Yarıiletken yüzeylerinde metalik nanotellerin oluşturulması, manipülasyonu ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi

Program Kodu: 1001

Proje No: 112T818

Proje Yürütücüsü:
Doç. Dr. Oğuzhan Gürlü

Araştırmacı:
Doç. Dr. Oğuzhan Gürlü

Danışman:
Prof. Dr. Mehmet Erbudak

Bursiyerler:
Dilek Yıldız
Deniz Aşan Acar
Umut Kamber
Cem Kıncal
Mert Taşkın

NİSAN 2016
İSTANBUL

Ön söz

Bu projede bir ultra yüksek vakum taramalı tünelleme mikroskopi sistemi çalışır hale getirilmiş ve ülkemizde ilk defa Ge(001) yüzeyinde platin atomları sebebi ile oluşan atomik zincirler deneysel olarak çalışılmıştır. Proje kapsamında, Avrupa'nın pek çok yerinden, çöpten ya da bağış olarak toplanılan UYV sistem parçaları ile kurulmuş olan UYV-TTM sistemi işlevsel hale getirilmiş ve bilimsel sonuçlar üretilebilmiştir. Projede bilimsel sonuçların yanı sıra UYV sistemleri ile çalışabilecek öğrenciler yetiştirilmiştir. Bu proje özetle, her şeye rağmen bilimsel araştırma yapabilmenin bir örneği olması yanı sıra, ülkemiz koşullarında neler yapılıp neler yapılamayacağı açısından da öğretici tecrübelerle dolu bir çalışma olmuştur. Sürekli kesilen elektrik, jeneratöre mazot almak için karakola gidilmesi gereği, olmayan izolasyon alt yapısı, ülkemizde tamamen yanlış bilinen ultra yüksek vakum kavramı, sahip olmadığımız metal işleme teknolojilerine rağmen bu çalışmaların yapılabilmesi proje ekibinin ülkemiz koşullarında bilimin sınırlarını zorlamasına bir örnektir. Bilimin en uç noktaların olan ve UYV altında olan çalışmalara ülkemizin de dahil olabilmesi adına, gece yada hafta sonu demeden çalışan proje ekibi, dahası öz verili öğrenciler, sayesinde ulaşılan sonuçlar ülkemizde neden UYV alanında çok fazla insanın çalışmadığını net bir biçimde göstermiştir.

Her türlü imkânsızlığa karşın, UYV sistemimiz iki buçuk sene boyunca sürekli çalıştırılabilmiş, 16 farklı kristal hazırlanmış ve pek çok yeni veri elde edilebilmiştir. Bu proje ülkemizde bir ilk olarak tamamlanabilmiştir. Ayrıca bu çalışma sırasında bir COST ağına dahil olunmuş ve önemli uluslararası ortaklıklar başlatılmıştır. Proje sayesinde elde edilen bilgi birikimi ile sabırlı ve dirayetli yeni öğrenciler bulunması durumunda, pek çok devam projesi yapılması mümkün hale gelmiştir. Bu proje öğrencim Dilek Yıldız ile proje öncesinde sürdürdüğümüz üç yıllık çalışmaların devamında kurulabilmiş UYV sistemi sayesinde yapılmıştır. Tüm emeği ve çabası özellikle hayatından ayırdığı değerli zaman için kendisine teşekkür ederim. UYV TTM sisteminin hava testlerinde yardımcı olan öğrencim Hasan Esen Kuşluoğlu'na teşekkür ederim. Ayrıca laboratuvarımda çalışmaya başladıklarında UYV konusunda ya da TTM konusunda bir bilgisi olmayan ancak şu anda bir UYV-TTM sistemini sıfırdan kurabilecek bilgi seviyesine ulaşan öğrencilerim Deniz Aşan Acar ve Umut Kamber'e de katkılarından dolayı teşekkür ederim. İmkânsızlıklar sebebi ile ayrılmak zorunda kalan ancak UYV sistemi için çaba sarf etmiş öğrencim Rıfat Yılmaz'a ve laboratuvardaki muhtelif katkılarından dolayı öğrencim Kıvanç Esat'a da teşekkür ederim. Elbette TÜBİTAK'a 112T818 projesi kapsamında verdiği destek için teşekkürü bir borç birim.

Doç. Dr. Oğuzhan Gürlü

İçindekiler

Ön söz ii

İçindekiler iii

Şekiller iv

Özet ix

Abstract x

1. Giriş 11

2. Literatür özeti 15

3. Gereç ve Yöntem 19

3.1 Ultra Yüksek Vakum sistemi 19

3.2 Ultra Yüksek Vakum Taramalı Tünelleme Mikroskopisi: 32

3.3 UYV-TTM sistemi, kontrol elektroniği temini ve testi: 37

3.4 İğne hazırlama: 39

3.6 Kristal hazırlama (Ge(001) kristal yüzeyinin hazırlanması): 40

3.7 Metal Buharlaştırma: 44

3.8 Ge(001) üzerinde Pt kaynaklı nano tellerin elde edilmesi: 47

4. Bulgular ve Tartışma 48

4.1 Ge(001) 48

4.2 Pt/Ge(001) ve nanotellerin yapılması 52

4.3 Nanotel manipülasyonu ve alt terasın atomik yapısının incelenmesi 60

3.4 Alfa-teraslar 62

3.4.1 Teraslarda Pt gizlenmesi ve modellerin karşılaştırılması 62

3.4.2 Teras yükseklikleri analizleri 63

3.5 YD-AKM sonuçlarına bir bakış 67

5. Sonuç ve öneriler 69

6. Kaynaklar 71

Şekiller

Şekil 1 Ge(001) yüzeyi ultra yüksek vakumda temizlendikten sonra üzerine 2 atomik katman Pt ile kaplanmıştır. Bu kristal 1000 K'e ısıtılıp soğutulduktan sonra taramalı tünelleme mikroskobu ile yukarıdakine benzer görüntüler elde edilmektedir. Burada atomik zincirler göze çarpmaktadır. Bazı bölgelerde gruplar halinde bulunan zincirler bazı yerlerde tek olarak da bulunmaktadırlar. Şekil 2 gruplar halinde bulunan Pt atom zincirlerinin daha yüksek çözünürlüklü bir TTM görüntüsüdür. 12
Şekil 2 Pt nano tellerin yüksek çözünürlüklü görüntüsü. Beyaz zincirleri oluşturan ve yer fıstığına benzeyen her alt birimin uzun yıllardır Pt dimerlerinden oluştuğu var sayılmaktadır. 12
Şekil 3 Soldan ikinci Pt nano tel dizisindeki atomlar tek tek alınarak yüzeyde rastgele yerlere atılmışlardır. Bu şekilde soldan ikinci zincirde bir boş bölge oluşturulmuştur. Daha sonra soldan birinci Pt nano teldeki atomlar tek tek sağdan ikinci zincirin yerinde açılan boşluklara taşınmışlardır [Gurlu vd. (2007)]. 15
Şekil 4 Şekil 2'de Pt nanotellerin beta-teras bölgesiyle olan sınırındaki bir alanın farklı örnek ön gerilimlerinde alınan taramalı tünelleme mikroskop görüntüleri [Gurlu vd. (2003)] Burada görüldüğü üzere aslında TTM atomlar yerine yüzeylerdeki elektronik yapıyı göstermektedir. Pt/Ge(001) sistemi yüzey elektronik yapılarının yerel olarak TTM ile çalışılması konusunda neredeyse mükemmel bir laboratuvardır. 17
Şekil 5 Vakum sisteminin bilgisayar ortamındaki ilk tasarlanma aşamasından bir görüntü. 21
Şekil 6 UYV sisteminin üzerine kurulacağı kasnağın Al profillerden yapım aşamaları 21
Şekil 7 Sistemin kasnağının titreşim izolasyon bacakları üzerinde durmasını sağlayacak (hurdadan bulunan paslı demirlerden yapılan) demir parçalar. 21
Şekil 8 Kasnağın bitmiş hali ve Max Planck Enstitüsünden hediye edilen ana kazan (sol). Kazanın kasnağa yerleştirilmiş hali (sağ). 22
Şekil 9 Sistemin UYV ile ilgili tüm parçalarının takıldıktan sonra vakuma alındığı ilk hali. 22
Şekil 10 Sistemin Ağustos 2012 itibarıyla olan durumu. Kazanın sol ön tarafında TTM sistemi üst kısmında XPS silindirik analizörü görülmektedir. Üstteki silindirik analizör ve X-ışını kaynağı daha sonra sökülmüştür. 23
Şekil 11 Sistemin üstten görünüşü. Şekil-11'de önden gösterilen TTM sol tarafta kalmaktadır. Sağ tarafa doğru uzanan çubuk bahsi geçen ana eksen manyetik çubuğudur. 24
Şekil 12 Sistemin arkadan görünüşü. Ana eksen manyetik çubuk tarafından çekilmiştir. Sistemin ana ekseni üzerinde uzunlamasına bir manyetik transfer çubuğu bulunmaktadır. Bu çubuk TTM ile aynı eksendedir. Ve bir sonraki resimde görüleceği üzere çubuğun ucunda bir örnek tutma çatalı bulunmaktadır. Bu ana eksen manyetik çubuğa dik olarak sol tarafa doğru gözüken manyetik transfer çubuğu da yedek örnek taşıyıcı tarafıdır. 24

Şekil 13 Sitemin önden görünüşü. En önde CF 160 flanş üzerinde UYV-TTM bulunmaktadır. 25
Şekil 14 TTM söküldüğünde ana eksen transfer manyetik çubuğu kazan dışına çıkarıldığında uçtaki örnek taşıyıcı çatal ve bağlantı kablosu 26
Şekil 15 Örnek taşıyıcı çatalın önden görünümü. 26
Şekil 16 Örnek taşıyıcı çatal. Örnek tutucunun iki ucun arasından akım geçirebilecek şekilde tasarlanmıştır. Bakır tel yığınları alümina taneciklerle kaplanarak UYV uyumlu izoleli kablo yapılmıştır. 27
Şekil 17 (a) Çatalın tasarımı ve yapılmış parçaları. Ön ve arka elektrotlara bağlı bakır tel yığını görülmektedir. (örnek ısıtmada doğru akım kullanmak amacı ile) 27
Şekil 18 Örnek tutucu tasarımı. Tüm parçaları Solidworks ile çizilmiştir ve Mo Ta ve alüminadan yaptırılmıştır. (örnek mavi ile temsil olarak örnek gösterilmiştir.) 28
Şekil 19 Kazan ana eksen manyetik çubuk sola doğru uzanmaktadır. Çoklu örnek taşıyıcı manyetik çubuk geriye doğru gözükmektedir. 29
Şekil 20 Çoklu örnek taşıyıcı. Molibden kıskaçlar punto kaynak ile tutturulmuştur. 29
Şekil 21 Kazan içerisinde ana manyetik çubuk ile örnek taşıyıcıdan örnek alınması sırasında çekilen bir fotoğraf. Ortada örnek çatal ucunda gözükmektedir. 30
Şekil 22 4 x CF 40 portu olan CF160 flanş hazırlama kazanına bağlı halde. Sol üst porta VG-AG2 sputter kaynağı bağlı halde. Ar leak valf sağ üste doğru görülmekte. Kaçağın bulunduğu nokta okla gösterilmiştir. Sol tarafta ana eksen manyetik çubuk sağ tarafta da TTM kazanı kalmaktadır. 32
Şekil 23 Kullanılan UYV-TTM sisteminin 4 farklı yönden çekilmiş resimleri. Bu sistem tünellemeye elle yaklaşmanın sağlandığı bir sistemdir. Ayrıca tarama esnasında örneğin ısıtılmasına olanak sağlayacak alt yapısı vardır. İğne kaidedeki piezoya bağlıdır ve örnek iğnenin yanlarındaki safir destekler üzerinde durmaktadır. 33
Şekil 24 TTM üzerine örnek yüklenmiş halde. 34
Şekil 25 Örnek safir destekler üzerine indiği hal. İğne iki destek arasından görülüyor. Önden çıkan tünelleme akımını taşıyan tel. 34
Şekil 26 TTM sistem şematiği 35
Şekil 27 Yukarıda gösterilen TTM ile havada alınmış olan HOPG yüzey görüntüsü. (I=0.2nA, V=50mV, Tarama alanı: 8nmx8nm, 512noktax512satır) 35
Şekil 28 TTM'nin içindeki tarayıcı piezo (b)'de görülmektedir. Bu tarayıcının z tüpünde ile tünelleme akımı arasında bir kaçak tespit edildi ve iğne tutan kısım kesilerek yalıtkan ile tekrar yapıştırıldı. 36
Şekil 29 Kesilen iğne tutan kısım ve yapıştırılması. 36
Şekil 30 Nanonis kontrol elektroniği, sisteme bağlı ve çalışır halde. 38
Şekil 31 Atmosfer koşullarında Au yüzeyinin TTM görüntüsü. Örnek mika üzerine termal olarak buharlaştırılmış 150nm amorf Au. (64x x 64 nm, 1024 pixel x 1024 pixel, 200 pA, örnek 100 mV, toplam tarama süresi 5 dk) 38
Şekil 32 Elektrokimyasal aşındırma şematiği.- ve düzenek 39
Şekil 33 Au/SiO_2 (150 nm Au on SiO_2, termal buharlaştırma ile kaplanmıştır) (a) TTM topografyası Au(111) fasetlerini göstermektedir, kullanılan iğnenin optik fotosu sunulmuştur. 39
Şekil 34 Au/mika örneğin sputter edilmesi. Specs IQE 11 sputter gun ile 142 nm kalınlıktaki Au filmi 4 saat 2uA verim (yield) 1500V ile sputter edildi (mika ile Au film arasında 7nm Cr film kullanılmıştır.) örnek konumu z ekseninde kaydırılarak daha geniş alanın temizlenmesi sağlanmıştır. 40
Şekil 35 Elmas kalem ile Ge(001) pulunun cleave edilmesi (çatlatılması). 41

Şekil 36 Ge(001) kristalinin örnek tutucuya yüklenerek TTM üzerinde iğne ile yaklaştırma denemesi. 41
Şekil 37 Degas işleminden sonra UYV'de 3 sputter-degas-flaş işleminde sonra Ge(001) yüzeyi. Örnek yüzeyinin henüz kristalize olmadığı görülüyor. 42
Şekil 38 Ge(001) Yüzeyi (-1.45 V, 250 pA) teraslar ve kısmen dimer hatları görülmektedir. 43
Şekil 39 Aynı kristal daha geniş bir tarama alanı, 4. temizleme döngüsü sonunda alınan TTM görüntüsü (300pA, -1.55 V). Resim eksenlerine 45 derecede duran çizgiler Ge(001) yüzeyinin dimer çizgileridir. Beyaz noktalar ise yüzeyde kalan, kristalize olamamış Ge kaynaklıdır. 44
Şekil 40 Pt buharlaştırıcımızın çeşitli fotoğrafları. İlk fotoğrafta en sol uçta W yay gözükmektedir. 45
Şekil 41 Pt buharlaştırıcı 46
Şekil 42 Au buharlaştırıcı. 46
Şekil 43 Ge(001) yüzeyine Pt kaplanması sonucunda oluşturulan beta terasları üzerindeki nano tel yapılarını gösteren ilk TTM verimiz. (It=0.5 nA, Vb=-1.8 V). 47
Şekil 44 Başka bir beta terası üzerinde oluşan nano teller (sol alt bölgede bulunan zincirimsi yapılar). Yüzey 1ML üstü miktarda Pt kaplandığından hemen hemen her bölgede beta teras oluşmuştur ve üzerlerinde nanotellere rastlanmaktadır. TTM verisine göze çarpan tepecikler amorf Ge'dan kaynaklanmaktadır. 47
Şekil 45 V=-1.8V, I= 450pA, tarama alanı 102.4 nm x 102.4 nm, tarama açısı= 90 derece, Tarama hızı 3 s/satır, pixel: 1024 x 1024 48
Şekil 46 V=-1.8 V, I= 450 pA, tarama alanı 51.2 nm x 51.2 nm, tarama açısı= 90 derece, Tarama hızı 2 s/satır, pixel: 1024 x 1024 49
Şekil 47 V=-1.6 V, I=700 pA, tarama alanı= 25.6 nm x 25.6 nm, tarama hızı 1s/satır, pixel= 512 x 512 49
Şekil 48 Şekil-47'de işaretlenen bölgenin taranması. Burada sol tarafta 4x2 bölgesi görülmektedir. 50
Şekil 49 Temiz Ge (001) terasları 50
Şekil 50 Ge(001) yüzeyinde oluşan 2x1 ve 4x2 bölgelerinin incelenmesi ve x-y kalibrasyonu için yakında analiz. 51
Şekil 51 Teras basamak yükseklikleri renk histogramları ile belirlendi ve modelle karşılaştırıldı. 51
Şekil 52 (sol) topaklar aralarında Ge(001) dimer hatları görülmektedir. (sağ) Pt kaplama ve 1000 K flaştan sonra Pt zincirler görülmüştür. 52
Şekil 53 Başka bir kristalde nispeten temiz Ge(001) yüzeyi üzerine Pt buharlaştırılması sonucunda daha iyi yapılar gözlemlenmiştir. Beta terası üzerinde oluşan nano teller (sol alt bölgede bulunan zincirimsi yapılar). Yüzey 1ML üstü miktarda Pt kaplandığından hemen hemen her bölgede beta teras oluşmuştur ve üzerlerinde nanotellere rastlanmaktadır. TTM verisine göze çarpan tepecikler amorf Ge'dan kaynaklanmaktadır. 52
Şekil 54 Yüzey çok daha düzgün ve hemen her yerde beta teraslar göze çarpmakta. Farklı teraslarda ise farklı yoğunluklarda nanoteller gözlemlenmektedir. 53
Şekil 55 Nanotellere yakından tarandığında noktasal bölgelerden oluştukları gözlemlenmektedir. 53
Şekil 56 Bazı bölgelerde çift basamak oluşumları gözlemlendi. Bu TTM verisinde görüldüğü gibi (sağ üst kısım, ya da alt orta kısım) tek başına tellerin de yüzeyde oluştuğu belirlendi. 54

Şekil 57 Nanotel bölgelerinde nanotellere dik zikzaklar göze çarpmaktadır. Bunlar daha önce nanotellerde gözlemlenmemiş yapılardır. 54
Şekil 58 örnek-1259 numaralı Ge(001) yüzeyine Pt buharlaştırdıktan sonra TTM görüntüsü (V_b = -1.5 V, I_t = 344 pA) 55
Şekil 59 Ölçülen tel-tel mesafesi yaklaşık 1.44 nm olmasına karşın Ge(001) ile karşılaştırmalı olarak beklenen 1.6 nm'dir. 55
Şekil 60 Burada ölçülen mesafe 1.63 nm'dir. 55
Şekil 61 Pt/Ge(001) yüzeyinde aynı bölgenin farklı açılar ile taranması a) V_b = -550 mV, I_t = 550 pA, 123º b) V_b = -550 mV, I_t = 550 pA, 41.48º 56
Şekil 62 Aynı bölgenin farklı voltajlarda taramaları. 56
Şekil 63 (a) Pt/Ge(001) TTM topografyası (1.45V, 0.45 nA) (b) eş zamanlı dI/dV haritası (Lock in: 3.2 kHz, Vpp: 30mV) (c) ve (d) I-V eğrileri. dI/ dV haritası telimsilerin bazı bölgelerde iletkenliğin arka plana göre daha yüksek olduğunu göstermektedir. 57
Şekil 64 Tünelleme denememiz sırasında laboratuvarımızın 50 metre kadar yakınında (haberimiz olmadan) bina temeli kazıkları çakılması işleminin başlaması sırasında oluşan gürültü sayesinde ortaya çıkan sanatsal W TTM iğne ucunun optik mikroskop ile alınış resimleri. Doğal olarak bu bize 4.5 haftaya ve yukarıda şekil-59 verilen datanın üzerinde alındığı örneğe mal oldu. Benzer örneği hazırlayabilmemiz ayrıca 4+4 haftaya mal oldu (aşağıda açıklanmıştır). 59
Şekil 65 a) Nanotel zincirinin kaldırılması ile görülen gama bölgesinin Taramalı Tünelleme Mikroskobu (TTM) datası (V_b= 0.01 V, I_t= 450 pA) b) Vanpoucke γ_{as}^* modeli (tellerin Ge atomlarından oluştuğu öne sürülmüştür) c) Pt/Ge(001) yüzeyi gama bölgesi dikdörtgen içinde belirtilmektedir. Bu bölge (a)da verilen TTM datasına çok benzemektedir. 60
Şekil 66 (Sol) γ bölgesinin TTM görüntüsü, ve zincirleri oluşturan Ge dimerlerinin yumurta-biyolündeki yumurtalara benzetilmesi (sağ) . 60
Şekil 67 a) Pt/Ge(001) yüzeyi UYV-TTM datası (V_b= -1.8 V, I_t= 450 pA) TTM görüntüsünün sol kısmında nano teller sağ tarafında ise beta teras gözükmektedir. b) Stekolnikov tarafından yayınlanan Pt/Ge(001) yüzey modeli. Bu modelde NWleri oluşturan Ge dimerleri altlarındaki (Ge(001) yüzeyine) dik olarak varsayılmıştır. Ancak TTM verisi bunun yanlış olduğunu göstermektedir. 61
Şekil 68 Pt/Ge(001) yüzey modeli. Sol kısım tellerin alt bölgesindeki yüzeyi, ve telleri, sağ üst kısım ise beta terası göstermektedir. Ayrıca sol alt bölgede Ge- dimer zincirlerinde oluşan nanoteller de çizilmiştir. 62
Şekil 69 (a) Ge dimerlerin dik olarak Pt atomları, aynı terasta yer almaktadırlar. (V_b: -1.024 V, I_t: 569 pA). (b) Stekolnikov modeli. 63
Şekil 70 (a) Pt/Ge(001) yüzeyi TTM datası ve basamak yükseklik ölçümleri. 64
Şekil 71 Benzer analiz daha geniş alanda da yapılmıştır. 65
Şekil 72 (a) Pt/Ge(001) basamaklarından birine yakından bakış (V_b: -1.4 V, I_t: 400 pA) (b) Basamak yükseklik histogram analizi (Mor halka çiftli basamağı göstermektedir) 65
Şekil 73 (a) m ve n terasları normalde Ge(001) yüzeyi referans alındığından bir çift basamağa denk gelmelidir ve yüksekliği 2.8 Angström olmalıdır. Bu teraslar alfa teraslarıdır ve Ge(001) yüzeyine benzemektedirler. Ancak (c)de görüldüğü üzere basamak yüksekliği voltaja göre değişmektedir. Bu da bu yapıların Ge(001)den farklı olduğunu ortaya koymaktadır. 66

