekniği kullanılarak düşük sıcaklıkta üretilen amorf yapıdaki Nb_2O_5 çözeltisi boş ve AgNT kaplamalı PI numuneleri üzerine spin kaplama cihazında kaplama yapılarak farklı sıcaklıklarda ısı işlem uygulanmıştır. Daha sonrasında Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan UV/Vis, Profilometre, XRD, AFM ve Hall Etkisi cihazlarından alınan ölçüm sonuçları değerlendirilmiştir. Bu çalışmadaki amaç, Nb_2O_5 filminin perovskit güneş hücrelerindeki büyük bir öneme sahip olan ETL katmanı için önemli bir aday olduğunu ve sol-jel yöntemiyle yüksek taşıyıcı yoğunluğuna ulaşılabilirliğini göstermektir.

5. KULLANILAN CİHAZLAR

5.1. Üretimde Kullanılan Cihazlar

Bu çalışmada Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan Glovebox Cihazı, Spin Coater, Hassas Tartı, Hot Plate, Aerosol Jet 5X Mürekkepli Baskı Cihazı üretim sırasında kullanılmıştır.

5.1.1. Glovebox cihazı

Etelux Lab2000 IoT glovebox cihazı, Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde temiz odada bulunmaktadır. Glovebox cihazının kullanım nedeni hazırlanacak Nb₂O₅ çözeltisinin atmosfer ortamından bağımsız işlem görmesidir.



Şekil 5.1. Etelux Lab2000 IoT glovebox cihazı

Torpedo gözü (veya eldivenli kabin) kapalı bir kabindir. Birinin nesnelere manipüle etmesine izin vermekte olup ayrı bir atmosferi vardır. Eldiven kutusunun yan tarafında eldivenler vardır ve kullanıcı ellerini eldivenlerin içine yerleştirebilmektedir. Muhafazayı bozmadan kutunun içindeki görevleri yerine getirebilmektedir. Kutunun bir kısmı veya tamamı genellikle şeffaftır. Böylece kullanıcı neyin manipüle edildiğini görebilmektedir. Argon

veya nitrojen gibi çok yüksek saflıkta inert bir atmosferde maddelerin manipülasyonuna izin vermektedir. Böylelikle çalışan bir vakum odasındaki maddelerin manipülasyonu için bir eldiven kutusu kullanabilmektedir.

5.1.2. Dönel kaplama

Laurell Model WS-650Mz-23NPPB dönel kaplama cihazı, Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde temiz odada eldivenli kabin (glovebox) içerisinde bulunmaktadır. Cihazın kullanım amacı, sol-jel tekniğiyle elde edilen Nb_2O_5 çözeltisini vakumlanarak tutturulan alttaşların yüzeylerine belirli hızlarda damlatma yöntemiyle kaplamaktır.



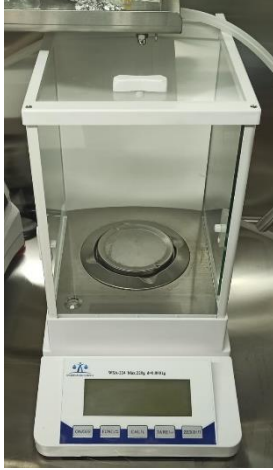
Şekil 5.2. Laurell Model WS-650Mz-23NPPB dönel kaplama cihazı

Spin kaplama, gerekli malzemeyi alt tabaka üzerinde biriktirmek için santrifüj kuvvetlerini kullanmaktadır. Genel olarak temizlenmiş bir alt tabaka dönel-kaplama makinesinin orta kısmında tutturulmaktadır. Alt tabakayı yerinde sabitlemek için tabakanın altında bir vakum oluşturulmakta olup bu tabaka ayar hızında döndürülmektedir. Çözelti veya süspansiyon malzemesi yukarıdan dönen alt tabakaya düşürülmektedir. Düşen malzeme ile alt tabaka yüzeyi arasındaki yükseklik önemlidir. Yüksek santrifüj kuvvetleri nedeniyle çözelti, alt tabakaya yayılma ve onu tamamen kaplama eğilimindedir [34].

5.1.3. Hassas tartı

Weightlab WSA-224T hassas tartı, Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde temiz odada eldivenli kabin içerisinde bulunmaktadır. Çözelti hazırlanırken tuz miktarının yüksek hassasiyette ölçümü için kullanılmıştır.

Artık terazilerin birçoğu tıbbi, endüstriyel veya perakende amaçlı kullanılmaktadır. Fakat, bir nesnenin ağırlığının ölçümü için yük hücresi olarak bilinen cihazlar kullanılarak çalışmaktadır.



Şekil 5.3. Weightlab WSA-224T hassas tartı

Yük hücresi, büyüklüğü ölçülen kuvvetle doğru orantılı olan bir elektrik sinyali oluşturmak için kullanılan bir transdüserden oluşan bir kuvvet ölçerdir. Bir teraziye herhangi bir ağırlık yerleştirildiğinde, yük hücresi hafifçe bükülmekte olup bu da yük hücresinden geçen elektrik sinyalinin değişmesine neden olmaktadır. Bu sinyal değişikliği, bükülmenin yük hücresi içindeki gerinim ölçerinde neden olduğu elektrik direnci miktarından kaynaklanmaktadır.

Sinyal genellikle dijital bir ağırlık göstergesi olan elektronik bir cihaz tarafından okunmakta olup dijital bir ağırlık değerine dönüştürülmektedir. Daha sonra değer, okuma için görüntülenmektedir.

5.1.4. Isıtıcı ve karıştırıcı

OHAUS GUARDIAN 5000 ısıtıcı ve karıştırıcı, Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde temiz odada eldivenli kabin içerisinde bulunmaktadır. Dönel kaplama yöntemi ile kaplanan alttaşların belirli sıcaklıklarda ısıl işleme tabi tutulmasında kullanılmıştır.

Laboratuvar ocak gözü karıştırıcıları, bilimsel araştırma ve deney dünyasının önemli araçlarıdır. Isıtma ve karıştırma işlevlerini bir araya getiren bu cihazlar, araştırmacılara ve bilim insanlarına başarılı deneyler için gerekli hassasiyeti ve kontrolü sağlayarak çeşitli endüstrilerde önemli bir rol oynamaktadır.



Şekil 5.4. OHAUS GUARDIAN 5000 ısıtıcı ve karıştırıcı

Bu cihazların merkezinde ısıtma elemanlarını manyetik karıştırma ile sorunsuz bir şekilde entegre eden bir mekanizma bulunmaktadır. Bir sıcak plakalı karıştırıcı tipik olarak bir ısıtma yüzeyi, bir manyetik karıştırma çubuğu ve sıcaklık/karıştırma hızı için kontrolörden oluşmaktadır. Manyetik karıştırma çubuk, sıvı numunenin içine yerleştirildiğinde ocak gözünün altında oluşan dönen manyetik alana tepki vererek çözeltinin iyice karışmasını sağlamaktadır.

5.1.5. Aerosol Jet 5X mürekkepli baskı cihazı

Aerosol Jet 5X sistemi, Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde mürekkepli yazdırma laboratuvarında bulunmaktadır. Bu cihaz, PI alttaşların üzerine mikrometre genişliğinde çizgilerden oluşan elektrot baskısı için kullanılmıştır.



Şekil 5.5. Aerosol Jet 5X sistemi

Aerosol Jet, düzlemsel ve düzlemsel olmayan alt tabakalar üzerine biriktirilebilen iletken mürekkepler, dielektrikler, polimerler, yapıştırıcılar, vb. dâhil olmak üzere çok çeşitli fonksiyonel malzemeleri desteklemektedir. Bu sistem, 10-300 arası mikron boyutlarında çizgiler basabilen değiştirilebilir ince özellikli baskı kafaları içermektedir. İsteğe bağlı ürünler arasında, baskı kapasitesini milimetreye kadar genişletebilen geniş özellikli bir baskı kafası ve değiştirilebilir 350 mm x 250 mm ısıtmalı vakum tablası bulunmaktadır.

5.2. Ölçümde Kullanılan Cihazlar

Bu çalışmada Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan Uv-Vis Cihazı, XRD Cihazı, Hall Etkisi Ölçüm Cihazı, Profilometre, AFM cihazları ölçüm sırasında kullanılmıştır.

5.2.1. UV-Vis cihazı

PERKIN ELMER Lambda2S UV-VIS Spektrometresi, Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunmaktadır. Bu cihaz, elde edilen numunelerin dalga boyuna karşılık geçirgenliğini görebilmek için kullanılmıştır.