Şekil 74 Pt/Ge(001) sisteminde zincirler elde edilerek üzerlerine Sn ilave edilmiştir. AKM ile yapılan karşılaştırmalı kuvvet eğrileri ölçümleri zincirleri Ge atomlarının oluşturduğunu göstermektedir. 67
Şekil 75 Kuvvet eğrileri ve Si-Sn-Ge karşılaştırması ile zincirlerin Ge olduğunun gösterimi. 68

Özet

Bu projede $5x10^{-10}$ mbar'dan daha düşük basınç altında çalışan bir ultra yüksek vakum taramalı tünelleme mikroskopi (UYV-TTM) sistemi işlevsel hale getirilerek, UYV koşullarına Ge(001) kristalleri hazırlanmıştır. Proje kapsamında imal edilen atomik platin buharlaştırıcılar ile Ge(001) yüzeyleri bir kaç atomik atman Pt kaplanarak Ge(001) yüzeylerinde Pt-Ge yüzeye sıkışmış fazları elde edilmiş ve bu fazlar üzerinde tek atom kalınlığından atomik zincirler oluşturulmuştur. Bu proje, ilgili kristal hazırlama süreçlerinin, UYV sisteminin kurumundan kristallerin ve atomik yapıların hazırlanmasına kadar olan prosedürlerin, bilgi birikiminin ülkemize kazandırılmasını sağlamıştır. Yapılan çalışmalarda bu atomik zincirlerin üzerine kurulu olduğu Pt-Ge kompozit terasların atomik yapılarının anlaşılmasına yönelik TTM verileri elde edilerek literatürdeki boşlukların doldurulması yönelik çalışmalar yürütülmüştür. UYV-TTM verisi sayesinde Pt-Ge kompozit terasların elektronik yapısının Pt miktarına göre oldukça değişken olduğu, atomik zincirlerin üzerlerinde kurulu olduğu beta terasların çift katman olmak zorunda olduğu, literatürde önerilen Pt zincir modellerinin Ge terasları içerisindeki Pt atomlarından oluştuğu ve atomik zincirlerin üzerlerinde oluştuğu beta teraslarının üzerlerinde sadece gamma bölgesi olarak adlandırdığımız kesimlerde oluştuğu gösterilmiştir. Ayrıca yaptığımız ortak çalışmalar Pt-Ge sistemine oluşan atomik zincirlerin Pt atomlarından değil de Ge dimerlerinden oluştuğunu destekler yönde olmuştur. Projede işletilen UYV-TTM sistemi sayesinde pek çok yeni projeye başlama imkânı ortaya çıkmıştır.

Anahtar kelimeler:

Taramalı Tünelleme Mikroskopisi, Ultra Yüksek Vakum, UYV-TTM, Ge(001), Pt nanoteller, atomik manipülasyon

Abstract

Within this project an Ultra High Vacuum Scanning Tunneling Microscope setup, which operrated under $5x10^{-10}$ mbar pressure, was made functional and Ge(001) surfaces with few monolayers of Pt on them were studied. Pt and Au evaporators were built and with thermal processing of Pt/Ge(001) surface-systems atomic chains were formed. The surface confined phase of Pt-Ge was studied at the atomic scale. Most importantly, with this project the knowhow on crsytal surface preparation processes, with a focus on Ge(001), were developed under UHV conditions, as well as the activation of a UHV system for studying such surfaces. The main focus of the project after the activation of the UHV-STM system and the developemnt of the sample preparation processes under UHV, the atomic stcuture of the Pt-Ge surfaces alloyed terrcaes were investigated, upon which Pt induced atomic chains form. The aim was to fill in the gaps existing in the literature, especially around the atomistic modellig of Pt-Ge surface confined alloy on Ge(001) surfaces. With the help of detailed UHV-STM investigaetins the following information were revealed: 1) The electronic structure of Pt-Ge terraces vary depending on the embedded Pt amount on and under these terraces; 2) The beta terraces upon which Pt induced chains form needs to be double layer; 3) Pt atoms can form atomic chains embedded in the alpha terraces; 4) Pt induced chains form on beta terraces but only on the gamma zones of the beta terraces revealed by the atomic manipulation of the chains. Our studies indicated that the Pt induced chains forming on Ge(001) surface may be composed of Ge dimers rather than Pt atoms. Finally, our results attained with this project helped us in developing new projects with international partners.

Key words:

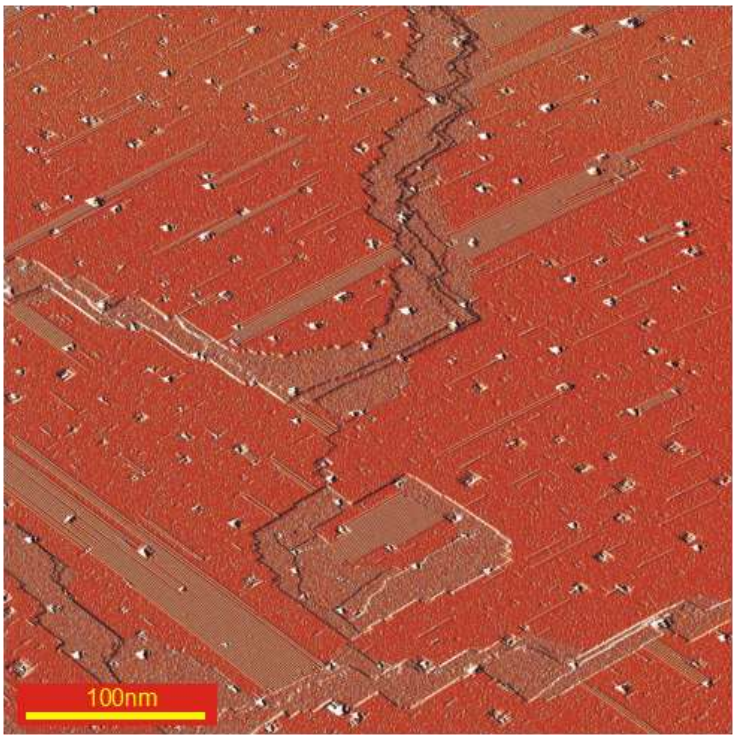
Scanning Tunneling Microscope, Ultra High Vacuum, UHV-STM, Ge(001), Pt nanowires, atomic manipulation

1. Giriş

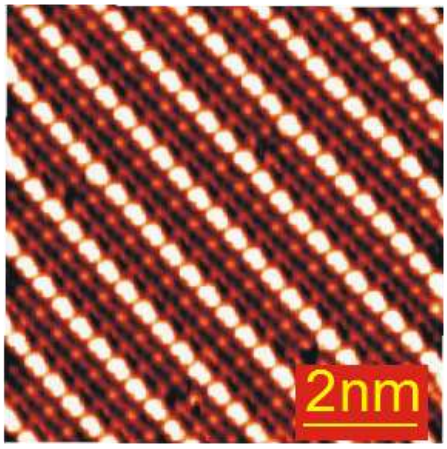
Taramalı tünelleme mikroskopisinin (TTM) uygulandığı yüzey ve ara-yüzey sistemleri çok geniş bir alana yayılmıştır. Örneğin TTM sayesinde, önceleri sadece katı (bulk) özellikleri incelenebilen metal-yarıiletken bileşik sistemler, elementlerin karıştırıldıktan ve bir dengeye geldikten sonra incelendikleri hallerinden daha farklı durumlarında çalışılabilir olmuşlardır. Özellikle yüzey faz diyagramları bu sayede çalışılabilir hale gelmiştir. Çok detaylıca çalışılmış ve hemen bütün –bulk- faz diyagramları çıkartılmış olan Pt-Ge sisteminin ultra yüksek vakum koşullarında TTM ile incelenmesiyle hiç de beklenmeyen bazı özel yapıları ortaya çıkarttığı gözlemlenmiştir [Gurlu vd. (2003)]. Ge(001) yüzeyinde Pt sebebi ile oluşan, yüzeye sıkışmış, bazı ikili fazları ortaya çıkmıştır.

Ultra yüksek vakum (UYV) koşullarında hazırlanan Ge(001) yüzeyi, bu yüzeyin tamamını 1 atomik katmandan (monolayer) daha az kaplayacak kadar Pt atomları ile kaplandığında (0.25 atomik katmandan fazla olmak üzere) ve 1000K'e ısıtılıp soğutulduğunda, bir atom kalınlığında ve binlerce atom uzunluğunda (0.4nm kalınlığında ve mikrometre uzunluklarına kadar) atom zincirleriyle kaplı hale gelmektedir. Bu zincirler tek başlarına bulunabildikleri gibi gruplar halinde de yüzeyi örtmektedirler (Bkz. Şekil-1 ve Şekil-2). Pt/Ge(001) sisteminde 2002 yılında keşfedilen bu oluşum sonrasında benzer oluşumların Au ve Ir atomlarıyla da Ge(001) yüzeyinde oluşabileceği önerilmiş ve Au ile olan çalışmalar çok kısa bir süre içinde yayınlanmıştır. Son oncu yıl içerisinde Pt/Ge(001) sistemi ile Au/Ge(001) sistemi hem deneysel hem de teorik yüzey fiziği gruplarının ilgi alanına girmiş ve bu konularda pek çok çalışma başlatılmıştır. Bu yeni sistemin oldukça zengin bir kuantum mekaniği laboratuvarı olduğu ortaya çıkmıştır.

Bu projede yapılan çalışmalar kapsamında öncelikle Pt/Ge(001) sisteminin UYV altında üretilmesi ve Pt-Ge yüzey fazlarının incelenmesinin denenmiştir. Ayrıca Pt nano tel yapılarının taramalı tünelleme mikroskobuyla oda sıcaklığında atomik ölçekte manipüle edilmesi ve hem bu yapıların hem de altlarında oluşan yapıların özellikleri atomik ölçekte çalışılmıştır. Bu amaçlara ulaşılabilmesi için daha önce kısmen kurulmuş olan ultra yüksek vakum taramalı tünelleme (UYV-TTM) sistemine ilaveler yapılarak yeni bir deneysel sistem, dahası yeni bir ultra yüksek vakum laboratuvar sistemi daha kapsamlı çalışmalar yapabilecek hale getirilmiştir.



Şekil 1 Ge(001) yüzeyi ultra yüksek vakumda temizlendikten sonra üzerine 2 atomik katman Pt ile kaplanmıştır. Bu kristal 1000 K'e ısıtılıp soğutulduktan sonra taramalı tünelleme mikroskobu ile yukarıdakine benzer görüntüler elde edilmektedir. Burada atomik zincirler göze çarpmaktadır. Bazı bölgelerde gruplar halinde bulunan zincirler bazı yerlerde tek olarak da bulunmaktadırlar. Şekil 2 gruplar halinde bulunan Pt atom zincirlerinin daha yüksek çözünürlüklü bir TTM görüntüsüdür.



Şekil 2 Pt nano tellerin yüksek çözünürlüklü görüntüsü. Beyaz zincirleri oluşturan ve yer fıstığına benzeyen her alt birimin uzun yıllardır Pt dimerlerinden oluştuğu var sayılmaktadır.

2002 yılında keşfettiğimiz bu yüzey sistemi üzerinde yaptığımız çalışmaların takibinde bu sistemin literatürde bulunan benzer sistemlerden çok büyük bir farkını da ortaya çıkartmıştık. Örneğin Si(001) yüzeyinde oluşturulabilen Bi atomik çizgi yapıları Si kristali ile bir bütünlük teşkil etmekte ve doğal olarak bağımsız metalik atom zincirleri olarak kullanılamamaktaydı. Ancak Pt kaynaklı oluşan atomik zincirler daha önceden bilinmeyen bir Pt-Ge fazının üzerlerinde oluşmaktadırlar ve yüzeye çok zayıf olarak bağlıdırlar. Bu sayede serbest atom zincirleri gibi davranabilmektedirler. Bu ve benzer pek çok yeni özellikler gösteren bu sistem pek çok araştırmacı için ilginç bir oyun sahası ortaya çıkartmıştır ve "*Peierls kararsızlığı*"ndan "*duran elektron dalgaları*"nın çalışılabileceği bir boyutlu elektron gazı fiziğine kadar farklı alanlarda denek sistem olarak kullanılmaya başlanmıştır.

Bu projede de öncelikle Ge(001) yüzeyinde oluşan atomik zincirlerin anlaşılması yerine, daha önce üzerine düşülmemiş bir konu olan, Pt-Ge arasında oluşan yüzeye sıkışmış (surface confined) fazın atomik yapısının anlaşılmaya çalışılması, ayrıca literatüre bunulan başka bir soru olan, yüzeydeki zincirlerin Pt atomlarından mı Ge atomlarından mı oluştuğu soruları üzerine yoğunlaşılmıştır. Elbette öncelik bu istemin üzerinde deneysel çalışmalar yapılabilmesi için gerekli sistemin kurulması yönünde de oldukça yoğun çaba sarf edilmiştir.

Pt/Ge(001) sistemi ya da daha önceki çalışmalarımızda öngördüğümüz ve gerçeklenen Au/Ge(001) sistemi daha pek çok ilginç özelliği barındırmaktadır. Örneğin Ge(001) yüzeyinde oluşan Pt nano tel yapılarının mekanik kararlığının sebebi ve sınırları halen bilinmemektedir. Nanotellerin olduğu kristal yüzeyi 400K üzerine ısıtıldığında teller kaybolmakta sistem 1000K'de tekrar ısıtılıp soğutulduğunda teller tekrar oluşmaktadır. Pt nano tel ve Ge(001) yüzey sistemi için halen tam bir atomik model net olarak verilememektedir. Au/Ge(001) sistemi için de halen benzer sorular ortadadır.

Bu sistemlerin kendi özelliklerinin yanı sıra neredeyse mükemmel nano-kalıplar oluşturmalarından dolayı moleküler elektronik çalışmalarında da önemli yer bulma şansları vardır. Ayrıca Ir/Ge(001) sistemi konusunda da çok sınırlı çalışmalar bulunmaktadır. Ge(001) üzerine hem Au hem de Pt atomları belirli oranlarda buharlaştırıldıklarında ve kristal ultra yüksek vakumda ısıl işleme tabi tutulduğunda ne tür yapılar oluşacağı merak konusudur. Bir diğer enteresan husus ise literatür özeti kısmında anlatılacağı üzere Pt atom zincirlerinin oda

sıcaklığında atomik ölçekte manipüle edilebilir olmalarıdır. Bu henüz neredeyse dokunulmamış bir araştırma alanıdır. Özetle söylemek gerekirse bu yeni yüzey sistemleri temel yüzey fiziği alanında ve uygulama olarak da moleküler elektronik alanında pek çok temel problemin çalışılmasına olanak sağlayacak bir sistemdir.

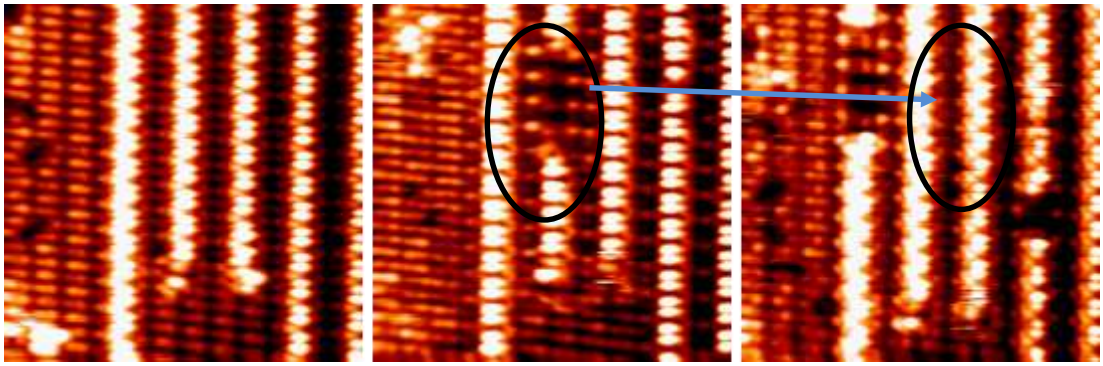
Bu projede öncelikle Pt kaynaklı atomik tel yapılarının Ge(001) yüzeyinde üretilmesi ve Ultra Yüksek Vakum (UYV) koşullarında Taramalı Tünelleme Mikroskobuyla (TTM) incelenmesi amaçlanmıştı. Bunun için öncelikle UYV-TTM sistemi hazır hale getirilmiş ve UYV koşullarında Ge(001) yüzeyi hazırlama prosedürü laboratuvarımızda oluşturulmuştur. Projede daha sonra özellikle Pt zincirlerinin atomik manipülasyonunu ve bu sayede altlarındaki Pt-Ge fazının atomik yapısının çalışılmasını hedeflemiştir. Son olarak da Ge(001) yüzeyine Au kaplama çalışma denemeleri yapılmıştır. Proje kapsamında (ilgili bölümlerde belirtileceği üzere) bazı ortak çalımalar başlatılmış ayrıca proje sırasında COST MP-1303 ağına dahil olunmuştur.

Bu projenin sonucunda elde edilen en önemli kazanımlardan birisi ülkemizde çok az sayıda bulunan UYV sistemlerine bir yenisinin eklenmiş olmasıdır. UYV sistemlerinin kurulması ve çalıştırılması ve ilgili tekniklerin kullanımı konusunda proje süresinde altı öğrenci yetişmiştir.

Çalışmada izlenen sıra ve proje kapsamında tamamlanan iş paketleri şu şekilde özetlenebilir: 1) Ultra yüksek vakum sisteminin (UYV) basıncının $5x10^{-10}$ mbar altında sürekli olarak çalışabilir hale getirilmesi; 2) UYV altında çalışacak olan Taramalı Tünelleme Mikroskobunun (TTM) çalışır hale getirilmesi ve test edilmesi; 3) UYV koşullarında Ge(001) kristal yüzeyinin hazırlanması ve dimer çözünürlüğü elde edilmesi (bunun için UYV sisteminde gerekli modifikasyonların yapılması); 4) Pt ve Au buharlaştırıcıların yapılması ve test edilmesi; 5) Ge(001) yüzeyine Pt kaplanması ve kaynaklı atomik zincirlerin elde edilmesi; 6) Pt/Ge(001) yüzeyinin atomik yapısının çalışılması; 7) Pt-Ge fazının atomik modellemesinin yapılması. Ayrıca bu listeye ek olarak proje sonrası için hedeflenmiş olan bazı denemeler de yapıldı: 8) Ge(001) yüzeyine Au buharlaştırılması; 9) Ge(001) yüzeyine Au ve Pt eş zamanlı buharlaştırmalar yapılması. Bu rapor sırasıyla yukarıda listesi verilen çalışmalara göre kurgulanmıştır.

2. Literatür özeti

2002 yılında keşfedilen Pt/Ge(001) atomik zincir sistemi [Gurlu vd. (2003)] pek çok fiziksel denemenin yapılabileceği bir laboratuvar sistem olarak kendini ortaya koymuştur. Özellikle bu metalik atom zincirlerinin yüzeye çok ciddi bir biçimde bağlı olmamaları ve yüzeydeki bazı noktalardan alınıp diğer yerlere oda sıcaklığında konabilmeleri, taramalı tünelleme mikroskobunu popüler yapan ve atomlarla sıvı He sıcaklıklarında IBM yazısını yazan bilim adamlarının kullandıkları yüzey sistemlerine bir alternatif oluşturmaktadır [Gurlu vd. (2007)]. Elbette bilimsel çalışmalar için yüzeylere atomlarla yazı yazmak değil, atomların yerlerini piko-metreler mertebesinde değiştirdiğimizde ortaya çıkan fiziksel olaylar önemlidir. Örneğin düşük sıcaklıklarda metal atomlarının metal yüzeylerinde dizilmesiyle oluşturulan kuantum halkalar sayesinde metal yüzeylerinde serbest elektronların kafeslenme etkileri çalışılabilmiştir [Manoharan vd. (2000)]. Pt-nanotel/PtGe sisteminde oda sıcaklığında atomların manipüle edilmesi, atomların oda sıcaklığında yüzeylerde bir noktadan bir noktaya TTM iğnesi üzerinde taşınabilmeleri henüz detaylı çalışmalar ile irdelenmemiştir. Atomların yüzden iğneye ve iğneden yüzeye geçmeleri sırasında olan fiziksel etkileşimler çalışılmayı bekleyen konulardır (Şekil-3).



Şekil 3 Soldan ikinci Pt nano tel dizisindeki atomlar tek tek alınarak yüzeyde rastgele yerlere atılmışlardır. Bu şekilde soldan ikinci zincirde bir boş bölge oluşturulmuştur. Daha sonra soldan birinci Pt nano teldeki atomlar tek tek sağdan ikinci zincirin yerinde açılan boşluklara taşınmışlardır [Gurlu vd. (2007)].

Pt-nanotel/PtGe sistemi üzerinde de serbest elektronların bir boyutlu duvarlar arasındaki kafeslenme etkileri de gösterilmiştir [Oncel vd. (2005)]. Ancak yüzeydeki hatalarla (defect) elektronik yapının etkileşimi halen incelenmemiştir.

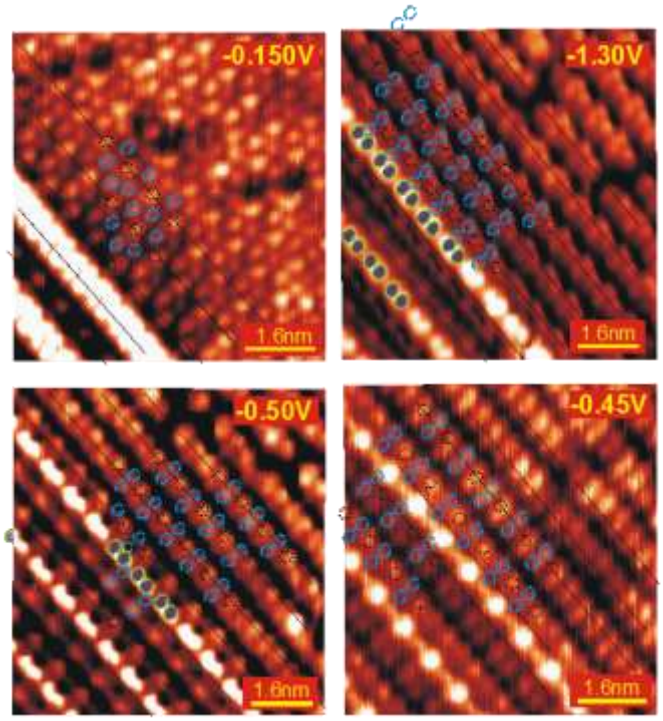
Ayrıca bu fiziksel sistem görüntü olarak kendisine benzeyen Bi/Si ya da In/Si sisteminden çok önemli bir noktada ayrılmaktadır. Pt atomları oluşturdukları yapıları çoğunlukla kendi aralarındaki etkileşimlerle oluşturmaktadırlar ve bulundukları yüzeyden bağımsızdırlar. Ancak literatürde bulunan ve yaklaşık 19 senedir oldukça popüler olan Bi/Si(001) sisteminde Bi atomları aslında Si atomları ile birlikte yapılar oluşturmaktadırlar ve manipüle edilememektedirler [Bowler vd. (2006)]. Pt nano teller sisteminde, 1 boyutlu sistemlerde ortaya çıkması beklenen bir elektronik kararsızlık durumu olan ve bu kararsızlığın yapısal özelliklere yansımasını öngören Peierls Kararsızlığı da bu sistem üzerinde çalışılmıştır [van Hauselt vd (2008)].

Bunların yanında oldukça yakın zamanda Reviews of Modern Physics dergisinde yayınlanan bir çalışma 2003 Applied Physics Letters dergisinde yayınlanan çalışmamıza [Gurlu vd. (2003)] da referans vererek bu tip yeni fiziksel sistemlerin elektronik karasızlık durumlarının çalışılmasında ne derece önemli olduğunu ortaya koymaktadır [Snijders vd. (2010)]. Bu raporda uzun yıllardır çalışılan ve kısmi bir boyutlu (quazi 1D) olarak nitelendirilebilen sistemler üzerinde detaylıca durulmuştur ve gerçek bir boyutlu sistemler olan Pt/Ge ve Au/Ge gibi sistemlerin önümüzdeki yıllarda kazanacağı önem dile getirilmiştir.

Pt nano teller ayrıca TTM iğnesi ile yüzey arasındaki etkileşimlerin çalışılması, yüzey yapılarının tünelleme akımına olan tepkilerinin incelenmesi konusunda da güzel bir model sistem ortaya çıkartmaktadır [Saedi vd. (2009)]. Sistemin kendisinin çalışılmasının yanı sıra Pt atomlarının CO molekülleri ile etkileşiminin çalışılması için de bu sistem güzel bir imkân sunmuştur ve bu konuda hem deneysel hem de teorik çalışmalara konu olmuştur [van Poucke vd. (2010), Krivosheeva vd. (2010)]. Diğer bazı yüzeysel nano-tel sistemlerinin olduğu gibi [Wei vd. (2011)] Pt ve Au sistemleri de moleküler sistemler için güzel alt yapı oluşturmaktadırlar. Üstelik bu yapılar bazı manyetik atom zincirlerinin de üzerlerinde oluşturularak düşük boyutlarda manyetizma çalışmaları için çok uygun alt yapı (kalıp) (template) oluşturmaktadır [Sahaf vd. (2009)].

Özetle son yıllardaki yayınlardan ve raporlardan görüldüğü üzere bir boyutlu atomik sistemler yapısal ve elektronik özellikleri açısından çok uygun bir kuantum mekanik oyun alanı oluşturmaktadırlar ve daha çalışılabilecek pek çok probleme laboratuvar sistemi olma potansiyeline sahiptirler [Schafer vd. (2006), Mocking vd. (2010), Stekolnikov vd. (2008), Stekolnikov vd. (2008), Chun-Yao vd (2011), Lopes vd. (2010), Tsay vd. (2012)].

Her ne kadar Ge(001) üzerinde oluşan tek atom kalınlığındaki bu yapılar oldukça heyecan verici bir sistem olup üzerinde pek çok çalışmalar yapılmış olsa da, bu sistemin üzerine kurulu olduğu Pt-Ge yüzey alaşımı üzerinde detaylı bir çalışma yayınlanmamıştır. Ancak yüzeyde olan pek çok fiziksel gözlem bu alt taş üzerine kuruludur. Literatürdeki bu eksiklik de göz önüne alınarak, bu proje kapsamında yaptığımız çalışmalarda özellikle Pt-Ge / Ge(001) terasları üzerinde durulmuştur. Bunlar arasındaki basamak yükseklikleri ölçümlerimiz ve Pt-Ge alfa-teras isteminde olan iğne ön gerilim değişimli (bias dependent) Taramalı Tünelleme Mikroskopisi ölçümlerimiz, bu yüzeylerin atomik yapısı konusunda ortada olan bazı bilinmeyenler üzerine yoğunlaşmamıza sebep olmuştur. Örneğin Şekil-4'de verilen TTM görüntüleri şu ana kadar tam olarak anlaşılamamış, ancak ilgili makalede [Gurlu vd. (2003)] yüzeyin geçici bir modelinin kurulabilmesi için kullanılmıştır.



Şekil 4 Şekil 2'de Pt nanotellerin beta-teras bölgesiyle olan sınırındaki bir alanın farklı örnek ön gerilimlerinde alınan taramalı tünelleme mikroskop görüntüleri [Gurlu vd. (2003)] Burada görüldüğü üzere aslında TTM atomlar yerine yüzeylerdeki elektronik yapıyı göstermektedir. Pt/Ge(001) sistemi yüzey elektronik yapılarının yerel olarak TTM ile çalışılması konusunda neredeyse mükemmel bir laboratuvardır.

Konu hakkındaki ilk çalışmayı takiben bağımsız gruplar yüzeydeki bu tellerin (telimsilerin) metalik olduklarını taramalı tünelleme spektroskopisi(TTS) çalışmaları ile doğrulamışlardır. Ancak Ge bir yarı iletkendir ve kristalin sadece bir atomik katman üzerinde bulunan yapıların tamamen metalik olması, hatta metal-yarı iletken geçişinin sadece birkaç atomda

gerçekleşmesi anlaşılması oldukça güç bir problemdir. Ayrıca çok yakın bir zamanda yayınlanan bir çalışmada Pt nano tellerin aslında metalik davranan Ge dimerlerinden oluşuyor olabileceği öne sürülmektedir [Tsay vd. (2012)]. Bu veriler de öncelikle zincirlerin altındaki terasın atomik yapısının anlaşılması ihtiyacını ortaya koymaktadır.

Projenin sunulması öncesinde yaptığımız literatür çalışmalarımız ve proje süresince konu hakkında yapılan yayınları takibimiz, ayrıca yaptığımız deneyler öncelikle Pt ile alaşım oluşturmuş Ge(001) teraslarının atomik yapısının anlaşılmasının daha sonraki çalışmalar için son derece önemli olduğunu ortaya koymuştur. Proje süresinde Pt-Ge sisteminin çalışılmasına imkân sağlayacak alt yapının eksiklerinin tamamlanmasının ardından bu yönde çalışmalara odaklanmıştır ve sonuçlar elde dilmiştir.

3. Gereç ve Yöntem

Bu projede üzerinde çalışılacak olan temel kristal -alt taş- Ge(001) yüzeyi idi. Bu yüzey atmosfer koşullarında son derece reaktif olduğu için ultra yüksek vakum (UYV) koşullarında ($P<5x10^{-10}$ mbar) hazırlanması ve çalışılması gerekmektedir. Bu sebeple projede öncelikle laboratuvarımızda var olan UYV sistemi etkin şekilde çalışır hale getirilmiştir. Daha sonra UYV altında çalışan taramalı tünelleme mikroskopi (TTM) sistemimizin problemleri çözülerek tam çalışır bir UYV-TTM laboratuvar düzeneği ortaya konulmuştur. UYV sistemi proje başlangıcında çalışır halde olmasına karşın bazı sorunlarla karşılaşılmış ve bunlar proje süresinde çözülerek çalışmalarda ilerlenmiştir. Sistem hakkında detaylı bilgi ve proje kapsamında yapılan çalışmalar şu sırayla verilmiştir: UYV sistemi kurumu, UYV sistemine yapılan ilaveler (örnek taşıyıcı, örnek ısıtma sistemi, kazanda kaçak yamama işlemleri), UYV TTM sisteminin kurumu ve problemlerinin çözümü ile çalışır hale getirilmesi, Ge(001) hazırlama süreçlerinin oturtulması (sputter-anneal ve sputter sorunlarının çözümü), Pt ve Au buharlaştırıcıların yapılmaları ve test edilmeleri ve son olarak Pt/Ge(001) sisteminin hazırlanarak atomik zincirlerin gözlemlenmesi.

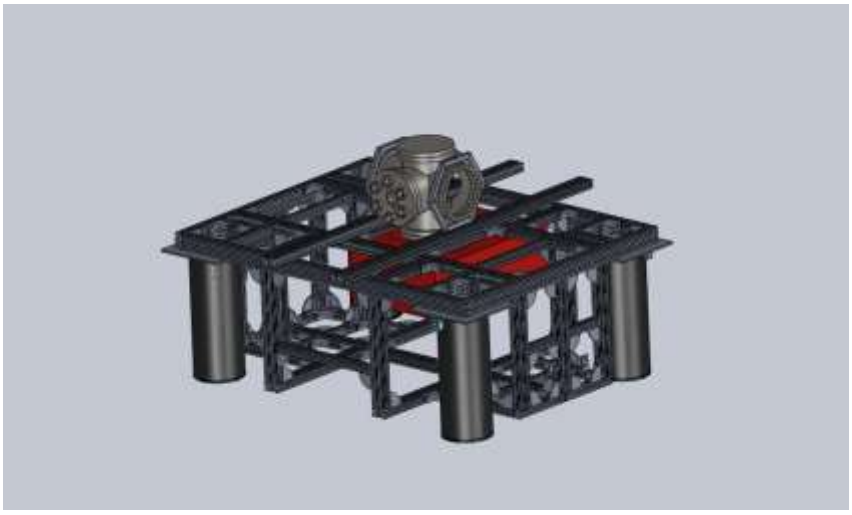
3.1 Ultra Yüksek Vakum sistemi

Proje kapsamında yapılacak olan bütün çalışmalar Ultra Yüksek Vakum (UYV) sistemi içerisinde gerçekleştirilmiştir. Bu projeye başlamadan önceki üç yıllık çalışmanın sonucunda kazan, turbo moleküler pompa ve ön pompa sistemi, pompası sistemi, sistemin üzerinde durduğu kasnak-masa (frame), titreşim izolasyon sistemi, manipülatörler, elektrik besleme bağlantıları (electrical feedthrough), basınçölçerler temin edilmiştir ve sistem kapatılmıştır. Sistem üzerindeki pek çok parça Hollanda ve Almanya'dan bağış olarak temin edilmiştir ve bazı eksik parçalar bir İTÜ-BAP projesi yardımıyla satın alınmıştır. Bazı ufak parçalar ve sarflar için TÜBA-GEBİP desteği kullanılmıştır. Kalan bazı parçalar ise 304-çelik, bakır, alüminyum, çeşitli seramik, teflon vb. malzemelerden kendi imkânlarımızla işlenerek üretilmiş ve sistem kurulmuştur. UYV sistemimiz Mayıs 2012'den itibaren $5x10^{-10}$ mbar basınçta çalışır halde olmuştur. Ancak proje başlangıcında kazanın üzerinde 35 yıllık bir iyon pompası bulunmakta idi. Bu iyon pompası Fransız Riber firmasına ait olup Hollanda'nın Twente Üniversitesinden bağış olarak alınmıştı; pompanın güç kaynağı ise İngiliz VG marka olup Almanya'daki Max

Planck Katıhal Enstitüsünden bağış olarak getirilmişti. Bu iki cihazı birbirine bağlayacak kablo bulunamadığından 7000V gerilime dayanabilen eski ve kullanılmayan bir iyon pompası kablosu (Varian marka) ETH-Zurich'deki çöplükten bulunmuştu. Bu kablonun uçları açılarak gerekli bağlantı elemanları Fizik Mühendisliği bölümümüzdeki atölyemizde tarafımızdan yapılmış ve tüm vakum sistemi çalışır hale gelmişti. Ancak projenin son yılında maalesef yüksek voltaj kaynağı bozuldu ve tamirinin imkânsız olduğu görüldü. Bu sebeple Nisan-2015 ve Ağustos-2015 arasında vakum kaynaklı sorunlar sebebi ile çalışmalarımız yavaşladı. Aynı dönem UYV-TTM mekanizmasında olan bazı arızalar da olduğundan sistem bu süre zarfında tadilata alındı. Temmuz 2015'de TÜBİTAK tarafından sağlanan ek bütçe ile yeni bir iyon pompası temin edildi ve sistem Ağustos-2015'den itibaren tekrar kullanılmaya başlanabildi.

UYV'nin önemi: Bu proje için neden UYV'ye ihtiyaç olduğu kısaca şöyle özetlenebilir: Yarı iletken kristal yüzeyleri atomik ölçekte temiz olduklarında son derece reaktiftirler. Örneğin Ge kristali (001) yönelimden atmosferde kırıldığı anda oluşan yüzeyler anında oksitlenir. Bu bilgi niceleyici olarak basınca bağlı verilecek olur ise $1x10^{-6}$ mbar basınçta Ge(001) yüzeyinin oluşturulduğunda bir katman oksitle kaplanması 1 s sürer. Bu dozlama birimi Langmuir'dir ve bu durumda atmosferde bulunan gazların yüzeye yapışma katsayısı (sticking coefficient) 1 olarak alınır (dokundukları andan yüzeyde kalmaları anlamında). Şayet basınç $1x10^{-7}$ mbar ise Ge(001) yüzeyi atomik ölçekte atmosfere ekspoze edildiğinde yüzeyin kirlilik ile kaplanması 10 s sürer. Şayet yüzey atomik ölçekte temiz hali ile çalışılmak isteniyor ise en az 3 saat gereklidir ki bu da örneğin hazırlandığı atmosfer basıncının en fazla $5x10^{-10}$ mbar olmasını gerektirir. Basınç ve pompalar ile ilgili bilgi çok temel düzeyde olduğu için bu raporda tartışılmayacaktır. Ancak belirtilmesi gereken husus, basınç 10^{-10} mertebesine indiğinde oluşan atmosferdeki en önemli gaz H_2'dir ve bunun ortamdan uzaklaştırılması için konvansiyonel pompalar işe yaramazlar; iyon yakalama pompaları devreye girer. Projede karşılaştığımız iyon pompası sorunu bu sebeple son derece önemlidir ve TÜBİTAK'ın ek desteği ile çözülmüştür. Ayrıca belirtilmelidir ki maalesef 10^{-9} mbar basınç düzeyi ülkemizde UYV olarak algılanmaktadır. Bu son derece yanlış bir bilgidir (Bkz. yukarıda açıklanan fiziksel sebepler.)

Projede kullandığımız UYV sistemi, yukarıda belirtildiği şekilde toparlanan parçalar ile tamamen kendi imkânlarımızla kurulmuştur. İlk kurum aşamasında herhangi bir kaçak testi yapma imkânımız olmamasına karşın sistem ilk kapatılıp pişirildikten sonra 3 hafta içerisinde $5x10^{-10}$ mbar basınç elde edilmiştir. Sistemin tasarım ve kurum aşamaları aşağıdaki resimlerle özetlenmiştir:



Şekil 5 Vakum sisteminin bilgisayar ortamındaki ilk tasarlanma aşamasından bir görüntü.



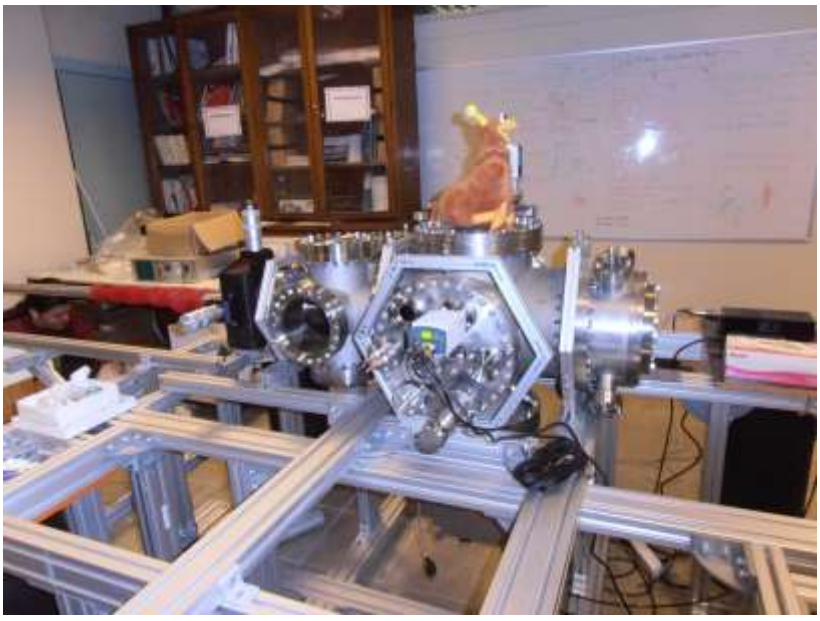
Şekil 6 UYV sisteminin üzerine kurulacağı kasnağın Al profillerden yapım aşamaları



Şekil 7 Sistemin kasnağının titreşim izolasyon bacakları üzerinde durmasını sağlayacak (hurdadan bulunan paslı demirlerden yapılan) demir parçalar.



Şekil 8 Kasnağın bitmiş hali ve Max Planck Enstitüsünden hediye edilen ana kazan (sol). Kazanın kasnağa yerleştirilmiş hali (sağ).



Şekil 9 Sistemin UYV ile ilgili tüm parçalarının takıldıktan sonra vakuma alındığı ilk hali.