Şekil 5.6. PERKIN ELMER Lambda2S UV-Vis spektrometresi

UV-Görünür Spektroskopi Prensipleri, ultraviyole ışığın veya görünür ışığın kimyasal bileşikler tarafından emilmesine dayanır ve bu durum farklı spektrumların üretilmesine neden olmaktadır. Spektroskopi, ışık ve madde arasındaki etkileşime dayanmaktadır. Işık, madde tarafından emildiğinde uyarılma ve uyarılma giderme işlemlerine maruz kalmakta olup bir spektrum üretilmesine neden olmaktadır. Ultraviyole radyasyon, madde tarafından emildiğinde ise içinde bulunan elektronlar uyarılma uğramaktadır. Bu durum onların temel durumdan (nispeten az miktarda enerjiye sahip bir enerji durumu) uyarılmış bir duruma (nispeten büyük miktarda enerjiye sahip bir enerji durumu) atlamalarına neden olmaktadır. Elektronun temel durumu ile uyarılmış durumunun enerjileri arasındaki farkın her zaman elektron tarafından emilen morötesi radyasyon veya görünür radyasyon miktarına eşit olmasına dikkat edilmelidir.

5.2.2. XRD cihazı

APD 2000 PRO XRD cihazı, Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunmaktadır. Bu cihaz, elde edilen Nb₂O₅ filmin yapısal özelliğini incelemek için kullanılmıştır.



Şekil 5.7. APD 2000 PRO XRD cihazı

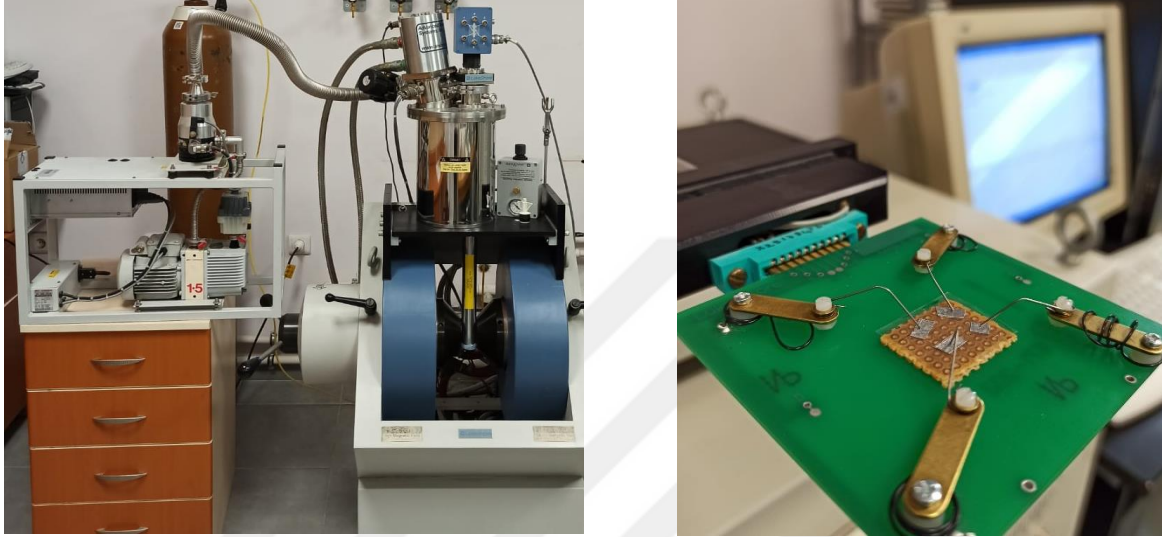
Max von Laue, 1912’de kristal maddelerin X-ışını dalga boyları için kristal bir kafesteki düzlemlerin aralığına benzer üç boyutlu kırınım ızgaraları olarak hareket ettiğini keşfetmiştir. X-ışını kırınımı, kristal yapıların ve atomik aralıkların incelenmesi için yaygın bir tekniktir [35].

X-ışını kırınımı, monokromatik X-ışınları ile kristal bir numunenin yapıcı girişimine dayanmaktadır. Buradaki X-ışınları bir katot ışın tüpü tarafından üretilir, monokromatik radyasyon üretmek için filtrelendirilir, konsantre hâle getirilir ve numuneye doğru yönlendirilmektedir. Gelen ışınların numune ile etkileşimi, koşullar Bragg Yasasını ($n\lambda = 2d \sin \theta$) sağladığında yapıcı girişim üretmektedir. Bu yasa, elektromanyetik radyasyonun dalga boyunu kırınım açısı ve kristal bir numunedeki kafes aralığı ile ilişkilendirilmektedir. Kırınımına uğrayan bu X-ışınları daha sonra algılanmakta, işlenmekte ve sayılmaktadır. Numunenin 2θ açısı aralığında taranmasıyla, toz hâlindeki malzemenin rastgele yönelimi nedeniyle kafesin olası tüm kırınım yönlerine ulaşılmalıdır. Kırınım piklerinin d-boşluklarına dönüştürülmesi mineralin tanımlanmasını sağlamaktadır. Çünkü her mineralin bir dizi benzersiz d-boşluğu vardır. Tipik olarak, d-boşluklarının standart referans desenlerinin karşılaştırılmasıyla elde edilmektedir.

Tüm kırınım yöntemleri, bir X-ışını tüpünde X-ışınlarının üretilmesine dayanmaktadır. Buradaki X-ışınları numuneye yönlendirilir ve kırılan ışınlar toplanmaktadır. Tüm kırınımın temel bileşeni, gelen ve kırılan ışınlar arasındaki açıdır. Toz ve tek kristal kırınımı, bunun ötesinde enstrümantasyon açısından farklılık göstermektedir.

5.2.3. Hall etkisi ölçüm cihazı

Lake Shore Hall ölçüm sistemi, Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunmaktadır. Bu cihazın kullanılma sebebi ise Nb₂O₅ filminin gösterdiği direnç değeri ve elektron taşıyıcı yoğunluğunun ölçülmesidir.



Şekil 5.8. Lake Shore Hall ölçüm sistemi

Lake Shore Hall ölçüm sistemi, Hall ve öz direnç ölçümleri için eksiksiz bir çözümdür. Lake Shore 8400 Serisi sistemler, DC alan ölçüm metodolojisini kullanarak 1 cm²/V.s ile 106 cm²/V.s arasındaki taşıyıcı hareketliliklerini ölçebilir. AC alan teknikleri kullanılarak taşıyıcı hareketliliği ölçümleri çok düşük hareketliliğe sahip malzemeleri test etmek için yaklaşık 10⁻³ cm²/V.s'ye kadar genişletilebilir.

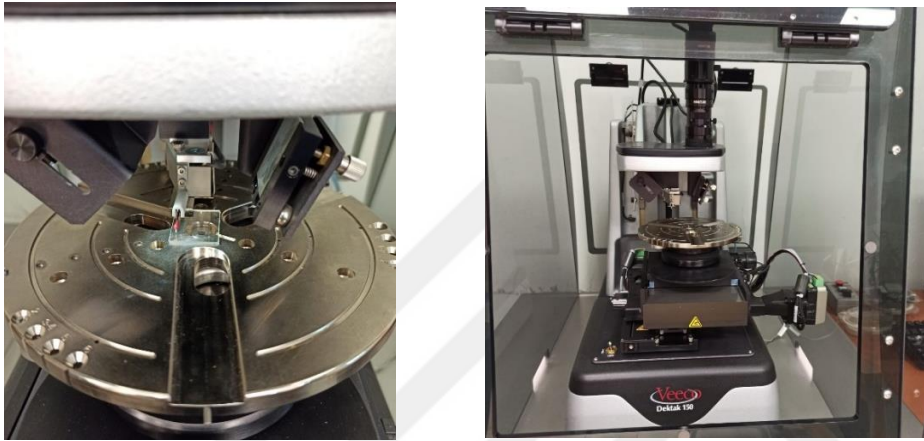
8400 Serisi, çok çeşitli malzemelerin Hall gerilimlerini karakterize etmek için 2.25 T'ye kadar DC manyetik alan yoğunlukları ve 1.31 T'ye kadar AC alan yoğunlukları sağlamaktadır. Sistem 0.5 mΩ'a kadar düşük dirençli malzemeler üzerinde direnç ölçümleri yapabilir ve isteğe bağlı sistem yapılandırmaları 200 GΩ'a kadar yüksek dirençli malzemeler üzerinde ölçümler yapılmasını sağlamaktadır.

Sistemin bir diğer avantajı ise numune boyunca sabit ve tekdüze bir alan sağlamak için mıknatıs sıcaklığını kontrol altında tutma seçenekleri gibi birçok ek zorluğun çözülmüş olmasıdır. Ayrıca kriyojen içermeyen kapalı çevrim soğutma (CCR) kullanılarak 15 ile 400

K arasında sürekli deęişken sıcaklık ölçümleri ve 1273 K'ye kadar sıcaklıklarda numuneleri test etmek için fırınlar sağlanmaktadır [36].

5.2.4. Profilometre

Veeco Dektak-150 profilometre cihazı, Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunmaktadır. Numunenin kalınlığını ölçmek için kullanılmıştır.