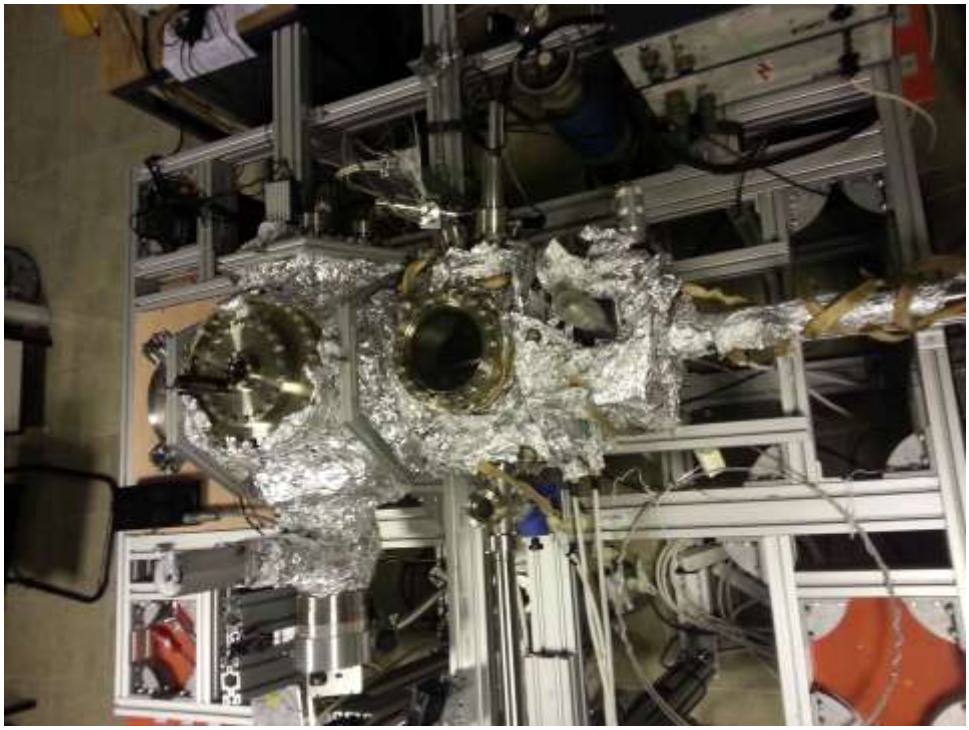
Proje öncesinde vakum sistemi kurulmuş ve UYV koşulları elde edilmiştir. Ancak proje kapsamında sistem UYV-TTM sistemi bütünleşmiş edilmiş, ayrıca UYV koşullarında örnek hazırlamayı sağlayacak UYV altında kristali doğru akımla ısıtma düzeneği kurulmuş, sisteme birden fazla örneğin yüklenerek sistemin UYV'den çıkartılmadan en az 3 örnek ile çalışabilecek hale gelmesini sağlayan örnek taşıyıcı mekanizma yapılmış ve eklenmiştir. Ayrıca sisteme gene bağış ile aldığımız bir XPS sistemi de bütünleşmiş edilmişti (Bkz. Şekil 10). Ancak sistem pompalarımız bu ilaveleri karşılayamamış, başlangıçta basınç 10^{-10} mbar mertebelerine gelmiş iken örnek hazırlama süreçlerinden sonra basıncın geri aynı mertebelere inmesi bir haftadan

uzun sürmüştür. Aynı gün içerisinde basıncın $2x10^{-9}$ mbar mertebesinden daha aşağıya indirilememesi sebebi ile bu ek düzenek sistemden sökülmüştür.

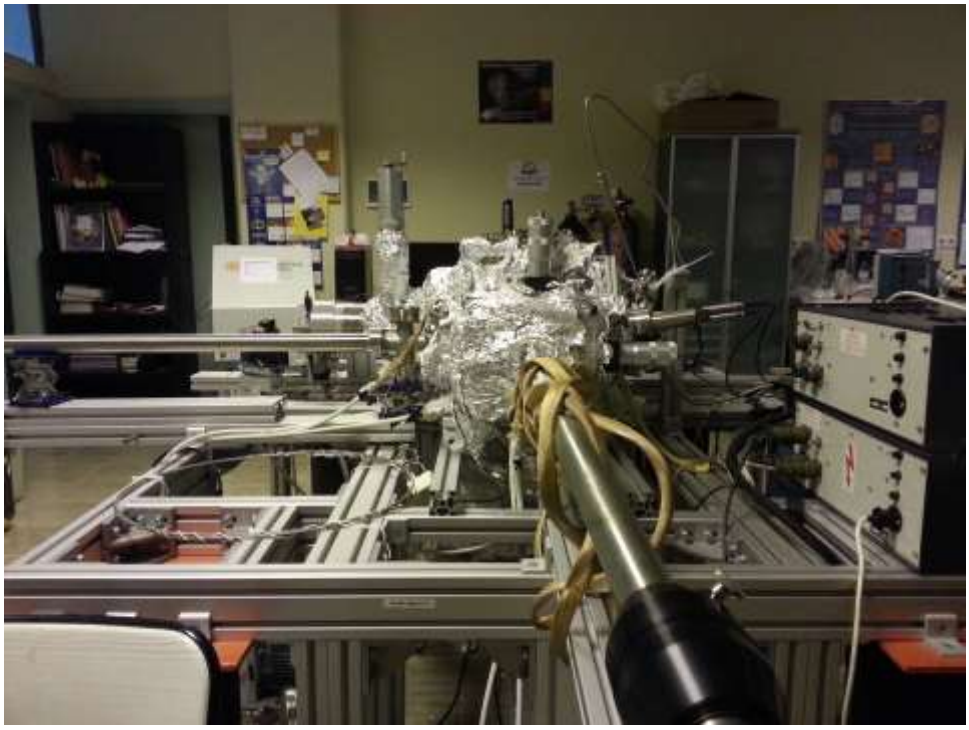


Şekil 10 Sistemin Ağustos 2012 itibarıyla olan durumu. Kazanın sol ön tarafında TTM sistemi üst kısmında XPS silindirik analizörü görülmektedir. Üstteki silindirik analizör ve X-ışını kaynağı daha sonra sökülmüştür.

Sistemin proje sırasında kullanılan hali aşağıdaki resimlerde verilmiştir.

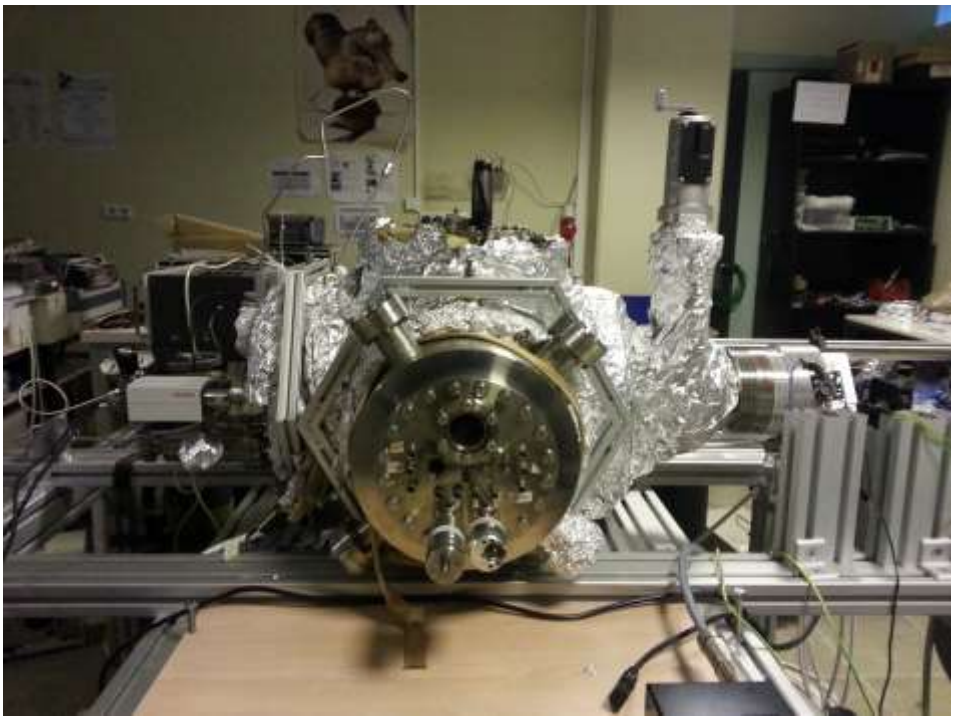


Şekil 11 Sistemin üstten görünüşü. Şekil-11'de önden gösterilen TTM sol tarafta kalmaktadır. Sağ tarafa doğru uzanan çubuk bahsi geçen ana eksen manyetik çubuğudur.



Şekil 12 Sistemin arkadan görünüşü. Ana eksen manyetik çubuk tarafından çekilmiştir. Sistemin ana ekseni üzerinde uzunlamasına bir manyetik transfer çubuğu bulunmaktadır. Bu çubuk TTM ile aynı eksendedir. Ve bir sonraki resimde görüleceği üzere çubuğun ucunda bir

örnek tutma çatalı bulunmaktadır. Bu ana eksen manyetik çubuğa dik olarak sol tarafa doğru gözüken manyetik transfer çubuğu da yedek örnek taşıyıcı tarafıdır.



Şekil 13 Sitemin önden görünüşü. En önde CF 160 flanş üzerinde UYV-TTM bulunmaktadır.

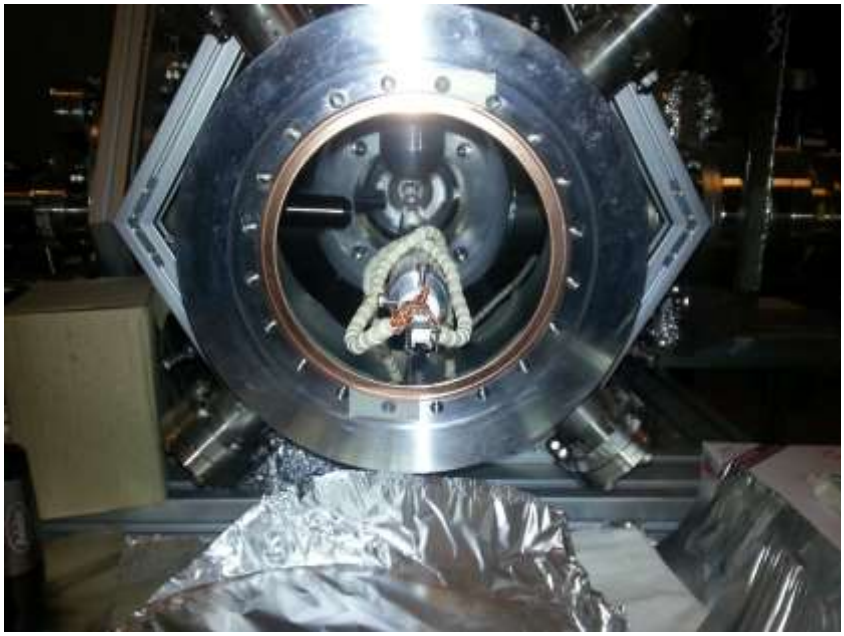
UYV sistemi proje başlamadan önceki hali ile içerisine yalnızca bir örnek yüklendikten sonra kapatılıp, ön pompa ile pompalanması ve turbo moleküler pompa ile pompalanması; pişirilmesi sonrasında da iyon pompası çalıştırıldığında ve UYV koşulları sağlandığında (pompala-pişir-UYV'ye git süreci) bir örnek ile çalışılmaya uygun halde idi. Ancak bu durumda örnek konusunda bir yanlışlık yapıldığında bütün sistemin açılması ve her şeye yeniden başlanması gerekiyordu. UYV koşullarına inilmesi yaklaşıl 10 gün gerektirmektedir. Bu sebeple sisteme ilk önce bir yükleme bölgesi tasarlandı (load lock). Bu gibi projelerde turbo moleküler pompa satın alınması alt yapı sayıldığından aynı kazan içerisine beş örnek yükleyebilecek bir mekanizma tasarlandı ve gene sistem tek pompa ve tek kompartıman ile çalışacak biçime getirildi. Ancak bu durum ile en azından sistem içerisinde birden fazla örnek barındırılarak tek bir pompala-pişir-UYV'ye git süreci takibinde sistem tekrar atmosfere açılmadan en azından birden fazla örnek ile çalışılması mümkün hale gelindi.

Sistemde TTM ile aynı eksende bulunan bir manyetik çubuk bulunmaktadır. (bakınız şekil-11 ve 12). Bu çubuk üzerindeki çatal örneği taşımaktadır (şekil-14). Bu eksene dik olarak hazırlama kazanı tarafına bir manyetik lineer çubuk daha yerleştirildi (şekil-12) ve bunun

ucuna fotoğrafta verilen parça yapıldı (şekil 20). Bu parça 316 çelik parçaların birbirine gaz altı kaynak ile bağlanmasından sonra üzerine Mo folyo parçalarının punto kaynakla bağlaması ile elde edilmiştir. Molibden, taşıyıcı bu parça üzerine konacak örneklerin çelik ile temasını engellememek, Ge ve Si gibi yarı iletken örneklerin metal kirliliğine maruz kalmasını önlemek amaçlıdır.



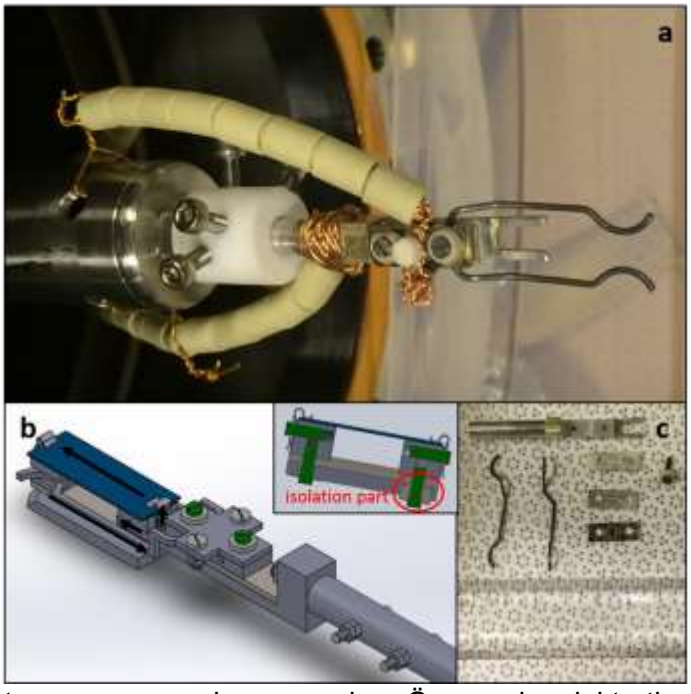
Şekil 14 TTM söküldüğünde ana eksen transfer manyetik çubuğu kazan dışına çıkarıldığında uçtaki örnek taşıyıcı çatal ve bağlantı kablosu



Şekil 15 Örnek taşıyıcı çatalın önden görünümü.



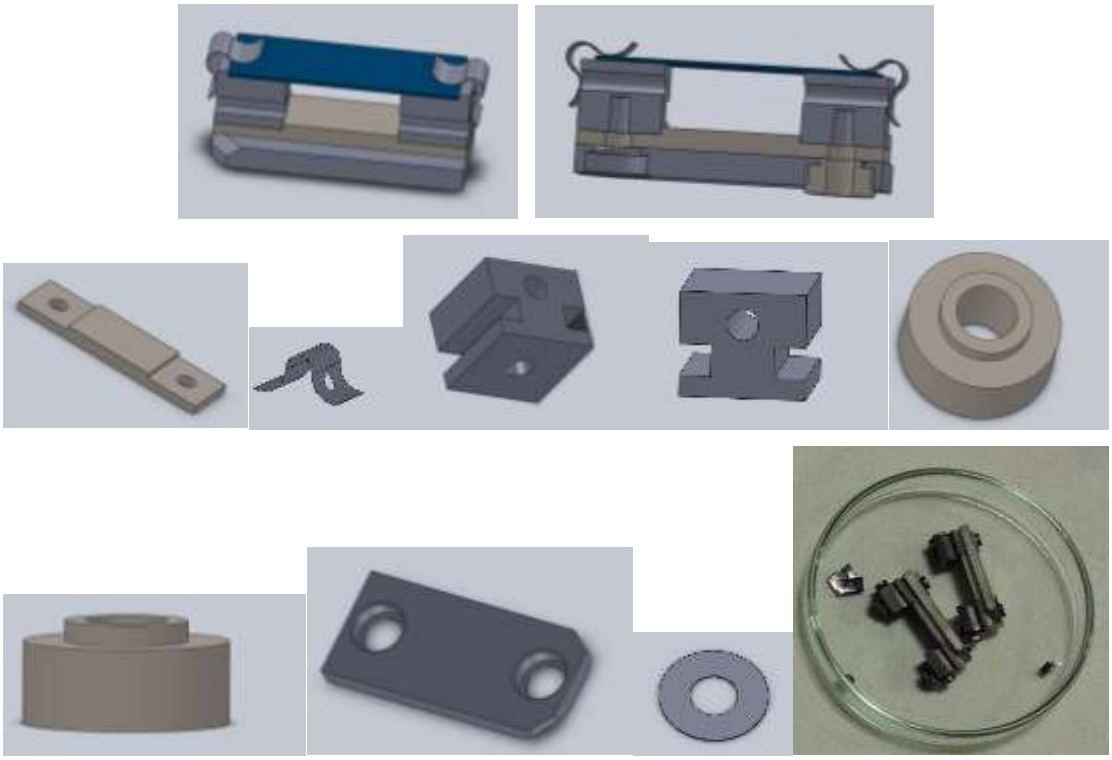
Şekil 16 Örnek taşıyıcı çatal. Örnek tutucunun iki ucun arasından akım geçirebilecek şekilde tasarlanmıştır. Bakır tel yığınları alümina taneciklerle kaplanarak UYV uyumlu izoleli kablo yapılmıştır.



Şekil 17 (a) Çatalın tasarımı ve yapılmış parçaları. Ön ve arka elektrotlara bağlı bakır tel yığını görülmektedir. (örnek ısıtmada doğru akım kullanmak amacı ile)

UYV-TTM ile üzerinde çalışmak istediğimiz yarı iletken örneklerin (bu durumda özellikle Ge(001)) hazırlanabilmesi için Mo ya da Ta'dan yapılmış olan örnek tutucular gerekmekteydi. Bu örnek tutuculardan tam bir set elimizde bulunmaktaydı. Ancak diğer iki örnek tutucumuzun

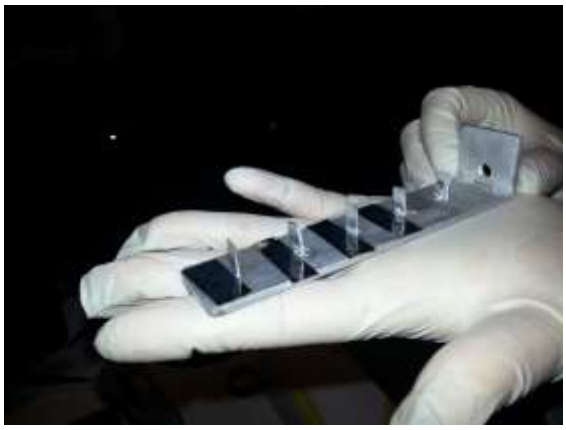
özellikle Mo ya da Ta'dan yapılmış kıskaçları ve m1.6 Ta vidaları eksik durumdaydı. Öncelikle elimizdeki tutucuyu kullanmayı denediğimizde bunun da 2 adet Ta vidasının çatlak olduğu fark edildi. Bu sebeple öncelikle yerli imkânlar ile m1.6 Ta vida yapılıp yapılamayacağı araştırıldı. Elimizde 3 mm çapında ve 10 cm uzunluğunda Ta çubuklar bulunmasına karşın Ta'ın işlemesi oldukça sorunlu bir metal olduğunu kendi denemelerimiz ile öğrendik. Ancak vida yapmayı başarsak da bunun çok uzun ve proje konusunda bir getiri sağlamayacak bir bilgi olduğuna karar verdik ve Almanya'da bir atölyeye bu vidaları ısmarladık. Yaklaşık dört ay sonra 20 adet m1.6-5mm Ta vidamız geldi. (Her birinin maliyeti 65 Euro olarak). Eksik olan örnek tutucu kıskaçlarını da kendimiz Ta folyolardan imal ettik ve diğer bazı parçaları da muhtelif yerlerde yaparak ve yaptırarak 3 adet tam set örnek tutucumuz oldu. Projenin geleceğinde daha çok örnek hazırlanacağından ve elimizde yedek bulunmadığından tüm örnek tutucu parçaları Solidworks'de çizilerek bütün parçaları için teklif alındı ve iki set daha yaptırıldı (Şekil-18) (Şekillerde gösterilen her bir tam set örnek tutucunun maliyeti (tasarımı tamamen bize ait olmasına karşın) 950 Euro civarındaydı.)

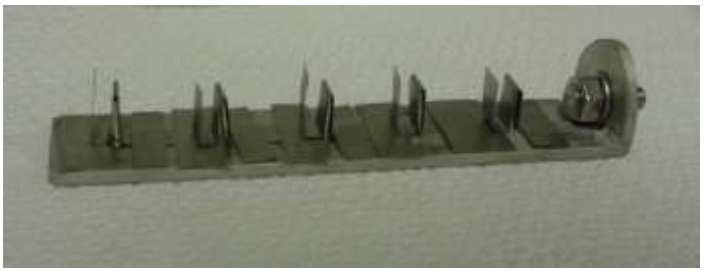


Şekil 18 Örnek tutucu tasarımı. Tüm parçaları Solidworks ile çizilmiştir ve Mo Ta ve alüminadan yaptırılmıştır. (örnek mavi ile temsil olarak örnek gösterilmiştir.)



Şekil 19 Kazan ana eksen manyetik çubuk sola doğru uzanmaktadır. Çoklu örnek taşıyıcı manyetik çubuk geriye doğru gözükmektedir.





Şekil 20 Çoklu örnek taşıyıcı. Molibden kıskaçlar punto kaynak ile tutturulmuştur.



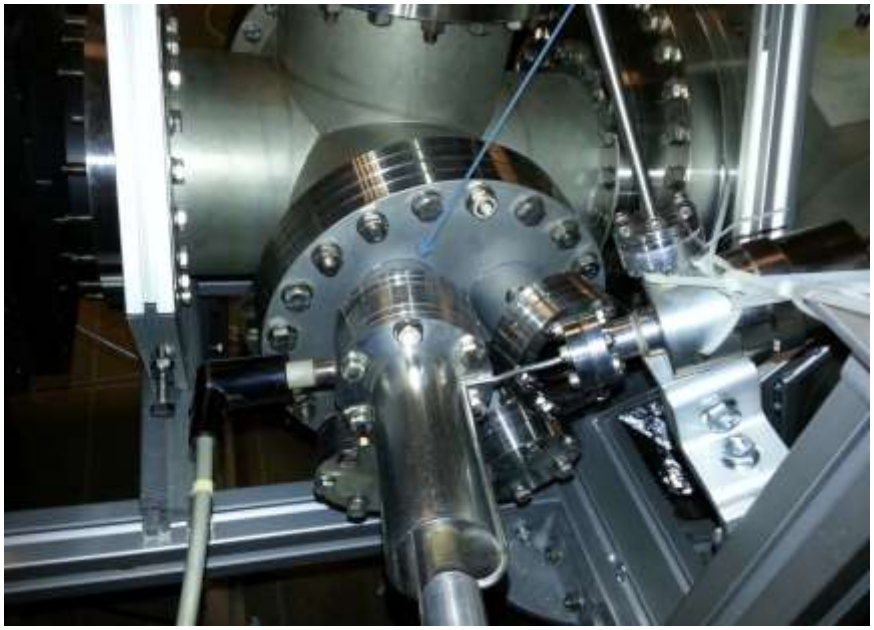
Şekil 21 Kazan içerisinde ana manyetik çubuk ile örnek taşıyıcıdan örnek alınması sırasında çekilen bir fotoğraf. Ortada örnek çatal ucunda gözükmektedir.

Sistemin içerisine yüklenen örnek UYV koşulları altında öncelikle yavaş yavaş ısıtılarak temizleneceğinden ve ısıtma işlemi örneğe uygulanacak doğru akım ile yapılacağından, sistemin ana ekseni üzerindeki taşıyıcı manyetik çubuğun ucundaki çatal sisteminin, sistem dışarısına elektriksel bağlantısının yapılması gerekiyordu. Bu amaçla temin ettiğimiz bir besleme bağlantısı (feedthrough) kullanıldı. Burada ortaya çıkan problem ise örnek üzerinde geçmesi gereken ve bazı durumlarda 15 A'den fazla olacak olan akımı taşıyacak kabloların UYV uyumlu olarak UYV sistemine yerleştirilmesi, bu kabloların izolasyonunun uygun şekilde yapılması ve sistem içerisinde herhangi bir kirliliğe ya da hareket halinde iken herhangi bir kısa devreye sebebiyet vermeyeceği şekilde yapılması idi. UYV uyumlu ve yüksek akım taşıyan kablolar ancak belirli kalınlıklarda olabildiklerinden ve ülkemizde bulunmadıklarından dışarıdan temin edilmesi ya da başka bir çözüm üretilmesi gerekmekte idi. Bu sebeple alüminyum oksit yüzük döken firmalar ile görüşülerek bir tip yüzüklerin UYV'de degas etmediği çeşitli denemeler ile bulundu. Ayrıca bakır örgü tel de saf bakır tel imalatçılarından bulunarak temin edildi. Şekil-14-15-16-17'de gösterildiği hali ile bakır tel dikkatlice temizlenen alüminyum oksit yüzüklere ile çevreledi ve UYV uyumlu yüksek akım taşıyan kablomuz hazırlandı. Böylece sisteme, UYV de, örnekleri ısıtma (DA ile) sistemi ve 5 e kadar örnek taşıyabilecek bir mekanizma ilave edilmiştir (Şekil-21).

Sistemimiz bu hali ile ana taşıyıcı çatal üzerine bir yarı iletken örnek yerleştirilerek UYV koşullarına inildiği takdirde, yarı iletkenden doğru akım geçirilerek ısıtılmasına olanak sağlayacak hale geldi. Ancak bu şekilde yalnızca Si yüzeyleri hazırlanabilecekti zira Ge(001) yüzeyinin hazırlanması için ön ısıtma ve degas (örnek ısıtıldığı taktide örnekteki kirliliklerin yavaş yavaş buharlaştırılarak örnekten uzaklaştırılması), sputter (Ar iyon ile sıçratma temizleme) ve flaş anneal (yüzey erime sıcaklığında örneğin bir kaç saniyede hızlıca çıkartılarak burada bir kaç saniye bekletilmesi) prosedürü gerekmektedir.

Sisteme Twente Üniversitesinden bağış olarak aldığımız VG AG-2 sputter gun takılarak Ge yüzeyinin temizlenmesi için denemeler yapıldı. (Ancak bu parçanın takılması için proje kapsamında temin edilen dörtlü CF40-CF160 flanşta bir kaçak bulundu.) Sisteme bu parçada bağlandıktan sonra tekrar pompalandı ve kaçak testleri yapıldı. Tüm dört haftalık prosedürü takiben basınç 1.4×10^{-9} mbar altına indirilemedi ve yeni takılan parçalarda kaçak aranmaya başlandı. Yeni parçaların her mm^{2}'sine alkol sıkılarak basıncın düşüp düşmediği gözlendi ve sonuçta yeni temin ettiğimiz 4x CF-40 flanşlı CF-160 flanşın Ar sputter kaynağı bağlı olan tüpünde kaçak olduğu bulundu. Bu kaçağın olduğu yere metanol damlatıldığında basınç hızlı bir biçimde 5×10^{-10} mertebesinde inmekte idi. Sistem alkol sıkılmak sureti ile bu basınç düzeyinde tutulabilmekte ancak bu yalnızca üç saat geçerli olmakta ve üç saat sonrasında alkolleme işleminin tekrarlanması gerekmekteydi. Kazan üzerinde bu hassasiyette kaynak yapma ihtimalimiz olmadığından ve bu parçanın temini en az üç ay süreceğinden alternatif yamama yöntemleri incelendi ve UYV uyumlu iki bileşenli epoxylerden olan Epotek-H20 (iletken epoxy) kazanın kaçak olan tüp çevresine yamandı ve ısı silahı ile 30 dk. kadar 140 derecece cure edildi. Sonuç olarak sistem 2 gün içerisinde 5×10^{-10} mbar mertebesine ulaştı. (daha sonra sistem açılıp kapanınca ve tüm UYV'ye gidiş prosedürü izlendiğinde bu yama yönteminin halen çalıştığı kontrol edilmiş oldu.)

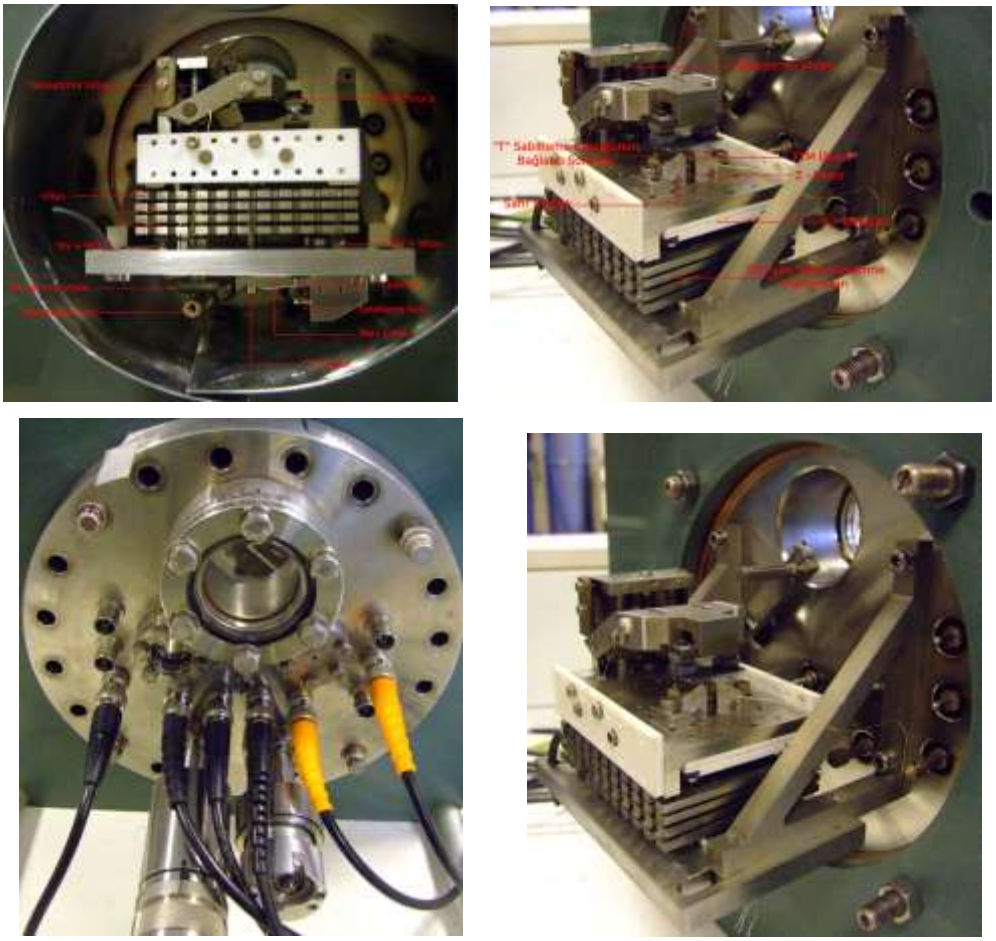
Ancak projenin 18. Ayında bu sputter gun'ın da yüksek voltaj kaynağı patladı (gerçek anlamada patlama sesi ile 10 kV da çalışırken şimşek çakarak patladı). Başka bir proje kapsamında temin ettiğimiz Specs IQE sputter gun sistemi bu parçanın yerine takıldı. Yeni sputter gun ın kalibrasyonu aşağıdaki kısımda anlatılacaktır.



Şekil 22 4 x CF 40 portu olan CF160 flanş hazırlama kazanına bağlı halde. Sol üst porta VG-AG2 sputter kaynağı bağlı halde. Ar leak valf sağ üste doğru görülmekte. Kaçağın bulunduğu nokta okla gösterilmiştir. Sol tarafta ana eksen manyetik çubuk sağ tarafta da TTM kazanı kalmaktadır.

3.2 Ultra Yüksek Vakum Taramalı Tünelleme Mikroskopisi:

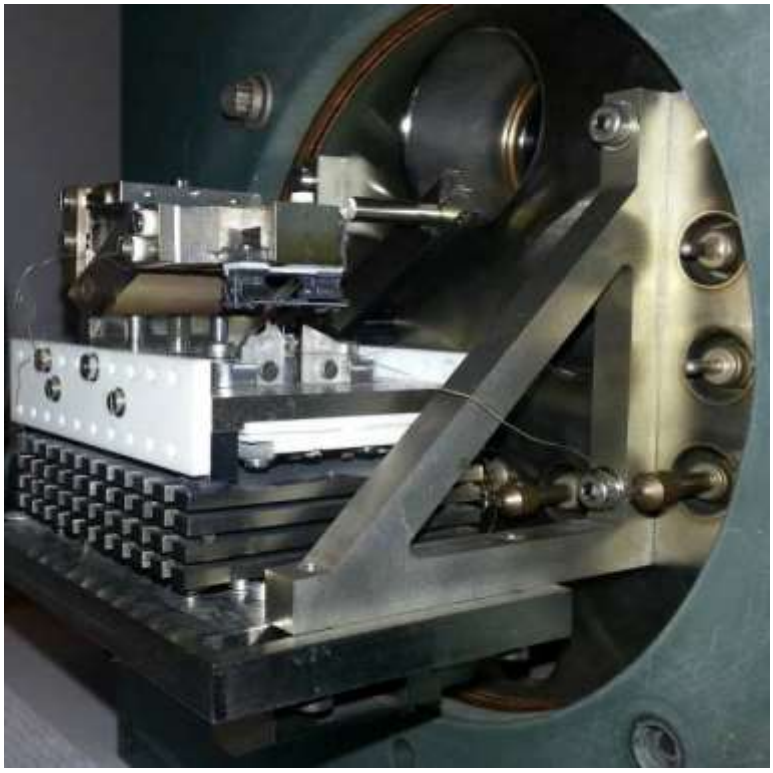
Ultra yüksek vakum sisteminin üzerine ev yapımı bir Taramalı Tünelleme Mikroskobu (TTM) yerleştirilmiştir ve kristal yüzeyleri bu proje kapsamında bu TTM ile incelendi. Bu TTM bize Twente Üniversitesince hediye edilmiştir (Şekil-23). Bazı problemleri olan bu TTM sistemi üzerinde proje öncesinde yaptığımız çalışmalar sonucunda sistem çalışır hale getirilmiştir ancak piezoya 200 V üstünde voltajlar uygulandığında bazı sorunlar ile karşılaşılmakta idi. Ödünç olarak bulduğumuz bir TTM kontrol elektroniği ile sistem HOPG (Highly oriented pyrolitic graphite) yüzeyinde oda koşullarında test edilmiştir ve atomik çözünürlük alınmıştır (Bkz şekil 27).



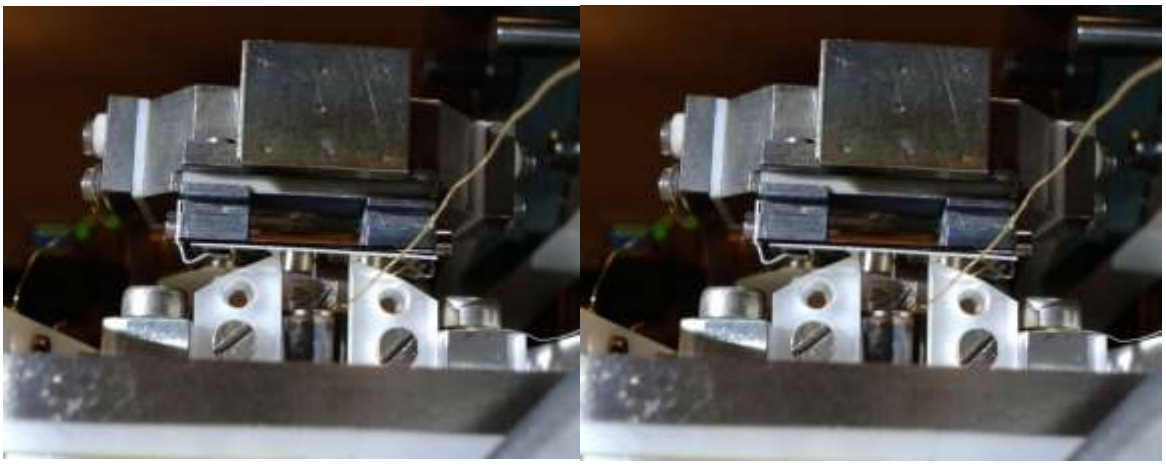
Şekil 23 Kullanılan UYV-TTM sisteminin 4 farklı yönden çekilmiş resimleri. Bu sistem tünellemeye elle yaklaşmanın sağlandığı bir sistemdir. Ayrıca tarama esnasında örneğin ısıtılmasına olanak sağlayacak alt yapısı vardır. İğne kaidedeki piezoya bağlıdır ve örnek iğnenin yanlarındaki safir destekler üzerinde durmaktadır.

Bu sistemde tünellemeye mekanik olarak elle döndürülen bir rotasyonel feedthrough ile ulaştırılmaktadır. Herhangi bir elektronik yaklaşma mekanizması bulunmamaktadır. Resimde görüldüğü şekli ile örnek iki safir destek üzerine inmekte daha sonda yaklaşma vidası döndürülerek örnek iğneye yaklaştırılmaktadır (Şekil 24 ve 25). Döndürme hassasiyetimiz 100 um / tam-tur olarak belirlenmiştir.

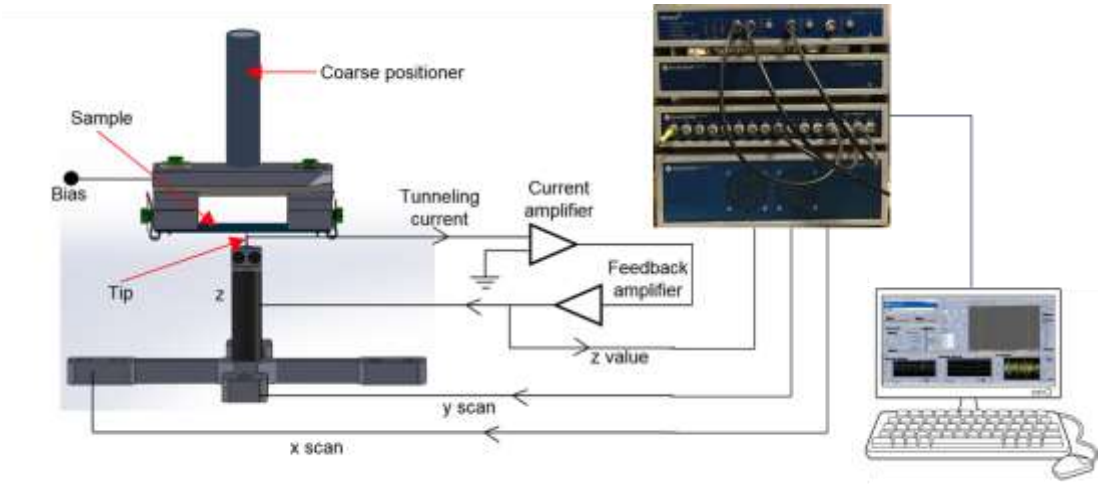
Bütün UYV sistemi optik masa izolasyon bacakları üzerine yerleştirilmiştir ve masa tünelleme işlemine başlamadan yüzdürülmek durumundadır.



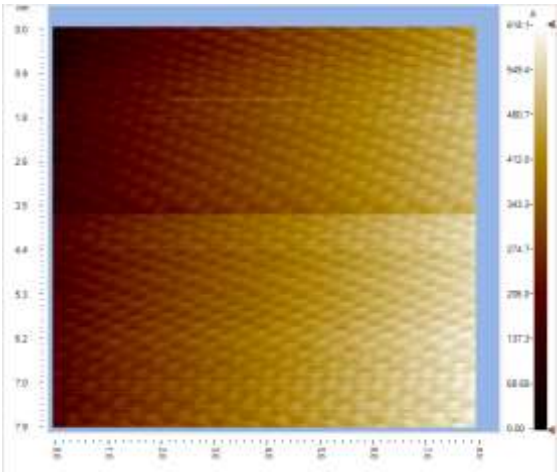
Şekil 24 TTM üzerine örnek yüklenmiş halde.



Şekil 25 Örnek safir destekler üzerine indiği hal. İğne iki destek arasından görülüyor. Önden çıkan tünelleme akımını taşıyan tel.

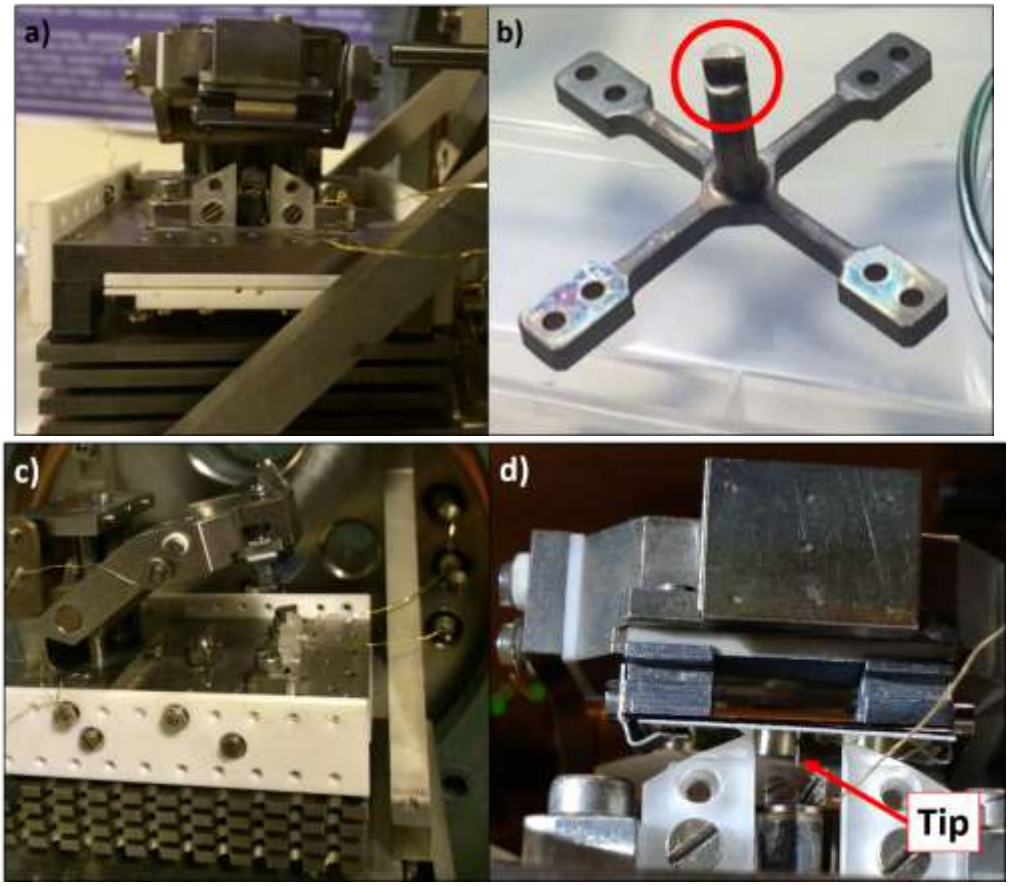


Şekil 26 TTM sistem şematiği

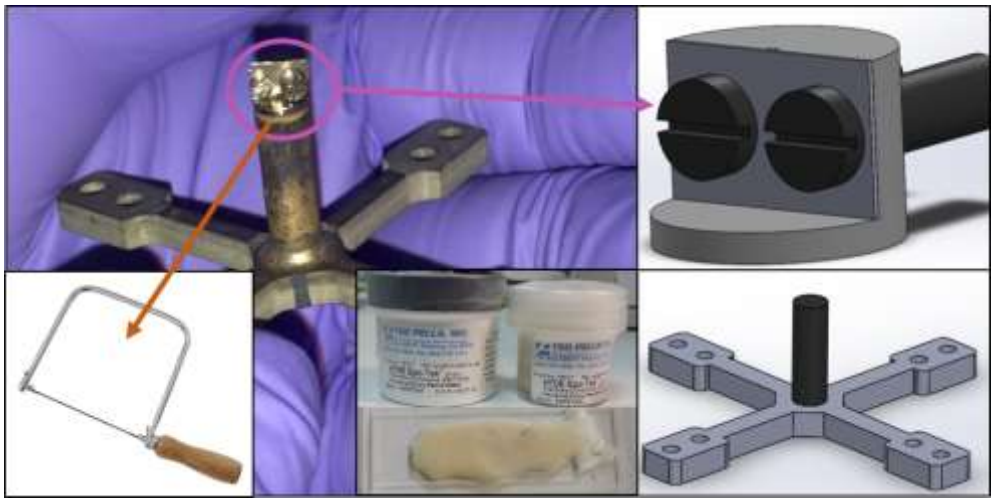


Şekil 27 Yukarıda gösterilen TTM ile havada alınmış olan HOPG yüzey görüntüsü. (I=0.2nA, V=50mV, Tarama alanı: 8nmx8nm, 512noktax512satır)

Projenin ilerleyen safhalarında yukarıda belirtilen voltaj problemi ciddi boyutlara ulaşmıştır ve sonuç olarak tarama piezosu kesilerek baştan yapıştırılmak durumunda kalınmıştır:



Şekil 28 TTM'nin içindeki tarayıcı piezo (b)'de görülmektedir. Bu tarayıcının z tüpünde ile tünelleme akımı arasında bir kaçak tespit edildi ve iğne tutan kısım kesilerek yalıtkan ile tekrar yapıştırıldı.