Şekil 5.9. Veeco Dektak-150 profilometre

Temaslı profilometreler, bir kalemi yüzey boyunca hafifçe sürükleyerek yüzey profilini ölçmektedir. Ölçüm ucu yüzey boyunca bir çizgi hâlinde ilerleyip tepe ve vadiler üzerinde dikey olarak hareket etmektedir. Prob ucunun yüksekliğindeki deęişiklikler elektriksel olarak kaydedilir ve prob ucu hareket ettikçe pozisyona göre takip edilerek ölçülen bir profil oluşturulmaktadır. Stylus uçları konik şeklinde olup alt kısmında küresel bir yarıçap bulunmaktadır. Koni açısı ve uç yarıçapı, bir ekran kaleminin izleyebileceği en küçük özellikleri belirlemektedir. Stylus uçları tipik olarak elmas veya safir gibi sert ve aşınmaya dayanıklı malzemelerden yapılmaktadır.

El tipi temaslı profilometreler, makine atölyelerinde işlenmiş parçaların yüzey kalitesini ölçmek için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu aletler ölçülecek iş parçasının üzerine yerleştirilir ve uç saniyede 1 mm civarında bir hızda otomatik olarak hareket etmektedir. El tipi profilometreler için uç yarıçapı birkaç μm 'ye kadar küçük olabilir ve R_a 'yı $0.005 \mu\text{m}$ 'ye ve R_z 'yi $0.02 \mu\text{m}$ 'ye kadar doğru bir şekilde ölçebilmektedir. Bu tür cihazlar, ölçülecek yüzeyin pürüzsüzlüğüne baęlı olarak çeşitli ölçüm aralıklarında mevcuttur.

Temaslı profilometrelerin birçok avantajı vardır. Örneğin; kir ve yağa karşı optik benzerleri kadar hassas olmamakla birlikte doğrulukları yüzey optik özelliklerine bağlı değildir. Ayrıca optik profilometrelere göre daha az maliyetli olmasına rağmen birkaç sınırlamaları vardır. Stylus uçları, özellikle ölçümler tekrarlandığında yumuşak malzemede çizikler oluşturabilir. Zamanla uçlar aşınabilir ve değiştirilmeleri gerekebilir. Aşınmış bir prob ucu veya çizilmiş malzeme yanlış profil verilerine neden olabilmektedir.



6. Nb₂O₅'İN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Bu bölümde Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan temiz odadaki vakumlu glovebox cihazında azot ortamında sol-gel tekniği ile hazırlanan Nb₂O₅ çözeltiyi döndürerek kaplama (spin coating) yöntemiyle boş PI ve AgNT/PI alttaşlar üzerine belirli hızlarda (2500, 3000, 3500, 4000, 4500 ve 5000 rpm) kaplanmasının prosedürü anlatılmıştır.

Burada 33.2 ml etanol (%98 saflıkta), 0.68 ml deiyonize su ve 1.6 g NbCl₅ (%99.995 saflıkta) içeren bir çözelti karışımı 2 kat oranda hazırlanmıştır. Homojen, şeffaf ve kararlı bir çözelti elde etmek için karışım oda sıcaklığında manyetik karıştırıcı yardımıyla 24 saatte ve 500 rpm'de karıştırılarak bekletilmiştir.



Şekil 6.1. Guardian ısıtıcı üzerinde 500 rpm de Nb₂O₅ çözeltisi

6.1. Nb₂O₅'in Boş PI Üzerine Büyütülmesi

Hazırlanan filmlerin üretimi ve ölçümü Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan sistemler ile yapılmıştır. Filmlerin kristalite durumları APD 2000 Pro XRD cihazı ve 200-1100 nm aralığında optik geçirgenlikleri Perkin Elmer Lambda 2S UV/Vis Spektrometre cihazıyla araştırılmıştır. Yüzey dirençleri Lake Shore Hall etkisi ölçümleri sonucunda ele alınmış olup filmlerin kalınlığı ise Veeco Dektak 150 Profilometre cihazı ile belirlenmiştir.

Boş PI alttaşların yüzeyleri 24 saat bekletilen solüsyondan 1'er ml damlatılarak sırasıyla 2500, 3000, 3500, 4000, 4500 ve 5000 rpm dönüş hızında 30 sn döndürülerek kaplanmıştır. Ayrıca numunelere ısıtıcı tablada 120°C'de ısıl işlem uygulanmıştır.



Şekil 6.2. Spin coater cihazında Nb₂O₅ çözelti alttaş üzerine damlatılarak kaplanması



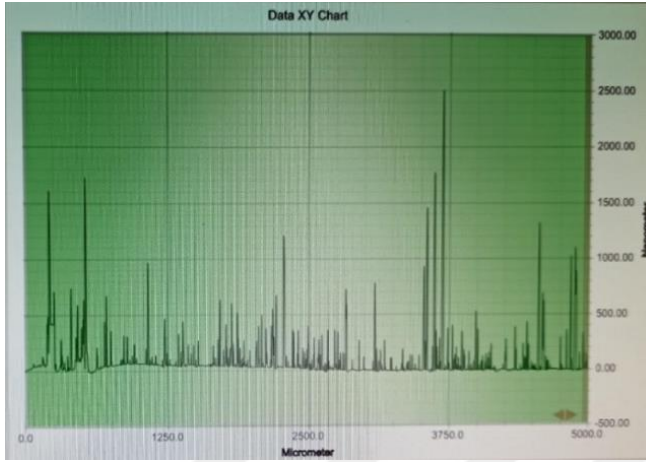
Şekil 6.3. Nb₂O₅ çözeltisi ile kaplanan numunelerin ısıtıcıda 120°C bekletilme prosedürü

Çizelge 6.1. Numunelerin isimlendirilmesi

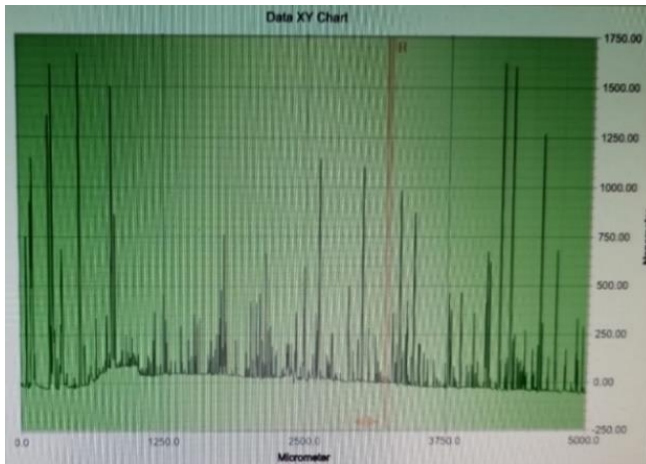
SPI25: Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, RT, 2500 rpm
SPI30: Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, RT, 3000 rpm
SPI35: Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, RT, 3500 rpm
SPI40: Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, RT, 4000 rpm
SPI45: Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, RT, 4500 rpm
SPI50: Spin kaplama, Boş PI alttaş üzerine, RT, 5000 rpm

6.1.1. Profilometre ölçümü

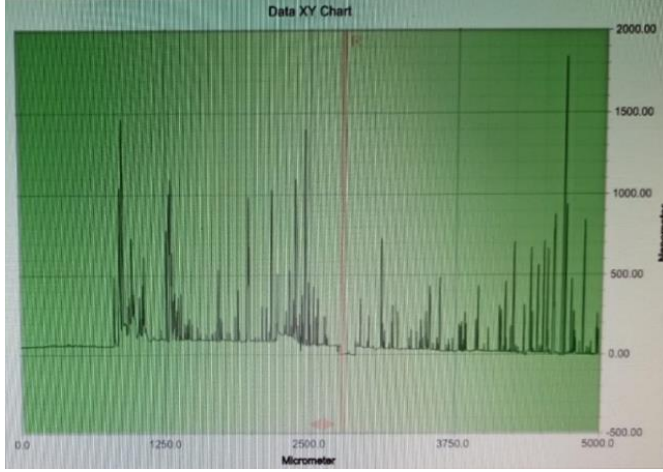
Veeco Dektak 150 Profilometre cihazıyla Nb_2O_5 çözeltiyi alttaş üzerine damlatılıp döndürerek kaplama yöntemiyle oluşturulan filmlerin kalınlığı ölçülmüştür. Amorf yapıda elde edilen PI alttaş üzerine kaplanan Nb_2O_5 filmin Tauc eğrisinden bant aralığı değeri hesaplanmaktadır. Nb_2O_5/PI numuneleri 2500, 3500 ve 5000 rpm'de kaplandıktan ve 30 dakika ve $120^\circ C$ ısıtılma işleminden sonra alınan kalınlık ölçümleri aşağıda verilmiştir.