Şekil 29 Kesilen iğne tutan kısım ve yapıştırılması.

Yukarıda görülen kısım testere ile kesilerek tekrar tarayıcı tamir edilmiştir.

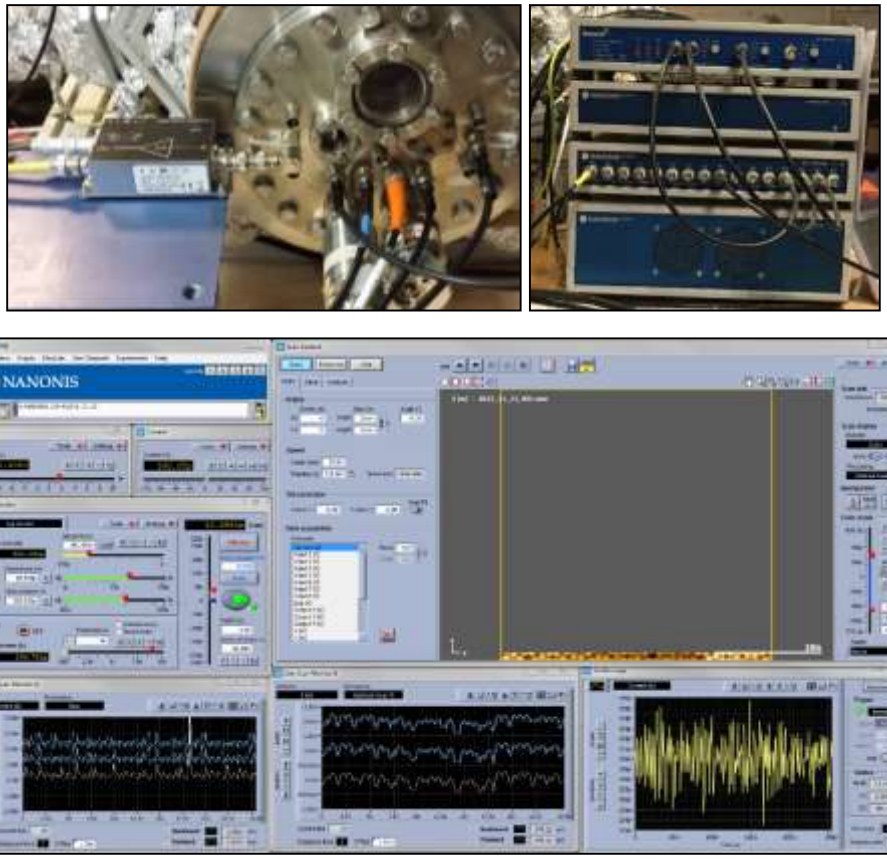
Projenin ilk yılında temin edilen kontrol elektroniği ile ölçümler alınmıştır.

3.3 UYV-TTM sistemi, kontrol elektroniği temini ve testi:

Proje öncesinde UYV TTM sistemimiz atmosfer koşullarında, titreşim izolasyonu olmadan, başka bir sisteme ait olan kontrol elektroniği ile test edilmiş ve HOPG üzerinde veri alınabilmişti. Ancak bu projede oldukça yüksek hassasiyetli, yazılımı doğru çalışan ve üzerine tarafımızdan ilave yazılım geliştirilebilecek bir kontrol elektroniği ve yazılım sistemi gerekmekte idi. Bu sebeple muhtelif firmalar ile görüşüldü. Hali hazırda dünyanın en önde gelen taramalı uç mikroskopisi araştırma grupları Specs firması şemsiyesi altına bulunan Nanonis SPM kontrol elektroniğini kullanmaktadır (http://www.specs-zurich.com/en/SPM-Control-System.html). Ancak bu kontrol elektroniğinin temel sisteminin liste fiyatı 67000 euro'dur. Specs firması ile uzun görüşmeler yapıldıktan Kontrol elektroniği bağlantı kısımlarını kendimiz yapmak kaydı ile ellerinde bulunan bir modeli bize 65000 TL'ye verebileceklerini açıkladırlar. Bütün taşıma masrafları tarafımdan karşılanarak bu sistem ülkemize ve laboratuvarımıza kazandırılmıştır.

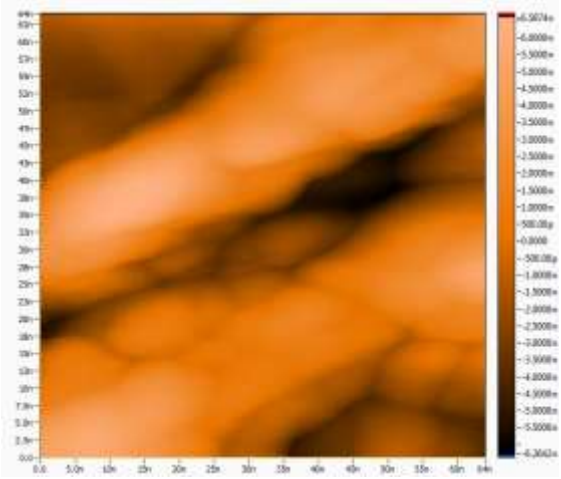
Nanonis sistem Almanya'dan doğrudan teslim alındıktan sonra laboratuvarımızda öncelikle kendi TTM sistemimize uygun bağlantı BNC kabloları yapıldı. Ayrıca Femto marka bir akım voltaj dönüştürücü kullanıldı.





Şekil 30 Nanonis kontrol elektroniği, sisteme bağlı ve çalışır halde.

Mika üzerine kaplamış Au örneğine hava ortamında tünelleme denemeleri mekanik olarak kopartılarak hazırlanmış 0.25 mm PtIr telden yapılan bir iğne ile başarıldı.



Şekil 31 Atmosfer koşullarında Au yüzeyinin TTM görüntüsü. Örnek mika üzerine termal olarak buharlaştırılmış 150nm amorf Au. (64x x 64 nm, 1024 pixel x 1024 pixel, 200 pA, örnek 100 mV, toplam tarama süresi 5 dk)

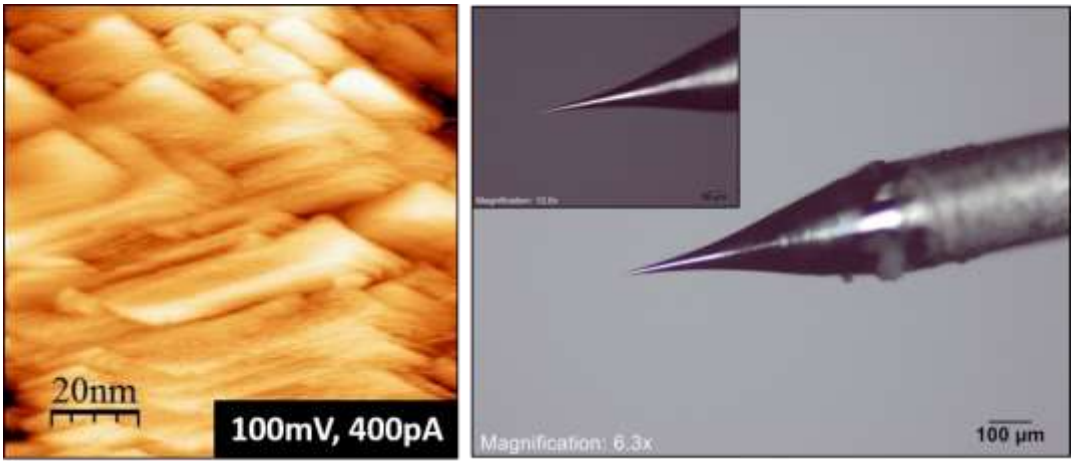
3.4 İğne hazırlama:

UYV de kullanılmak üzere W iğneler hazırlanmıştır. İğneler 0.25 mm W tellerin elektrokimyasal olarak aşındırılarak kopartılmasıyla elde edilmiştir.



Şekil 32 Elektrokimyasal aşındırma şematiği.- ve düzenek

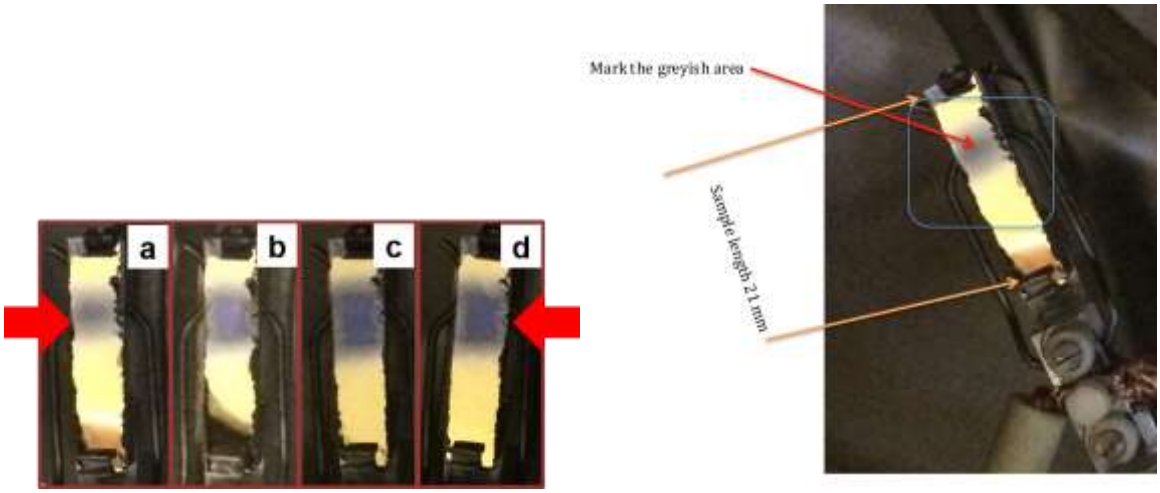
UYV-TTM sistem ile polikristal Au filmi üzerinde deneme yapıldıktan sonra sistem UYV'ye alınmıştır:



Şekil 33 Au/SiO_2 (150 nm Au on SiO_2, termal buharlaştırma ile kaplanmıştır) (a) TTM topografyası Au(111) fasetlerini göstermektedir, kullanılan iğnenin optik fotosu sunulmuştur.

Bu gibi iğneler kullanılarak Ge (001) yüzeyleri üzerinde UYV de çalışıldı.

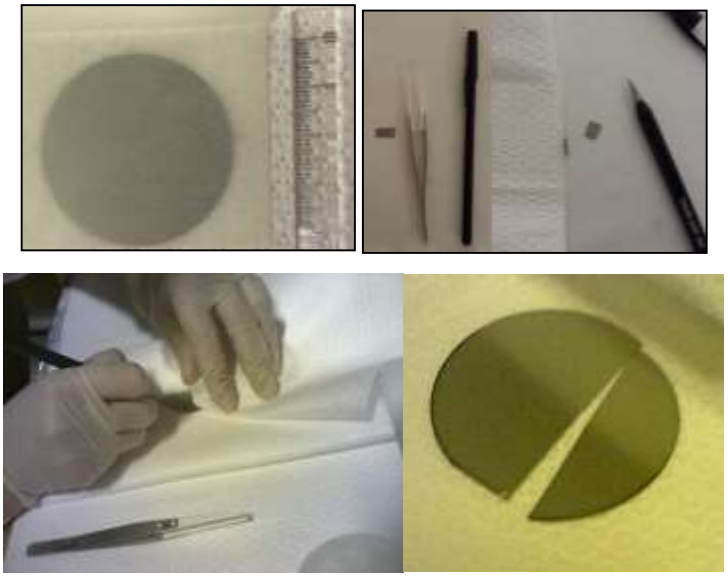
Sistemde kullandığımız sputter gun değiştirildikten sonra örneğim istediğimiz bölgesinin Ar iyonları ile aşındırılıp aşındırılmadığını, örneğin hangi konumdayken vurulabildiğini belirlemek üzere Au kaplı mika örnekler sputter edildi. Bu sayede örnek-gun mesafesi, örnek x y z konumları belirlendi.



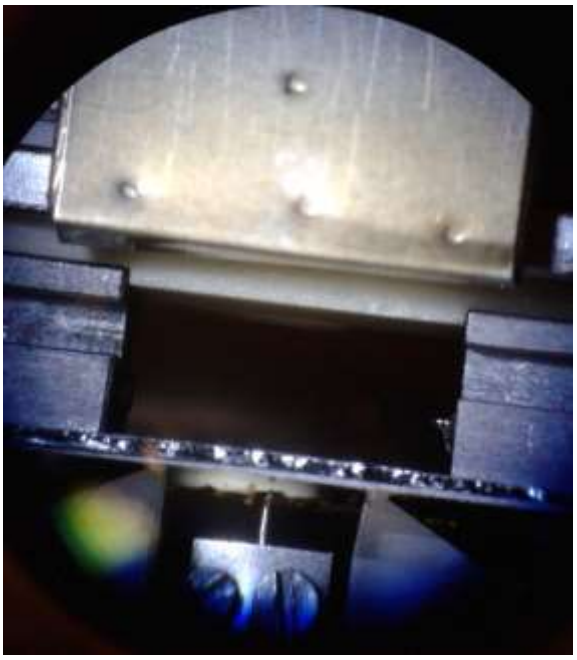
Şekil 34 Au/mika örneğin sputter edilmesi. Specs IQE 11 sputter gun ile 142 nm kalınlıktaki Au filmi 4 saat 2uA verim (yield) 1500V ile sputter edildi (mika ile Au film arasında 7nm Cr film kullanılmıştır.) örnek konumu z ekseninde kaydırılarak daha geniş alanın temizlenmesi sağlanmıştır.

3.6 Kristal hazırlama (Ge(001) kristal yüzeyinin hazırlanması):

İki farklı firmadan temin edilen Ge(001) waferlarından 22mm x 6 mm'lik parçalar kesilerek yukarıda gösterilen örnek tutuculara yüklendiler. Örnekler waferlardan elmas uçlu kalem ile kırılarak hazırlandı.



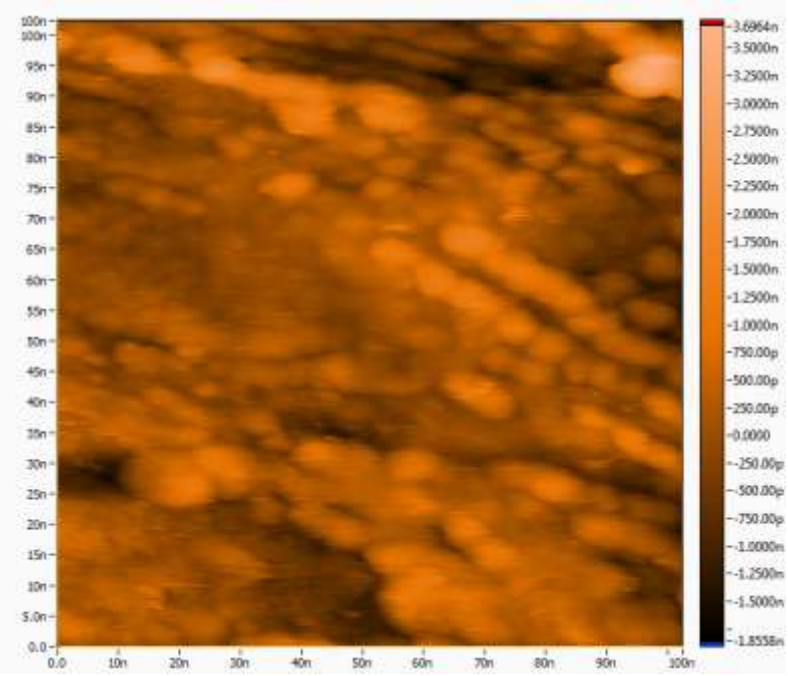
Şekil 35 Elmas kalem ile Ge(001) pulunun cleave edilmesi (çatlatılması).



Şekil 36 Ge(001) kristalinin örnek tutucuya yüklenerek TTM üzerinde iğne ile yaklaştırma denemesi.

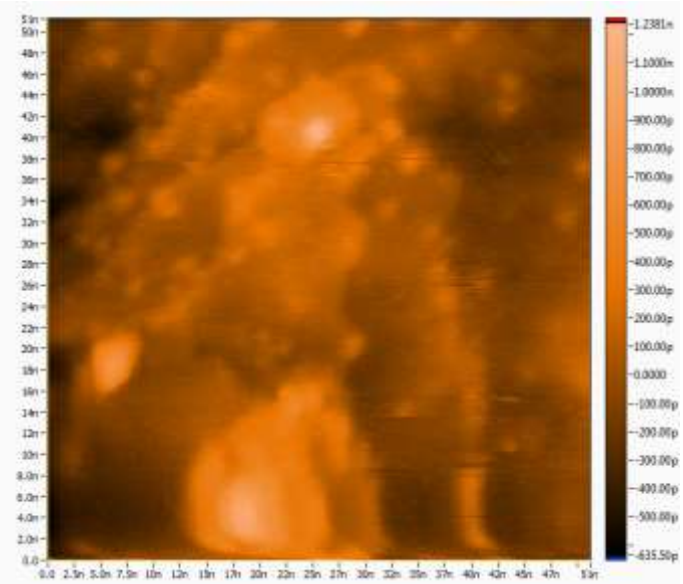
Sonuç olarak, UYV sistemi kuruldu, test edildi, STM problemleri çözüldü, kontrol elektroniği hazır hale getirildi, UYV'de Ge ısıtılabilecek sistem hazırlandı, 3 örnek tutucu yapıldı, Au ve HOPG testleri yapıldı, sputter gun kalibre edildi ve artık Ge hazırlama ve görüntüleme kısmına geçildi.

22 mm x 6 mm boyunda olan Ge(001) kristalleri örnek tutucuya yüklenerek UYV sistemine konmuş ve sistem kapatılarak pompalama pişirme ile UYV ye gidilmiştir, IG pompa vasıtası ile $5x10^{-10}$ mbar'dan daha düşük basınca gelene kadar çalıştırılmıştır. UYV koşulları sağlandıktan sonra Ge(001) kristaline doğru akım verilerek kristal yavaş yavaş ısıtılmaya başlanmıştır. Kristalin akım/sıcaklık kalibrasyonu daha önceden bildiğimiz değerlerin yaklaşık doğruluğu var sayılarak yapılmıştır. Örnek sıcaklığı 900 K'e çıkana dek ve basıncın $1x10^{-9}$ mbar'ı geçmeyeceği şekilde çok yavaş arttırılmıştır. Bu işlem 10 gün sürmüştür. Bu sayede hem örnek degas edilmiş hem de örnek civarı degas edilmiştir. 900 K için yaklaşık 5 A akım verilmesi gerekmektedir. Bu sıcaklıkta örneğin hafif kırmızı parladığı görülmektedir. Degas işlemi tamamlandıktan sonra örnek sputter edilmiştir. Sputter takibinde örnek yeniden degas edilerek bu sefer 5 A de, yaklaşık 900 K sıcaklıkta iken örnek üzerinden geçen akım hızlıca 12 A'e yükseltilip tekrar 5 A'e indirilmiş ve bu flaş etme döngüsü 30 defadan fazla yapılmıştır. Örnek soğuduktan sonra sputter-degas-flaş döngüsü 3 kere tekrarlanmıştır. Üçüncü sputter-degas-flaş döngüsünü takiben örnek TTM'ye yerleştirilerek tünellenmiş ve aşağıdaki veri elde edilmiştir. Buradan görüleceği üzere yüzey pek de düzgün olmamıştır.