Şekil 6.4. SPI50 kodlu numune kalınlığı: 67.39 nm



Şekil 6.5. SPI35 kodlu numune kalınlığı: 69.06 nm

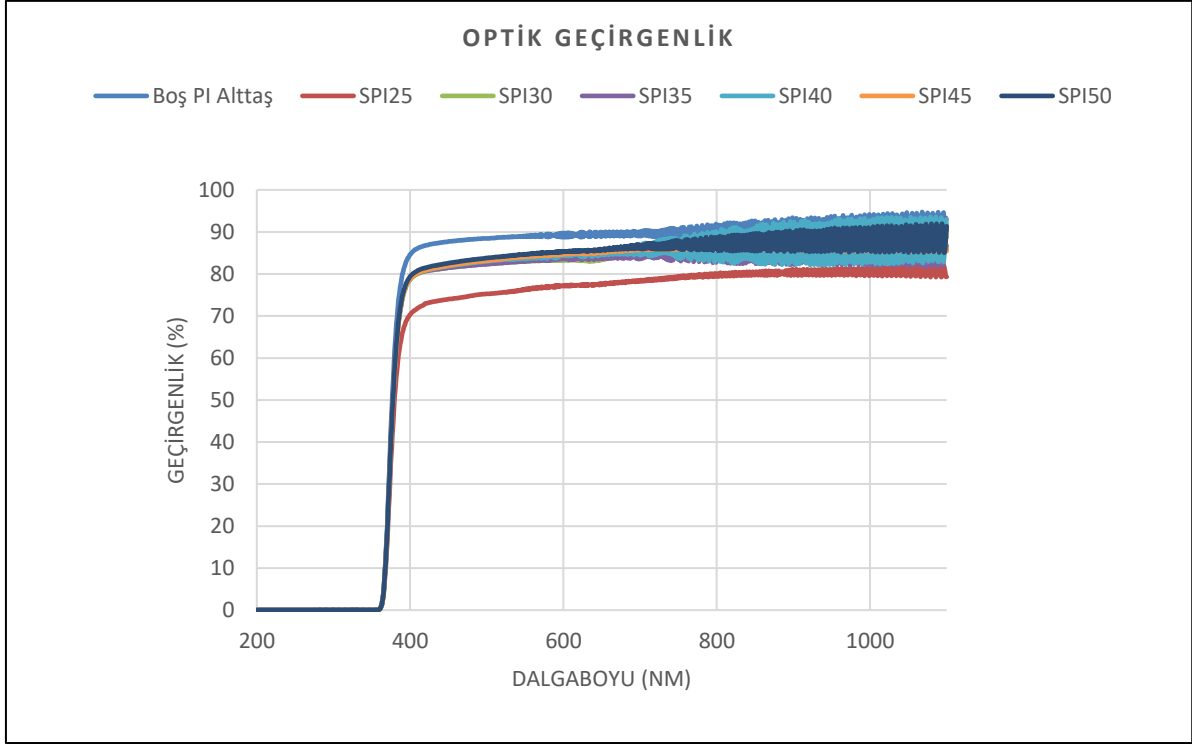


Şekil 6.6. SPI25 kodlu numune kalınlığı: 100.50 nm

Yukarıdaki kalınlık ölçüm grafiklerinden elde edilen kalınlıklar 2500, 3500 ve 5000 rpm’de kaplanmış olan Nb₂O₅/PI numunelerinin kalınlık ölçümleri yapılarak döndürme hızı ve sürekli film kalınlığı ilişkisi incelenmiştir. Sonuç olarak en ince film, 67.39 nm ile SPI50 kodlu olan numune olarak belirlenmiştir.

6.1.2. Optik geçirgenlik ölçümleri

Farklı döndürme hızlarında kaplanan Nb₂O₅/PI numunelerinin 200-1100 nm aralığındaki optik geçirgenlikleri Şekil 6.7’de verilmiştir. SPI50 kodlu Nb₂O₅/PI yapısı 600-700 nm’de ortalama %85.6 ile en yüksek optik geçirgenliğe sahiptir. Nb₂O₅ ince filmler için Mazur ve diğerleri tarafından yapılan çalışmada, $\lambda = 600$ nm için kırılma indisi 2.30 ve yok olma katsayısı değeri ise 3.59×10^{-5} olarak elde edilmiştir. Ayrıca bu çalışmada, yüksek iletim katsayısı ve uygun kırılma indisi nedeniyle Nb₂O₅ kaplamaların silikon güneş pilleri için yansımaya önleyici katmanlar olarak kullanılabilmesi belirtilmiştir [12].



Şekil 6.7. Optik geçirgenlik grafiği

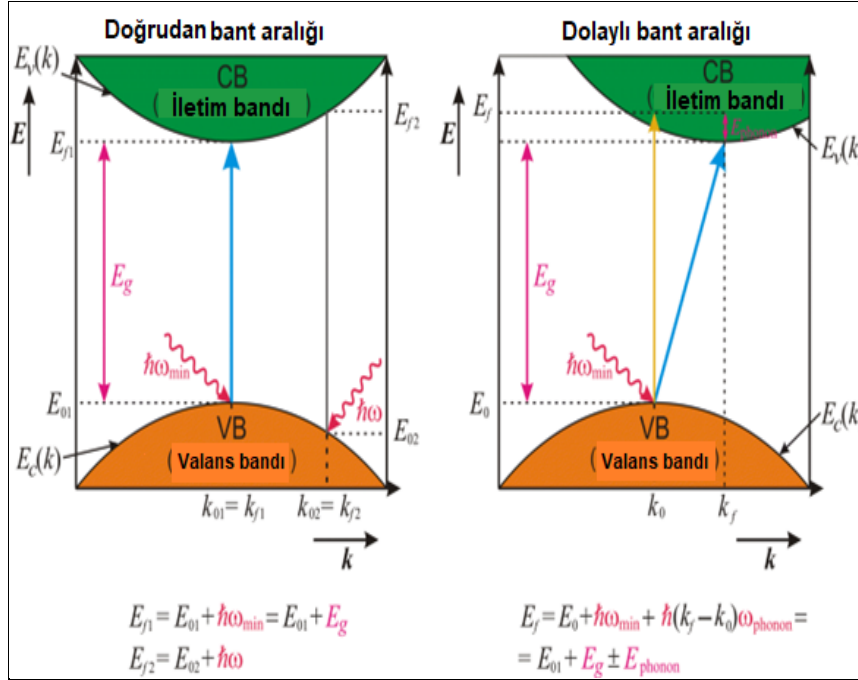


Şekil 6.8. Nb₂O₅/PI numunesi

Diğer numunelerde sırasıyla SPI25, SPI30, SPI35, SPI40 ve SPI45 için ortalama %77.6, %83.8, %84.4, %84.5 ve %85.4 optik geçirgenlik elde edilmiştir. Ayrıca bu çalışmada, amorf yapıda elde edilen Nb₂O₅ filmin bant aralığını hesaplamak için Tauc eğrisi kullanılmıştır. Ücker ve diğerleri tarafından “Boya duyarlı güneş pillerinde kullanılmak üzere niyobyum pentoksitin özelliklerinin araştırılması” adlı çalışmada amorf yapıdaki ve faz hâllerindeki bant aralığı değerleri elde edilmiştir. Burada amorf yapıdaki filmlerinin bant aralığı değeri 3.34 eV olarak bulunmuştur [37].

6.1.3. Tauc eğrisinden band gap enerji değeri hesaplama

Burada kaplamanın kalınlığı d , geçirgenlik değeri (%) T ve $h\nu(\text{eV}) = 1240/\lambda$ ($\lambda =$ Dalga boyu) olmak üzere Tauc eğrisinden elde edilen sonuçlar Çizelge 6.2’de verilmiştir.

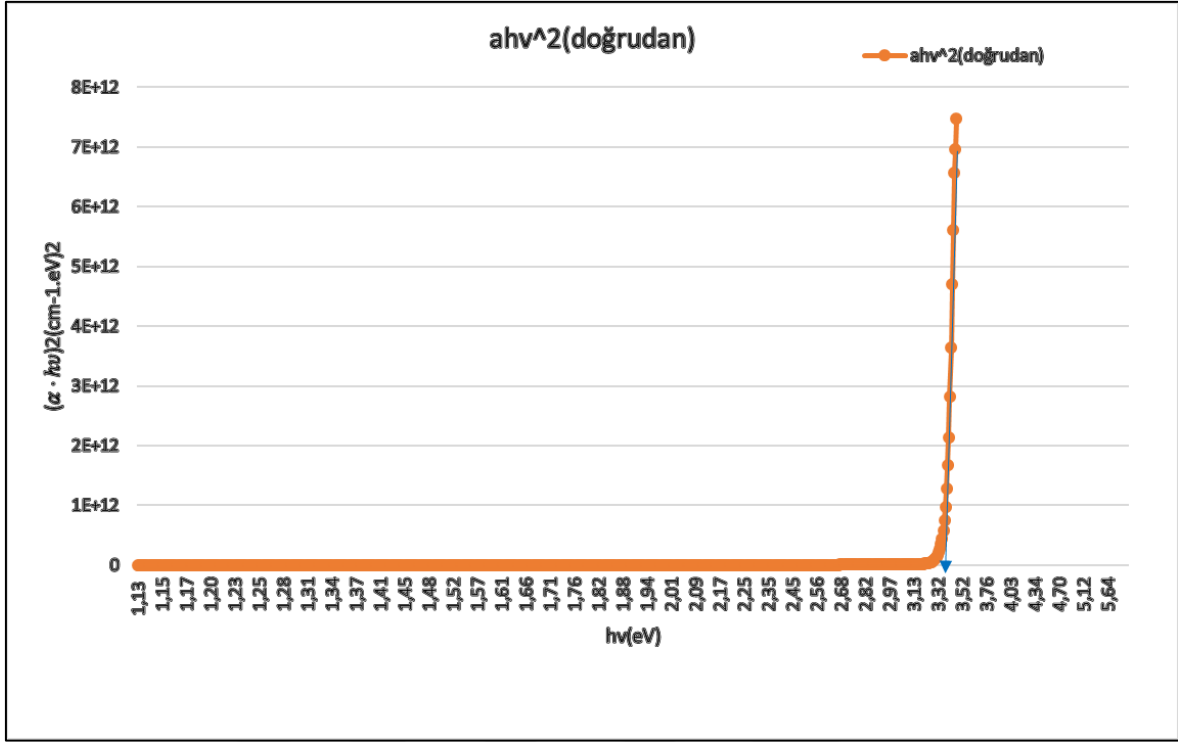


Şekil 6.9. Elektron bantlar arası geçişin doğrudan ve dolaylı mekanizmaları [38]

Çizelge 6.2. Tauc eğrisi hesaplama sonuç tablosu

Dalga Boyu	T(%)	T/100	$\alpha(\text{cm}^{-1})$	Kalınlık	$h\nu(\text{eV})$	$\alpha h\nu$	$(\alpha h\nu)^{1/2}$ (dolaylı)	$(\alpha h\nu)^2$ (doğrudan)
1100	90,38	0,90	1,01E+04	1,00E-05	1,13	11400,80	106,77	1,30E+08
1099	93,34	0,93	6,89E+03	1,00E-05	1,13	7777,60	88,19	6,05E+07
1098	91,86	0,92	8,49E+03	1,00E-05	1,13	9584,80	97,90	9,19E+07
1097	87,02	0,87	1,39E+04	1,00E-05	1,13	15711,69	125,35	2,47E+08
1096	82,80	0,83	1,89E+04	1,00E-05	1,13	21356,77	146,14	4,56E+08
1095	81,96	0,82	1,99E+04	1,00E-05	1,13	22522,71	150,08	5,07E+08
1094	85,00	0,85	1,63E+04	1,00E-05	1,13	18427,46	135,75	3,40E+08
1093	89,98	0,90	1,06E+04	1,00E-05	1,13	11973,24	109,42	1,43E+08
1092	93,21	0,93	7,03E+03	1,00E-05	1,14	7982,07	89,34	6,37E+07
1091	92,01	0,92	8,33E+03	1,00E-05	1,14	9463,33	97,28	8,96E+07
1090	87,41	0,87	1,35E+04	1,00E-05	1,14	15302,59	123,70	2,34E+08

Microsoft Excel programından alınan kesitte görüldüğü gibi Tauc eğrisini elde edebilmek için gerekli formüller kullanılmış olup elde edilen grafik Şekil 6.10’da verilmiştir.



Şekil 6.10. SPI35 kodlu Nb₂O₅/PI yapısının Tauc grafiği

Soğurma spektrumundan elde edilen Tauc grafiğinde, Nb₂O₅ filmlerin bant aralıkları 3.30 ile 3.45 eV arasında değişkenlik göstermektedir. Şekil 6.10'da örnek olarak SPI35 kodlu Nb₂O₅/PI yapısının grafiği sunulmuştur.

6.1.4. Elektriksel iletkenlik ölçümleri

Burada bütün numuneler için dört noktadan temasla iletkenlik ölçümü yapılmıştır. Numuneler için yüzey direnç değerleri $\text{k}\Omega/\text{sqr}$ birimiyle elde edilmektedir. Elektriksel durumu en iyi olan numune SPI35 kodlu numune olup tamamen omik ve iletkenlik özellikleri diğerlerinden yüksektir. Fakat yine de $852.64 \Omega/\text{sqr}$ yüzey direnci ölçülmüştür.

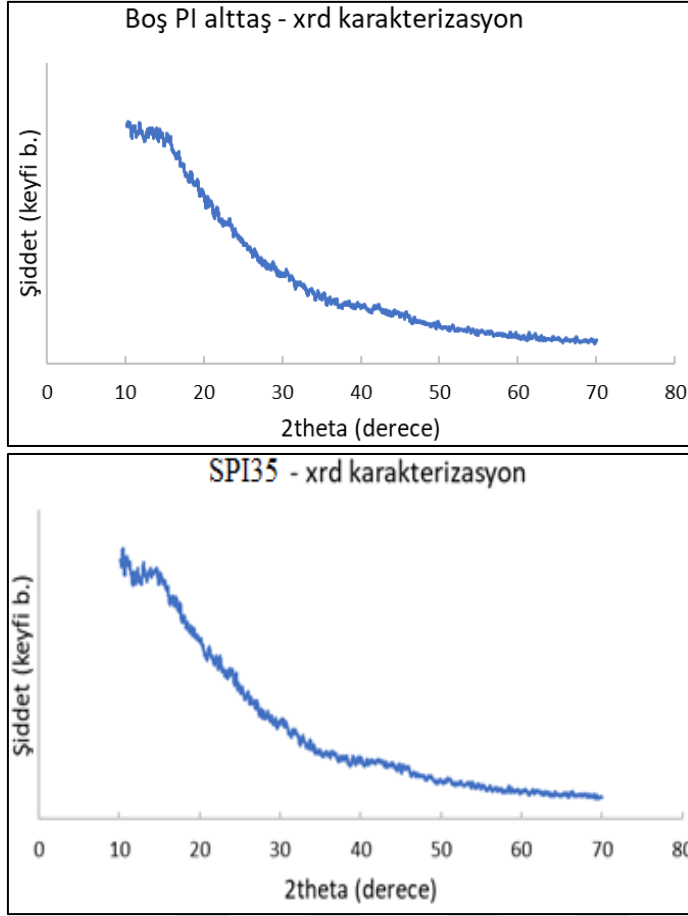
Çizelge 6.3. SPI35 numune akım-gerilim tablosu ve yüzey direnci

Akım [A]	Gerilim [V]	Yüzey direnci (ohm/sqr)
-1,00E-04	-2,44E-01	8,53E+02
-8,00E-05	-1,96E-01	
-6,00E-05	-1,47E-01	
-4,00E-05	-9,83E-02	
-2,00E-05	-4,92E-02	
4,00E-09	1,09E-05	
2,00E-05	4,97E-02	
4,00E-05	9,95E-02	
6,00E-05	1,50E-01	
8,00E-05	2,00E-01	
1,00E-04	2,51E-01	

Dhar ve Alford tarafından yapılan çalışmada Nb₂O₅ için özdirenç değeri 10⁷ Ω.cm gibi çok yüksek bir değer elde edilmiş olup Nb₂O₅ katmanları arasına 5 nm Ag film (Nb₂O₅/Ag/Nb₂O₅) yerleştirdiklerinde ise özdirencin 8.8×10⁻⁴ Ω.cm değerine düştüğünü gözlemlemişlerdir. Ayrıca esnek bir alttaş olan PEN üzerinde kaplanan Nb₂O₅ ile karşılaştırıldığında ise geliştirdikleri Ag filmlili çok katmanlı yapının özdirencinde 11 kat azalma oluştuğunu raporlamışlardır [39]. Elde edilen kritik değerler, bu çalışmadaki perovskit yapısındaki Ag nanotel üzerinde Nb₂O₅'in iyi bir ETL tabakası olabileceğine dair bir gösterge oluşturmaktadır.

6.1.5. XRD ölçümleri

Nb₂O₅'in düşük sıcaklıklarda amorf yapıda olduğu literatürde gözlemlenen bir durumdur. Nb₂O₅, genellikle 500°C'nin altındaki sıcaklıklarda amorf fazda olurken, ortorombik faz oluşumu 500°C üstündeki sıcaklıklarda başlamaktadır (Rani ve diğerleri 2014)[40]. Nb₂O₅'in kristalite durumu farklı uygulamalara göre ihtiyaç oluşturmaktadır. Bu çalışmada ise oda sıcaklığındaki amorf yapıda Nb₂O₅ filmi kurşunsuz Cs₃Sb₂I₉ tabanlı perovskit güneş hücresi üretiminde yeterli olmaktadır. Kristal Nb₂O₅, yüksek sıcaklıkta (500°C) tavlama amorf yapıda Nb₂O₅ ile %17.2'lik çok benzer bir PCE ile sonuçlanmış ve bu durum amorf Nb₂O₅'in enerji tasarrufundaki büyük avantajını göstermiştir. Böylece amorf Nb₂O₅ filminin özellikleri üzerine sistematik bir araştırma gerçekleştirilmiştir. Hall etkisi ölçümleri, amorf Nb₂O₅ filminin hem yüksek hareketliliğini hem de iletkenliğini göstermektedir [2]. Şekil 6.11'de örnek olarak sunulan SPI35 kodlu numunelere ait XRD spektrumundan Nb₂O₅ filmlerin beklenildiği gibi amorf yapıda olduğu görülmektedir.