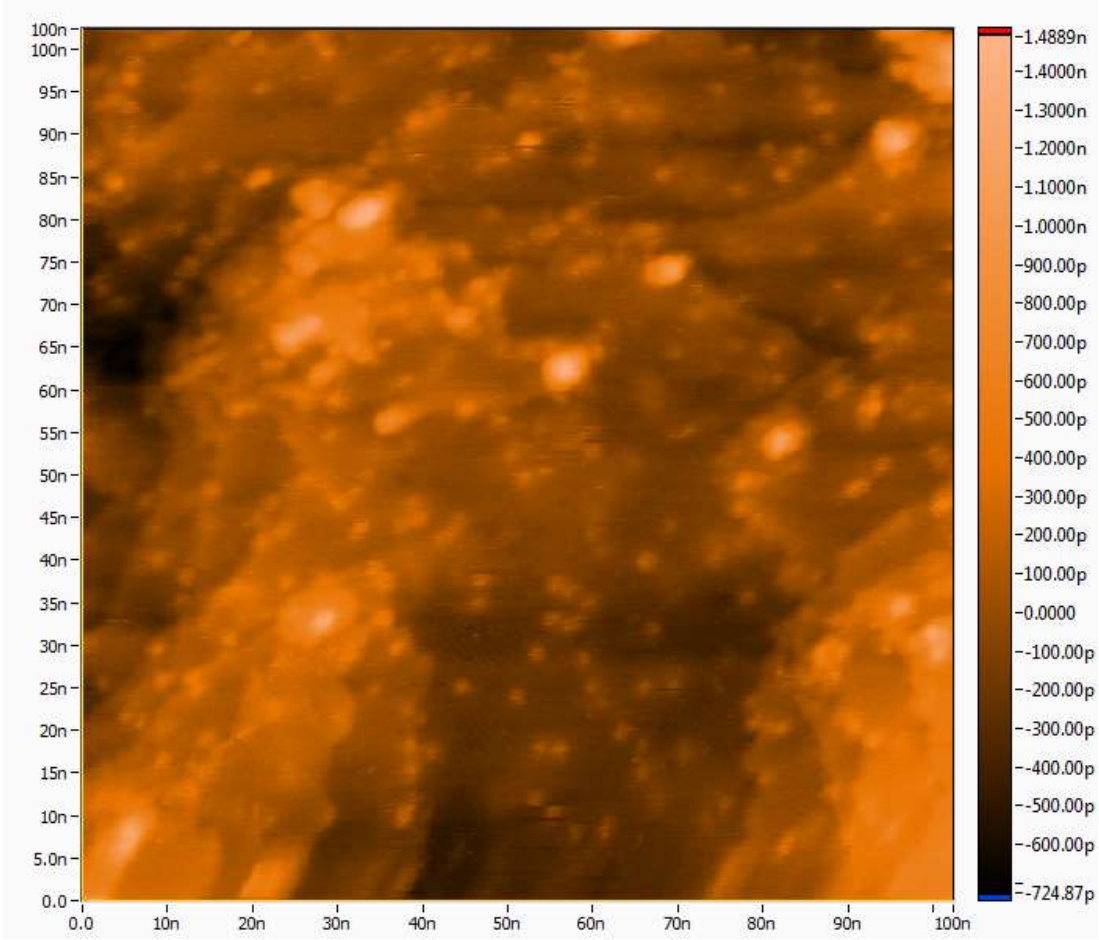
Şekil 37 Degas işleminden sonra UYV'de 3 sputter-degas-flaş işleminde sonra Ge(001) yüzeyi. Örnek yüzeyinin henüz kristalize olmadığı görülüyor.

Dördüncü sputter-degas-flaş döngüsü yapıldıktan sonra, örnek UYV'de 4. haftasındayken tekrar TTM'ye yerleştirilmiş ve aşağıdaki veri elde edilmiştir (Şekil-38).



Şekil 38 Ge(001) Yüzeyi (-1.45 V, 250 pA) teraslar ve kısmen dimer hatları görülmektedir.

Projenin on sekizinci ayında planlanan hedefi UYV-TTM sistemi ile Ge(001) yüzeyinin görüntülenmesi idi anca bu amaca projenin on ikinci ayında ulaşılmıştır. Projenin başarısı Şekil-38'de verilen 51 nm x 51 nm tarama alnında alınan ve Ge(001) yüzeyinin teraslarını ve teraslardaki dimer çizgilerini gösteren TTM görüntüsü ile özetlenmektedir. Yüzey henüz tam temiz değildir ve iğne yeterince iyi değildir ancak bu çok uzun ve yoğun çalışmaların ilk sonucudur ve veri işlenmemiş hali ile gösterilmektedir. (tünelleme akımı 250pA, örnek voltajı -1.45 V)



Şekil 39 Aynı kristal daha geniş bir tarama alanı, 4. temizleme döngüsü sonunda alınan TTM görüntüsü (300pA, -1.55 V). Resim eksenlerine 45 derecede duran çizgiler Ge(001) yüzeyinin dimer çizgileridir. Beyaz noktalar ise yüzeyde kalan, kristalize olamamış Ge kaynaklıdır.

3.7 Metal Buharlaştırma:

Ge yüzeylerinde Dimer gözlemlendikten sonra ev yapımı Pt evaporatörümüz hazırlandı. Bir UYV elektrik akım besleme bağlantısına (yeterince yüksek akımları taşıyabilecek ve tercihen kolay ısınmayacak kalınlıkta Cu çubuklardan oluşan) (electrical feed through), UYV tarafına, öncelikle yeterince kalın W teller bağlandı. Sonrasında bu tellerin iki ucu arasına 0.38mm çapında W telden bir yay yapıldı. Bu yayın üzerine yüksek saflıklı ve en fazla 0.25 mm kalınlığında küçük bir parça Pt tel sarıldı. Ayrıca bu yapının etrafına Ta'dan bir silindirik kabuk (shield) hazırlandı. Bu yapılan alet UYV sistemine bağlandı ve UYV koşullarına gidildi. UYV altında feedthrough'ya 5 A akım verildiğinde en uçtaki W telin kızardığı görüldü. Aslında yapılan oldukça basit bir W flamanlı ampul yapısıdır. Yaklaşık 11.2 A civarında W sıcaklığı

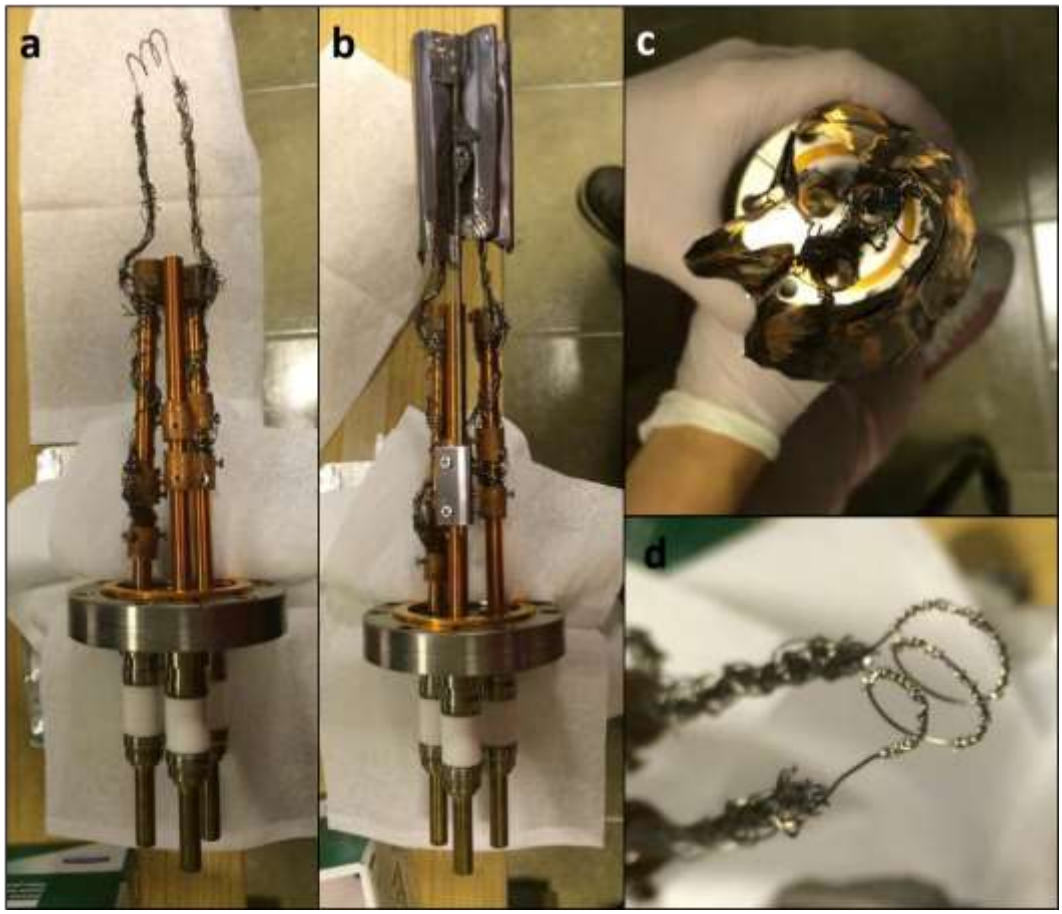
1800 C yi geçince ve Pt eridi ve süblimleşmeye başladı. Bu şekilde basit bir Pt moleküler demet kaplama buharlaştırıcısı yapılmış oldu (Şekil-40).



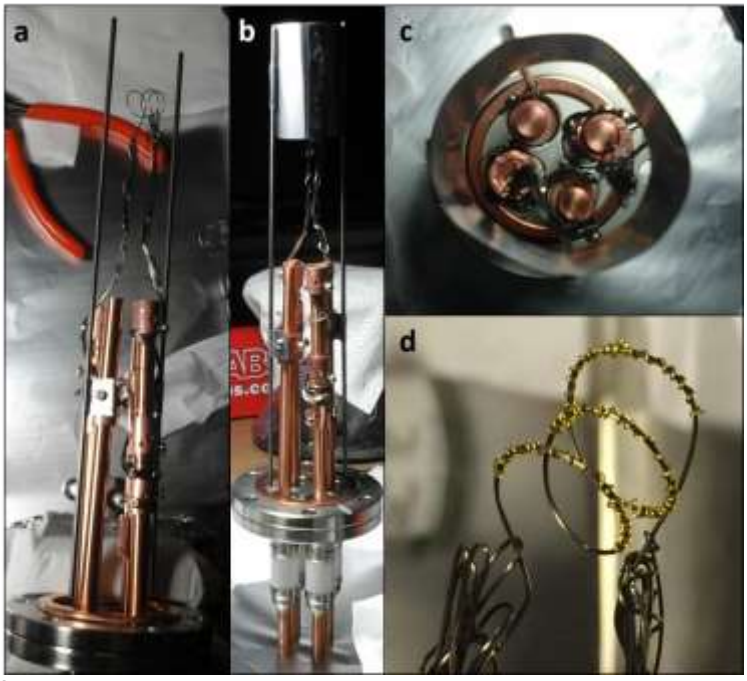


Şekil 40 Pt buharlaştırıcımızın çeşitli fotoğrafları. İlk fotoğrafta en sol uçta W yay gözükmektedir.

Benzer şekilde bir de Au buharlaştırıcı yapılmıştır.



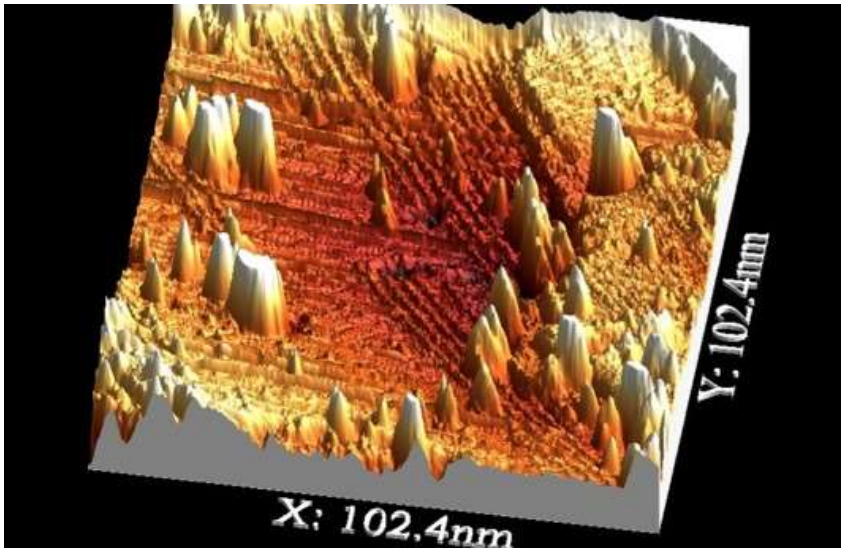
Şekil 41 Pt buharlaştırıcı



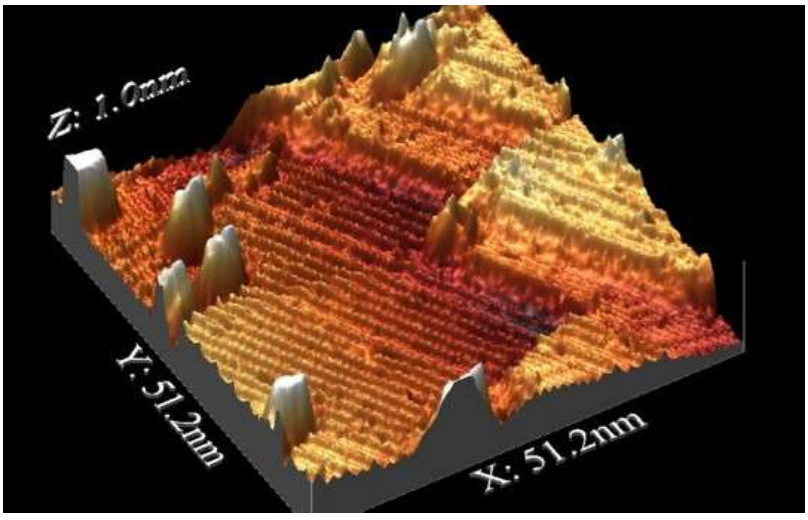
Şekil 42 Au buharlaştırıcı.

3.8 Ge(001) üzerinde Pt kaynaklı nano tellerin elde edilmesi:

Sistem kapatılıp yeni bir Ge(001) kristali hazırlanıp temiz olduğu TTM verisi ile onaylandıktan sonra üzerine Pt buharlaştırılarak örnek 1000 K ‘de 10 s flaş edilmiş ve soğutulduktan sonra TTM ile incelenmiştir. Pt kaynaklı nano tellerin oluştuğu gözlemlenmiştir.



Şekil 43 Ge(001) yüzeyine Pt kaplanması sonucunda oluşturulan beta terasları üzerindeki nano tel yapılarını gösteren ilk TTM verimiz. (It=0.5 nA, Vb=-1.8 V)



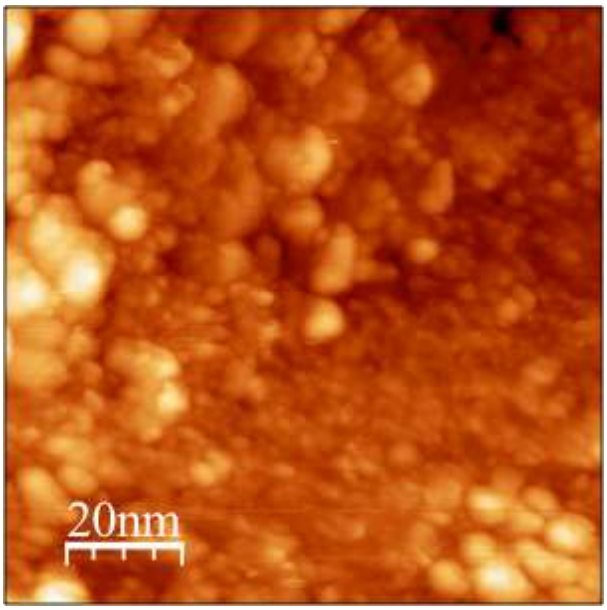
Şekil 44 Başka bir beta terası üzerinde oluşan nano teller (sol alt bölgede bulunan zincirimsi yapılar). Yüzey 1ML üstü miktarda Pt kaplandığından hemen hemen her bölgede beta teras oluşmuştur ve üzerlerinde nanotellere rastlanmaktadır. TTM verisine göze çarpan tepecikler amorf Ge’dan kaynaklanmaktadır.

4. Bulgular ve Tartışma

Ultra Yüksek Vakum Taramalı Tünelleme (UYV-TTM) sistemimiz Pt/Ge(001) sisteminin çalışılmasına uygun hale geldikten ve ilk örnek hazırlama denemeleri yapıldıktan sonra öncelikle Pt/Ge yüzey fazının yapısının çalışılmasına başlandı. Bu çalışma boyunca 16 farklı kristal hazırlanarak ölçümler alındı ve bu bölümde anlatılacak sonuçlar elde edildi.

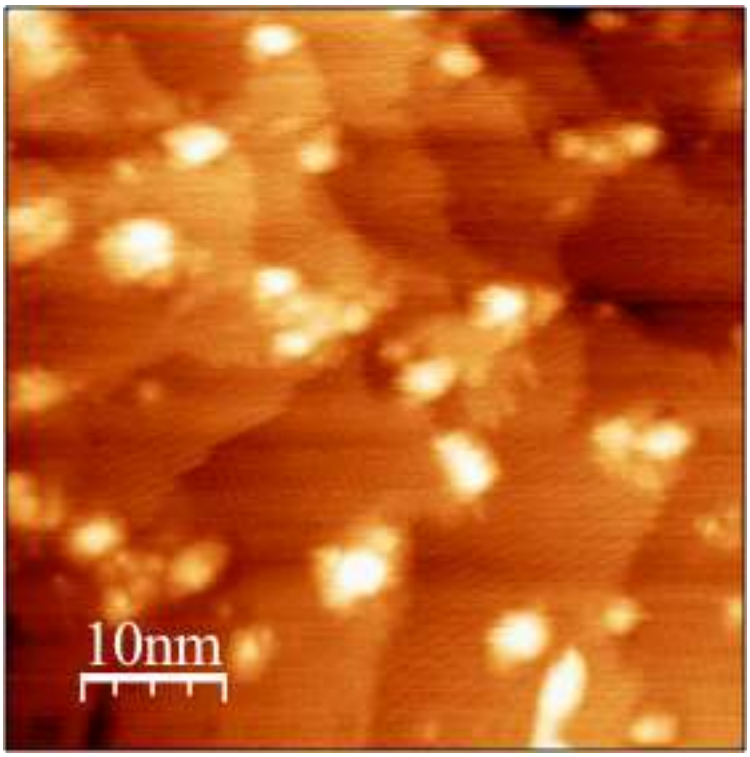
4.1 Ge(001)

Proje sırası iki farklı firmadan alınan Ge(001) waferlar kullanıldı. Birisi WaferWorld'den temin edilen tek tarafı parlatılmış 400 ohm-cm 375 um kalınlığındaki pullar idi. Diğeri ise CrsyTec firmasından alınan çift tarafı parlatılmış, 30 ohm-cm lik 450 um kalınlığındaki waferlardan hazırlanan örneklerdi. Her iki tip kristalden de hazırlanan örnek yüzeylerinde sıkça şekil-45 de görüldüğü şekli ile engebeli ve topaklanmış kristal yüzeyleri elde edebildik. Bunun en büyük sebebi flaş ısıtma sırasında örneğin eşit ısınmaması ve yüzeyde oluşan gerilimin yüzeyi nano ölçekte çatlanması olarak belirlendi. Bu sorun ancak örneklerin farklı şekillerde tutuculara yüklenmeleri ve deneme yanılma ile çözülebildi. Hazırlanan on altı örnekten sadece on tanesinde temiz Ge(001) yüzeyi görüntüleyebildik. (her bir örneğin hazırlanması, tüm proje süresince ortalama olarak 4.5 hafta sürmüştür.)



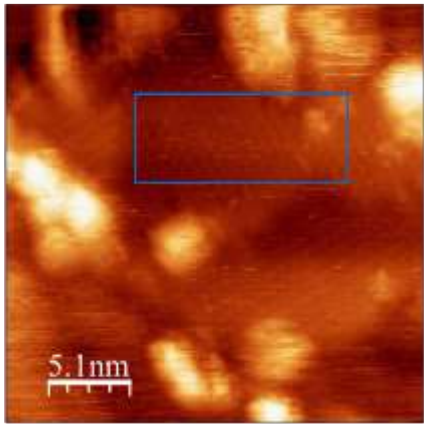
Şekil 45 V=-1.8V, I= 450pA, tarama alanı 102.4 nm x 102.4 nm, tarama açısı= 90 derece, Tarama hızı 3 s/satır, pixel: 1024 x 1024

Sonuç olarak başarılı olmaya başladığımı örneklerde ilk beş sputter-flaş döngüsü sonucunda elde edilen ortalama yüzey kalitesi şekil-46'da gösterildiği şekilde olmuştur.