Şekil 6.11. PI ve Nb₂O₅/PI numunelerinin XRD sonuç grafiği

6.2. AgNT/PI Üzerine Nb₂O₅'in Büyütülmesi

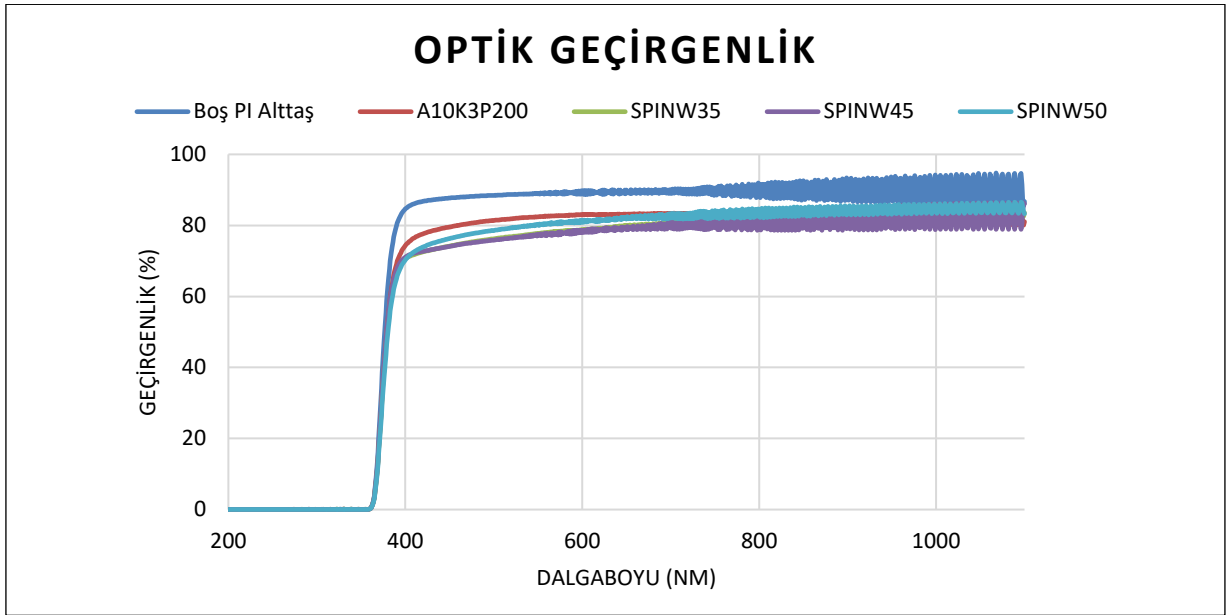
Boş PI alttaş üzerine yapılan Nb₂O₅ kaplamaları göz önünde bulundurularak en iyi olarak belirlenen Ag nanotel (AgNT)/PI üzerine (A10K3P200: Aerosol baskı, 10. Numune grubu, 3 kat, 200°C, PI alttaş) oda sıcaklığında ve farklı dönüş hızlarında (3500, 4500 ve 5000 rpm) birkaç numune elde edilmiştir.

6.2.1. Numunelerin isimlendirilmesi

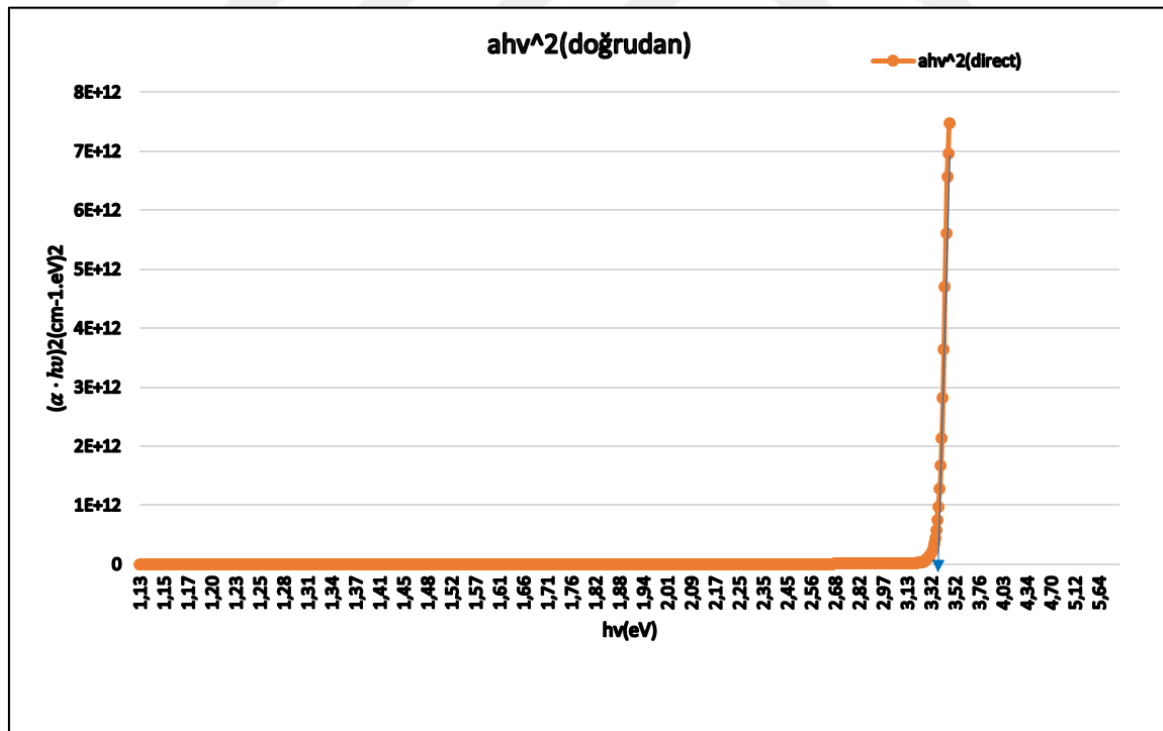
Çizelge 6.4. Numune isim kodlama tablosu

SPINW35: Spin kaplama, A10K3P200 üzerine, RT, 3500 rpm
SPINW45: Spin kaplama, A10K3P200 üzerine, RT, 4500 rpm
SPINW50: Spin kaplama, A10K3P200 üzerine, RT, 5000 rpm

6.2.2. Optik geçirgenlik ölçümleri



Şekil 6.12. Farklı rpm'lerde Nb₂O₅ ile kaplanan numunelerin optik geçirgenlik grafiği



Şekil 6.13. SPINW35 kodlu numune ile elde edilen Tauc grafiği

Üretilen numunelerin 200-1100 nm aralığındaki optik geçirgenlikleri Şekil 6.12'den gözlemlenmektedir. Elde edilen geçirgenlik spektrumundan numunelerin bu spektral aralıkta ortalama $>79\%$ optik geçirgenliğe sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 6.14. (a) SPINW50 kodlu numunenin geçirgenliği, (b) SPINW35 kodlu numunenin geçirgenliği

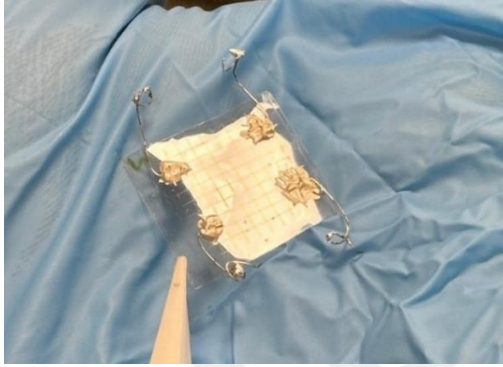
Döndürme hızı arttıkça film kalınlığı azalmaktadır. Kalınlığın azalması ile ilişkili olarak (parçacık büyüklüğü azalması) kırılma indisinin azalacak olması ile yansıtıcılığın bir miktar azalması veya geçirgenliğin bir miktar artması beklenen bir durumdur. Ayrıca yüksek iletim katsayısı ve uygun kırılma indisi nedeniyle, Nb_2O_5 kaplamalar silikon güneş pilleri için yansımaya önleyici katmanlar olarak kullanılabilir [12]. Bu çalışmadaki numunelerin optik geçirgenlik grafiği incelendiğinde bazı numunelerin Mazur ve diğerlerinin elde ettiği gibi yansımaya önleyici özellik gösterdiği tespit edilmiştir.

Çizelge 6.5. Farklı katmanlı esnek PI alttaşlarda geçirgenlik sonucu

Kodu	Yapı	Geçirgenlik (%)
Boş PI alttaş	PI	90
SPI35	Nb_2O_5/PI	84.4
SPI45	Nb_2O_5/PI	85.4
SPI50	Nb_2O_5/PI	85.6
A10K3P200	Ag nanotel/PI	83.2
SPINW35	Nb_2O_5/Ag nanotel/PI	79.8
SPINW45	Nb_2O_5/Ag nanotel/PI	79.4
SPINW50	Nb_2O_5/Ag nanotel/PI	81.7

6.2.3. Elektriksel iletkenlik ölçümleri

Burada bütün numuneler için dört noktadan temasla yüzey direnci için iletkenlik ölçümü alınmıştır. En iyi iletkenliğe sahip olan SPINW35 kodlu numune için Çizelge 6.6'da ölçüm sonuçları verilmiştir.



Şekil 6.15. Hall etkisi ölçüm öncesi SPINW35 kodlu numune fotoğrafı

Çizelge 6.6. SPINW35 kodlu numunenin Hall etkisi ölçüm sonuçları

Akım [A]	Gerilim [V]	Akım [A]	Gerilim [V]
-9,98E-05	-1,60E-01	-1,00E-04	-1,39E-01
-7,98E-05	-1,28E-01	-8,02E-05	-1,12E-01
-5,99E-05	-9,57E-02	-6,01E-05	-8,37E-02
-3,99E-05	-6,38E-02	-4,01E-05	-5,58E-02
-1,99E-05	-3,19E-02	-2,00E-05	-2,79E-02
4,00E-09	5,79E-06	4,00E-09	9,62E-06
2,00E-05	3,19E-02	2,01E-05	2,79E-02
3,99E-05	6,38E-02	4,01E-05	5,58E-02
5,99E-05	9,57E-02	6,02E-05	8,37E-02
7,98E-05	1,28E-01	8,02E-05	1,12E-01
9,98E-05	1,60E-01	1,00E-04	1,39E-01
Akım [A]	Gerilim [V]	Akım [A]	Gerilim [V]
-1,00E-04	-2,64E-01	-1,00E-04	-1,33E-01
-8,00E-05	-2,12E-01	-8,00E-05	-1,06E-01
-6,00E-05	-1,59E-01	-6,00E-05	-7,98E-02
-4,00E-05	-1,06E-01	-4,00E-05	-5,32E-02
-2,00E-05	-5,29E-02	-2,00E-05	-2,66E-02
4,00E-09	2,29E-06	4,00E-09	1,00E-05
2,00E-05	5,29E-02	2,00E-05	2,66E-02
4,00E-05	1,06E-01	4,00E-05	5,32E-02
6,00E-05	1,59E-01	6,00E-05	7,98E-02
8,00E-05	2,12E-01	8,00E-05	1,06E-01

Çizelge 6.6'da 2 noktaya uygulanan akım ile diğer 2 nokta arasında okunan gerilim değerleri karşılaştırılabilmektedir. Van der Pauw, Conform Mapping dönüşüm yöntemiyle öz direnç değeri ve taşıyıcı yoğunluğu sırasıyla $5.6 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ ve $1.6 \times 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ olarak elde edilmiştir.





7. SONUÇ VE ÖNERİLER

Literatürdeki benzer çalışmalara bakıldığında amorf a-Nb₂O₅ ETL, herhangi bir ısı işlem olmaksızın düzlemsel PSC'ler için yüksek sıcaklıkta (500°C) tavlama ile elde edilen kristal c-Nb₂O₅'e çok benzer bir PCE ile sonuçlanmıştır. Bu durum a-Nb₂O₅'in enerji tasarrufundaki büyük avantajını göstermektedir. Bu çalışmada Gazi Üniversitesi Fotonik Uygulama ve Araştırma Merkezi'ndeki temiz oda içerisinde bulunan eldivenli kabinde (glove box) oda sıcaklığında sol-jel tekniği uygulanarak Nb₂O₅ çözeltisi elde edilmiştir. Dönel kaplama yöntemi ile esnek alttaşlar üzerine amorf yapıda olan Nb₂O₅ filmleri büyütülmüştür. Nb₂O₅ filmlerin amorf yapıda olması yeterli olmakla birlikte filmlerin kalınlıkları 65-105 nm arasında değişmektedir.

Bu tez çalışmasında sol-jel prosesi ile üretilmiş ve amorf yapıda elde edilmiş Nb₂O₅ filmlerin ölçüm sonuçlarına bakıldığında perovskit güneş hücrelerinde ETL katmanı olarak kullanılması için hedeflenen elektriksel ve optiksel değerlere ulaşılmıştır. Görünür bölgede ortalama %80 optik geçirgenlik ve >3.4 eV optik bant aralığı başarılmıştır. Diğer çalışmalarda elde edilen Nb₂O₅ bant aralığı ile karşılaştırıldığında sol-jel yöntemiyle elde edilen malzemenin iyi optik özelliğe sahip olduğu görülmektedir. Nb₂O₅/Ag nanotel/PI yapısında üretilen SPINW35 kodlu numune için özdirenç ve taşıyıcı yoğunluğu sırasıyla $5.6 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ ve $1.6 \times 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ olarak elde edilmiştir. Sonuç olarak bu değerler, düşük sıcaklıkta elde edilen amorf yapıdaki Nb₂O₅ çözeltisinin perovskit güneş hücrelerinde ETL katmanı olarak kullanılabileceğini kanıtlamaktadır.

Elde edilen amorf yapıdaki Nb₂O₅ filmlerinin istenilen özdirenç ve taşıyıcı yoğunluğuna sahip olduğu gözlemlenmiştir. Yapılan çalışmalarda, 500°C'de kristal yapıya geçiş yapan Nb₂O₅ filmi amorf yapıda elde edilen filme üstün bir özellik sergilememesi enerji tasarrufu sağlamaktadır. Sol-jel tekniği sayesinde düşük sıcaklıkta, maliyeti düşük ve kolay bir şekilde amorf yapıda istenilen değerlerde Nb₂O₅ filmi elde edilmiştir. Elde edilen elektriksel, optiksel, yapısal değerlere bakıldığında üstün özellikler sergileyebilecek Nb₂O₅ filmleri farklı rpm dönüş hızlarında esnek alttaşlar üzerine veya esnek olmayan alttaş üzerine büyütülebilir. Ayrıca uygulanmış olan sol-jel tekniği sürecindeki karışımı dinlendirme süresi değiştirilebilir. Bu tezdeki karışıma uygulanan ısı işlem sıcaklığından farklı sıcaklıklar uygulanabilir. Yeterli süre ve uygun ortam şartlarında sol-jel tekniği ile birlikte tavsiye

edilen deneysel alıřmalar uygulandıėında ETL katmanı olarak kullanılabilen Nb₂O₅ filmin optiksel, elektriksel ve yapısal zelliklerinde iyileřme saėlayabileceėi ngrlmektedir.



KAYNAKLAR

1. Ying, C., Zhang, M., Li, F., ve Yang, Z. (2023). Recent Progress in Perovskite Solar Cells: Status and Future. *Coatings*, 13(3), 644.
2. Ling, X., Yuan, J., Liu, D., Wang, Y., Zhang, Y., Chen, S., Wu, H., Jin, F., Wu, F., Shi, G., Tang, X., Zheng, J., Liu, SF., Liu, Z., ve Ma, W. (2017). Room-Temperature Processed Nb₂O₅ as the Electron-Transporting Layer for Efficient Planar Perovskite Solar Cells. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 9(27), 23181-23188.
3. Pang, R., Wang, Z., Li, J., ve Chen, K. (2023). Polymorphs of Nb₂O₅ Compound and Their Electrical Energy Storage Applications. *Materials*, 16(21), 6956.
4. Augustyn, V., Come, J., Lowe, M. A., Kim, J. W., Taberna, P. L., Tolbert, S. H., Abruna, H. D., Simon, P., ve Dunn, B. (2013). High-rate electrochemical energy storage through Li⁺ intercalation pseudocapacitance. *Nature Materials*, 1(12), 518–522.
5. Nowak, I., Ziolek, M. (1999). Niobium Compounds: Preparation, Characterization, and Application in Heterogeneous Catalysis. *Chemical Reviews Journal*, 1(99), 3603–3624.
6. Luo, H., Song, W., Hoertz, P. G., Hanson, K., Ghosh, R., Rangan, S., Brennaman, M. K., Concepcion, J. J., Binstead, R. A., ve Bartynski, R. A. (2013). A sensitized Nb₂O₅ photoanode for hydrogen production in a dye-sensitized photoelectrosynthesis cell. *Chemical Materials Journal*, 1(25), 122–131.
7. Liu, Y., Xiao, S., ve Du, K. (2021). Chemiresistive Gas Sensors Based on Hollow Heterojunction: A Review Wiley. *Advanced Materials Interfaces*, 8(12), 21.
8. Clima, S., Pourtois, G., Van Elshocht, S., De Gendt, S., Heyns, M. M., Wouters, D. J., ve Kittl, J. A. (2009). Dielectric response of Ta₂O₅, NbTaO₅ and Nb₂O₅ from first-principles investigations. *ECS Transactions*, 1(19), 729.
9. Guol, H., Yang, J., Pul, B., Zhang, H., ve Niu, X. (2018). Different methods to fabricate efficient planar perovskite solar cells based on solution-processing Nb₂O₅ as electron transporting layer. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 108(5), 5.
10. Sun, S., Mottram, L. M., ve Hyatt, N. C. (2021). On the existence of the compound “Ce₃NbO_{7+δ}” prepared under air atmosphere. *Journal of Rare Earths*, 39(5), 596-599.
11. Le Viet, A., Jose, R., Reddy, M., Chowdari, B., ve Ramakrishna, S. (2010). Nb₂O₅ photoelectrodes for dye-sensitized solar cells: Choice of the polymorph. *The Journal of Physical Chemistry*, 1(114), 21795–21800.
12. Mazur, M., Szymańska M., Kaczmarek D., Kalisz M., Wojcieszak D., Domaradzki J., ve Placido, F. (2014). Determination of optical and mechanical properties of Nb₂O₅ thin films for solar cells application. *Applied Surface Science*, 1(301), 63-69.
13. Rani, R. A., Zoolfakar, A. S., O’Mullane, A. P., Austin, M. W., ve Kalantar-Zadeh, K. (2014). Thin films and nanostructures of niobium pentoxide: Fundamental properties, synthesis methods and applications. *Journal of Materials Chemistry A*, 1(2), 15683–15703.

14. Shi, C., Xiang, K., Zhu, Y., Zhou, W., Chen, X., ve Chen, H. (2017). Box-implanted Nb₂O₅ nanorods as superior anode materials in lithium ion batteries. *Ceramics International*, 1(43), 12388–12395.
15. Yan, C., Xue, D. (2008). Formation of Nb₂O₅ Nanotube Arrays through Phase Transformation. *Advanced Materials*, 1(20), 1055–1058.
16. Draper, P. H. G., Harvey, J. (1963). The structure of anodic films—I. An electron diffraction examination of the products of anodic oxidation on tantalum, niobium and zirconium. *Acta Metallurgica*, 11(8), 873–879.
17. Jha, G., Tran, T., Qiao, S. P., Ziegler, J. M., Ogata, A. F., Dai, S., Xu, M. J., Le Thai, M., Chandran, G. T., ve Pan, X. Q. (2018). Electrophoretic Deposition of Mesoporous Niobium(V)Oxide Nanoscopic Films. *Chemistry of Materials Journal*, 30(18), 6549–6558.
18. Lim, J. H., Choi, J. (2009). Formation of niobium oxide nanowires by thermal oxidation. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 15(6), 860–864.
19. Matsuda, A., Kawamura, G. (2016). Sol-Gel Nano-/Micropatterning Process. *Handbook of Sol-Gel Science and Technology*, 1(1), 2177-2203.
20. Bokov, D., Jalil, A. T., Chupradit, S., Suksatan, W., Ansari, M. J., Shewael, I. H., Valiev, G. H., ve Kianfar, E. (2021). Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application. *Advances in Materials Science and Engineering*, 10(8), 1023-1027.
21. Alquier, C., Vandenborre, M.T., ve Henry, M. (1986). Synthesis of niobium pentoxide gels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 79(3), 383–395.
22. Schmitt, M., Heusing, S., Aegerter, M. A., Pawlicka, A., ve Avellaneda, C. (1998). Electrochromic properties of Nb₂O₅ sol-gel coatings. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 54(1-4), 9–17.
23. Xu, Z. Y., Shen, X. M., Wu, X. R., Cao, F. B., ve Li, L. S. (2021) Effect of crystallization degree on optical characteristics of Nb₂O₅ by sol-gel process. *Modern Physics Letters B*, 35(35), 171.
24. Zhang, H., Yang, Y., Ren, D., Wang, L., ve He, X. (2021). Graphite as anode materials: Fundamental mechanism, recent progress and advances. *Energy Storage Materials*, 36(1), 147–170.
25. Ren, J., Ren, R. P., ve Lv, Y. K. (2018). A New Anode for Lithium-Ion Batteries Based on Single-Walled Carbon Nanotubes and Graphene: Improved Performance through a Binary Network Design. *Chemistry – An Asian Journal*, 13(9), 1223–1227.
26. Lim, E., Jo, C., Kim, H., Kim, M. H, Mun, Y., Chun, J., Ye, Y., Hwang, J., Ha, K. S., ve Roh, K. C. (2015). Facile Synthesis of Nb₂O₅@Carbon Core–Shell Nanocrystals with Controlled Crystalline Structure for High-Power Anodes in Hybrid Supercapacitors. *ACS Applied Nano Materials Journal*, 9(7), 7497–7505.
27. Kim, J. W., Augustyn, V., ve Dunn, B. (2012). The effect of crystallinity on the rapid pseudocapacitive response of Nb₂O₅. *Advanced Energy Materials*, 2(1), 141–148.

28. Lubimtsev, A. A., Kent, P. R., Sumpster, B. G., ve Ganesh, P. (2013). Understanding the origin of high-rate intercalation pseudocapacitance in Nb₂O₅ crystals. *Electronic Supplementary Material (ESI) for Journal of Materials Chemistry*, 1(47), 14951–14956.
29. Zhang, S., Wu, J., Wang, J., Qiao, W., Long, D., ve Ling, L. (2018). Constructing T-Nb₂O₅@Carbon hollow core-shell nanostructures for high-rate hybrid supercapacitor. *Journal of Power Sources*, 396(1), 88–94.
30. Chen, L. C., Tseng, Z. L. (2017). ZnO-Based Electron Transporting Layer for Perovskite Solar Cells. *Nanostructured Solar Cells*, 1(1), 203-215.
31. Huang, X., Du, J., Guo, X., Lin, Z., Ma, J., Su, J., Feng, L., Zhang, C., Zhang, J., Chang, J. ve Hao, Y. (2019). Polyelectrolyte-Doped SnO₂ as a Tunable Electron Transport Layer for High-Efficiency and Stable Perovskite Solar Cells. *Solar RRL*, 4(1), 8.
32. Luo, C., Jiang, P., Hu, L., Bian, M., Wan, L., Niu, H., Mao, X., Zhou, R. ve Xu, J. (2021). Constructing CdS-Based Electron Transporting Layers With Efficient Electron Extraction for Perovskite Solar Cells. *IEEE Journal of Photovoltaics*, 11(4), 1014-1021.
33. Zhao, F., Guo, Y., Yang, P., Tao, J., Jiang, J., ve Chu, J. (2022). Influence of Amorphous Nb₂O₅ Electron Transport Layer on the Photoelectric Performance of All-Inorganic Lead-Free Antimony-Based Perovskite-Inspired Solar Cells. *Elsevier*, 1(1), 12.
34. Rased, N. H., Vengadaesvaran, B., Raihan, S. R. S., ve Rahim, N. A., (2021). Introduction to solar energy and its conversion into electrical energy by using dye-sensitized solar cells. *Energy Materials*, 139-178.
35. Eckert, M., (2012). Max von Laue and the discovery of X-ray diffraction in 1912. *Annalen der Physik*, 524(5), 83-A85.
36. Lindemuth, J., (2020). *Hall Effect Measurement Handbook A Fundamental Tool for Semiconductor Material Characterization*. Ohio: Lakeshore, 45.
37. Ücker, C., Fernandes, C., Gularte, L., ve Goetzke, V., (2018) Investigation of the properties of niobium pentoxide for use in dye-sensitized solar cells. *Journal of the American Ceramic Society*, 102(4), 1884-1892.
38. Schneider, K. (2020). Optical properties and electronic structure of V₂O₅, V₂O₃ and VO₂. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31(10), 10478–10488.
39. Dhar, A., Alford, T. (2012). Optimization of Nb₂O₅/Ag/Nb₂O₅ multilayers as transparent composite electrode on flexible substrate with high figure of merit. *Journal of Applied Physics*, 112(10), 103113.
40. Rani, R. A., Zoolfakar, A. S., O’Mullane, A. P., Austin, M. W., ve Kalantar-Zadeh, K. (2014). Thin films and nanostructures of niobium pentoxide: Fundamental properties, synthesis methods and applications. *Journal of Materials Chemistry A*, 2(38), 15683–15703.





Gazili olmak ayrıcalıktır