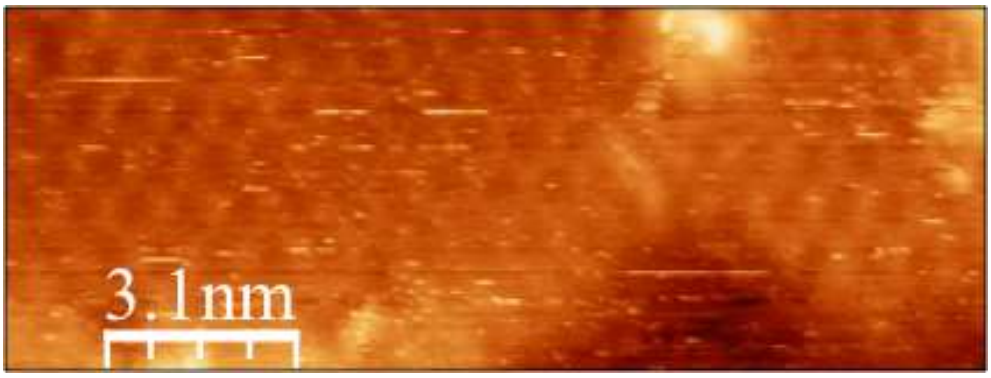


Şekil 46 V=-1.8 V, I= 450 pA, tarama alanı 51.2 nm x 51.2 nm, tarama açısı= 90 derece, Tarama hızı 2 s/satır, pixel: 1024 x 1024

Ge(001) yüzeyinin çalışılmasını nispeten kolay kılan gerçek (Si(001)'e göre), yüzeyde amorf Ge topakları bulunsa da genel tarama ve şayet varsa dimer çözünürlüğünün bu amorf bölgelerden etkilenmemesidir:

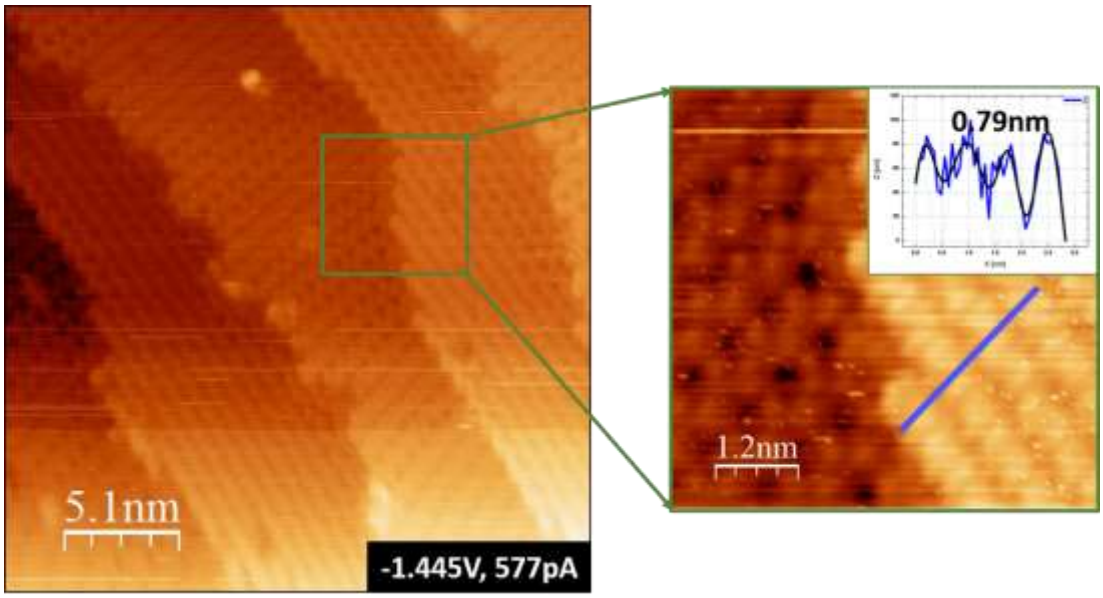


Şekil 47 V=-1.6 V, I=700 pA, tarama alanı= 25.6 nm x 25.6 nm, tarama hızı 1s/satır, pixel= 512 x 512

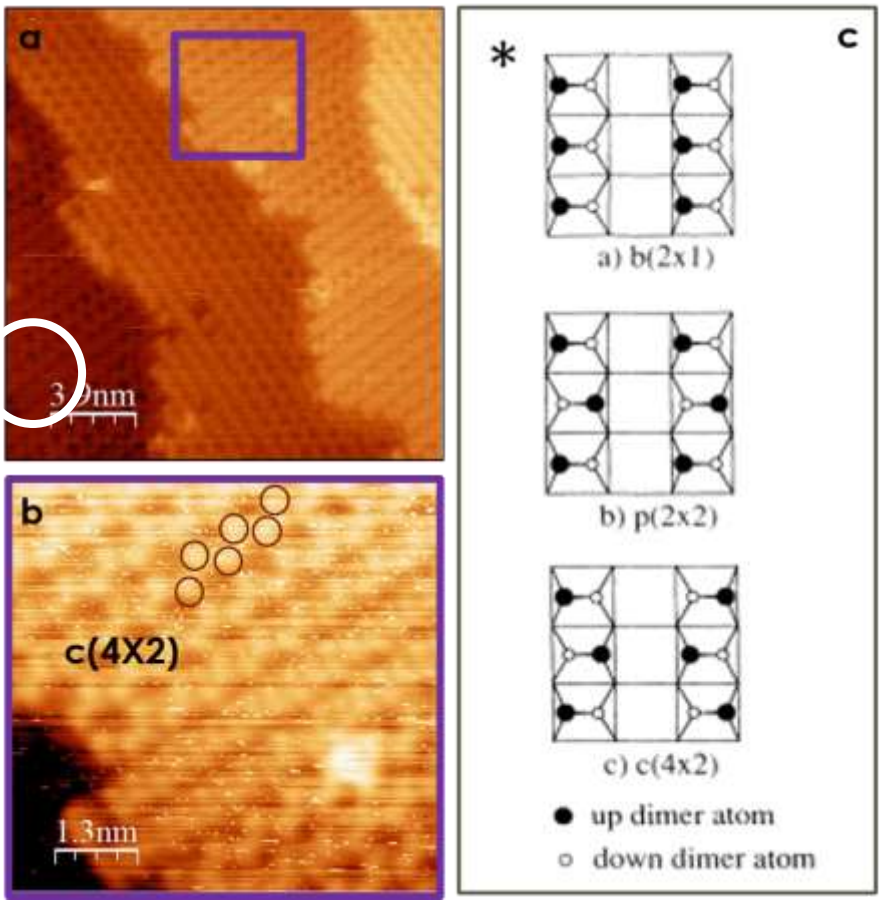


Şekil 48 Şekil-47'de işaretlenen bölgenin taranması. Burada sol tarafta 4x2 bölgesi görülmektedir.

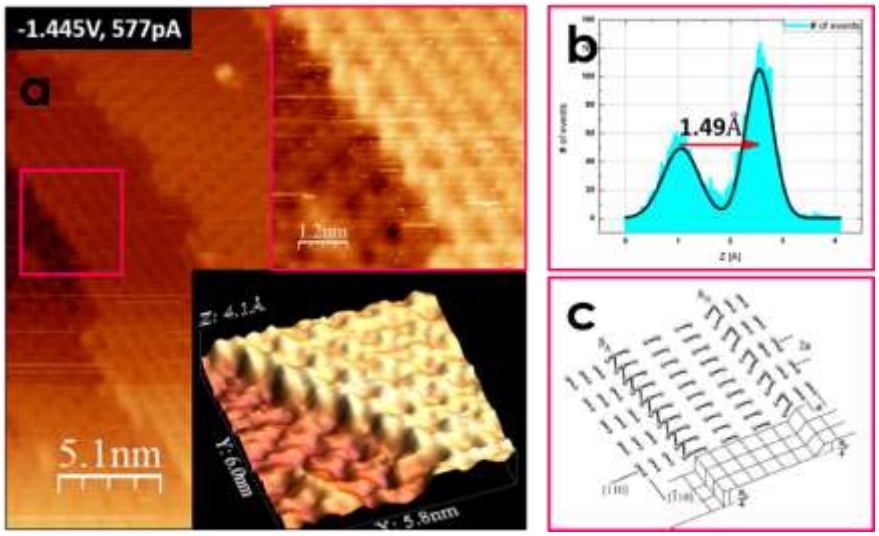
Örneklerin toplam 8 kerede sputter-flaş döngüsünden sonra şekil49 da gösterilen yüzey kalitesi elde edilebildi. Bu veri sayesinde TTM'nin z-kalibrasyonu rahatça yapılabildi.



Şekil 49 Temiz Ge (001) terasları



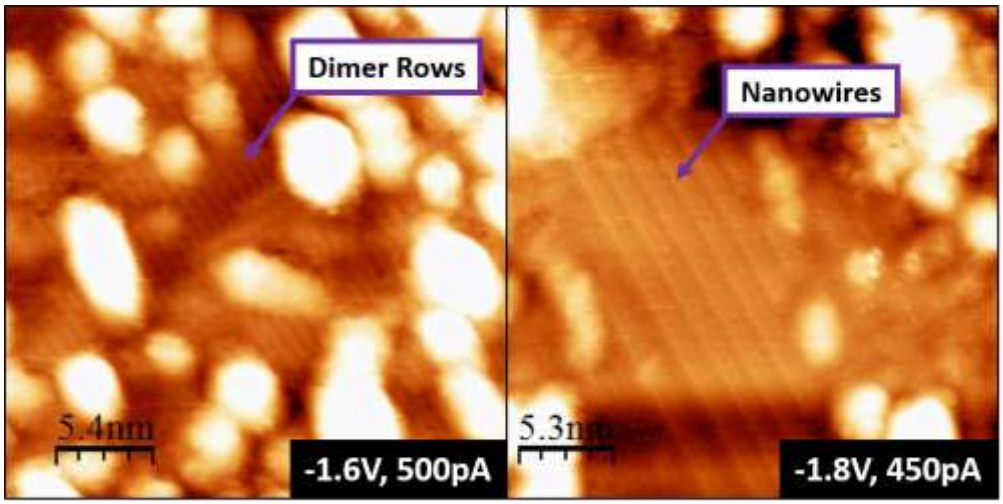
Şekil 50 Ge(001) yüzeyinde oluşan 2x1 ve 4x2 bölgelerinin incelenmesi ve x-y kalibrasyonu için yakında analiz.



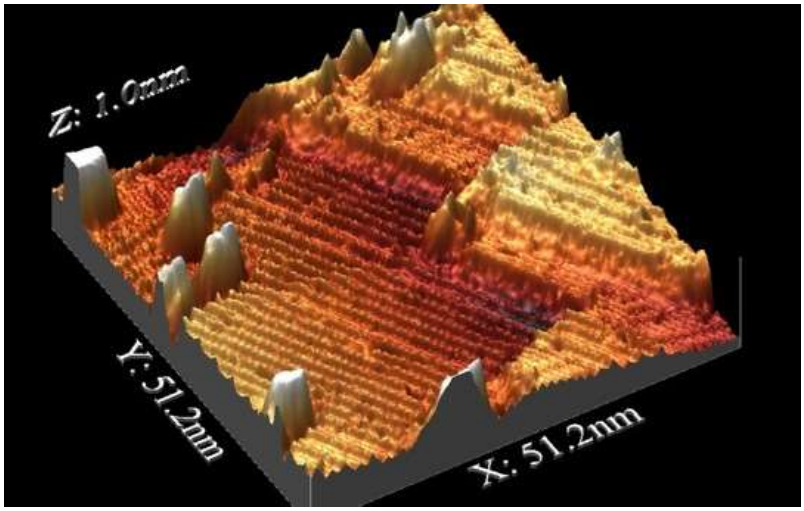
Şekil 51 Teras basamak yükseklikleri renk histogramları ile belirlendi ve modelle karşılaştırıldı.

4.2 Pt/Ge(001) ve nanotellerin yapılması

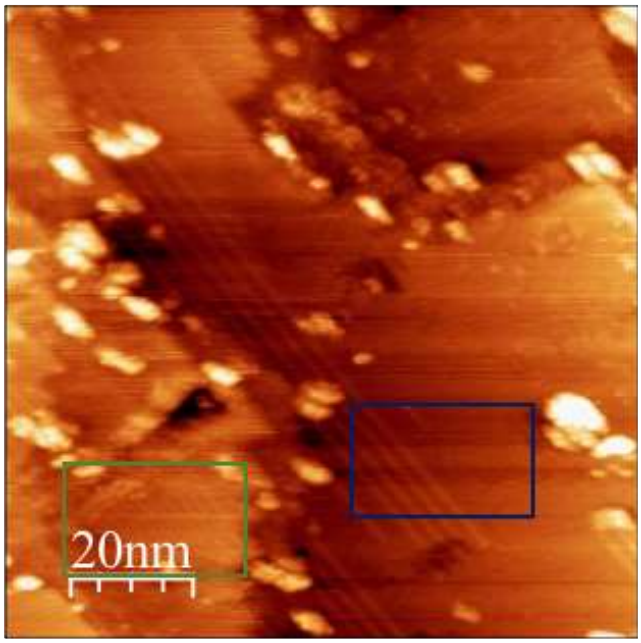
Ge(001) yüzeyi mükemmel olmasa da Pt buharlaştırıldı ve topaklı bölgeler arasında da Pt kaynaklı teller gözlemlenebildi. İlk çalışmalarımızda yüzey çok iyi hazırlanamadığı için bu veriler ile analiz çalışmaları yapıldı.



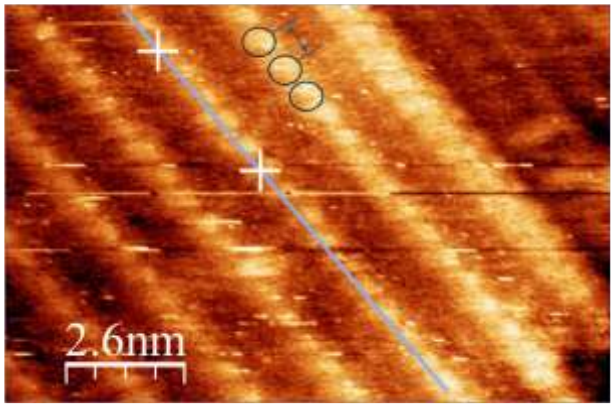
Şekil 52 (sol) topaklar aralarında Ge(001) dimer hatları görülmektedir. (sağ) Pt kaplama ve 1000 K flaştan sonra Pt zincirler görülmüştür.



Şekil 53 Başka bir kristalde nispeten temiz Ge(001) yüzeyi üzerine Pt buharlaştırılması sonucunda daha iyi yapılar gözlemlenmiştir. Beta terası üzerinde oluşan nano teller (sol alt bölgede bulunan zincirimsi yapılar). Yüzey 1ML üstü miktarda Pt kaplandığından hemen hemen her bölgede beta teras oluşmuştur ve üzerlerinde nanotellere rastlanmaktadır. TTM verisine göze çarpan tepecikler amorf Ge'dan kaynaklanmaktadır.

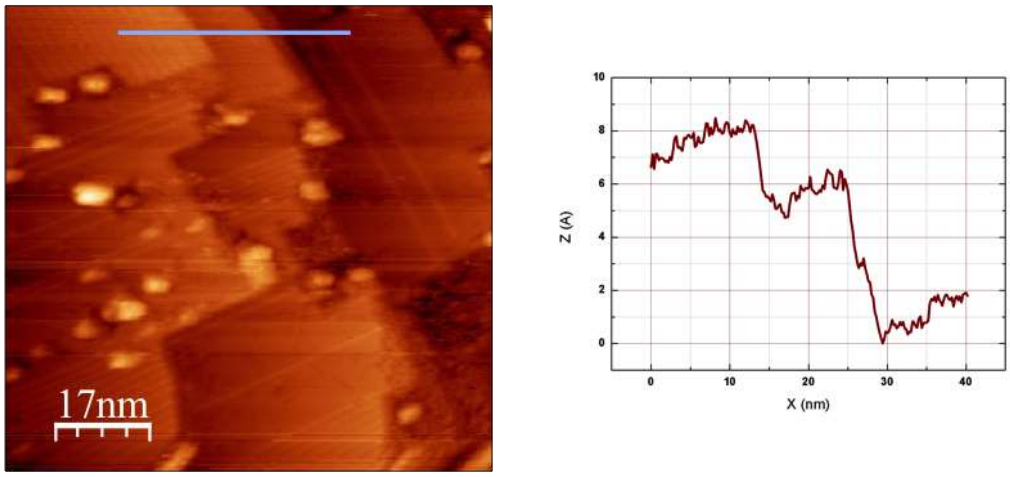


Şekil 54 Yüzey çok daha düzgün ve hemen her yerde beta teraslar göze çarpmakta. Farklı teraslarda ise farklı yoğunluklarda nanoteller gözlemlenmektedir.



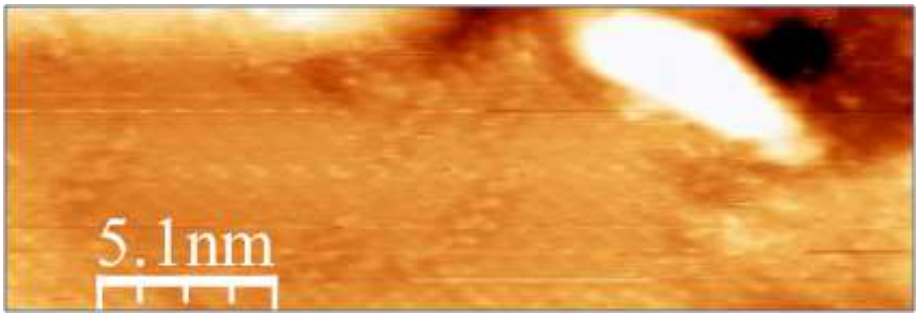
Şekil 55 Nanotellere yakından tarandığında noktasal bölgelerden oluştukları gözlemlenmektedir.

Kristalleri hazırlama sürecimiz geliştikçe nanotel yapıların daha net elde etmeye başladık. Özellikle hangi akımda kaç sn. durulacağı örneğin UYV içinde konumu gibi süreçlerin optimizasyonu daha başarılı örneklerin elde edilmesine yardımcı oldu.



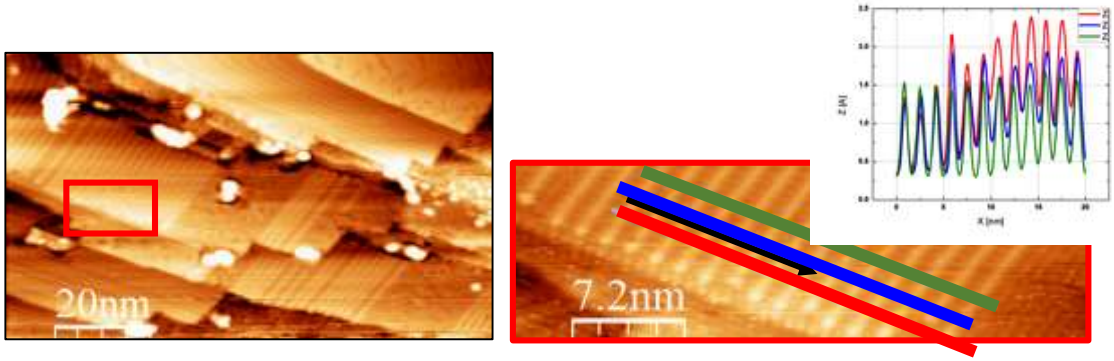
Şekil 56 Bazı bölgelerde çift basamak oluşumları gözlemlendi. Bu TTM verisinde görüldüğü gibi (sağ üst kısım, ya da alt orta kısım) tek başına tellerin de yüzeyde oluştuğu belirlendi.

Alfa beta tras geçişleri ve basamak yükseklikleri daha kaliteli örneklerde net görülmeye başlandı Aynı örneğin üzerinde bulunan nanotellere dik olarak bazı zikzak yapılar gözlemlendi, bunların kontaminasyondan kaynaklanıyor olabileceği düşünüldüğünden yeni örnekler yeni örnek tutucular ile daha sonra hazırlandı, bu konu aşağıda ele alınmıştır.



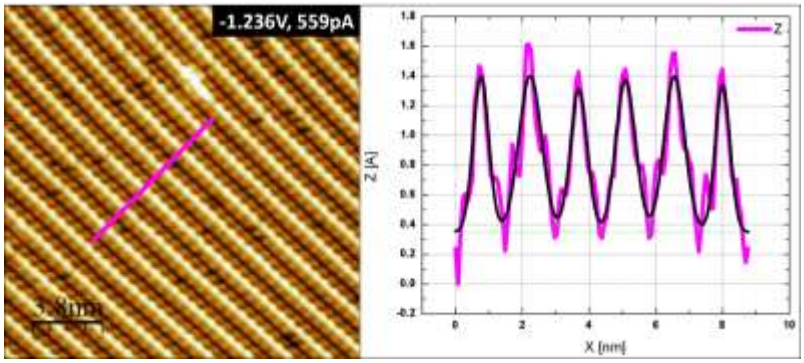
Şekil 57 Nanotel bölgelerinde nanotellere dik zikzaklar göze çarpmaktadır. Bunlar daha önce nanotellerde gözlemlenmemiş yapılardır.

Daha sonraki çalışmalarımız bu zikzakların alfa teraslar içerisindeki Pt atomları olduğu fikrini güçlendirdi

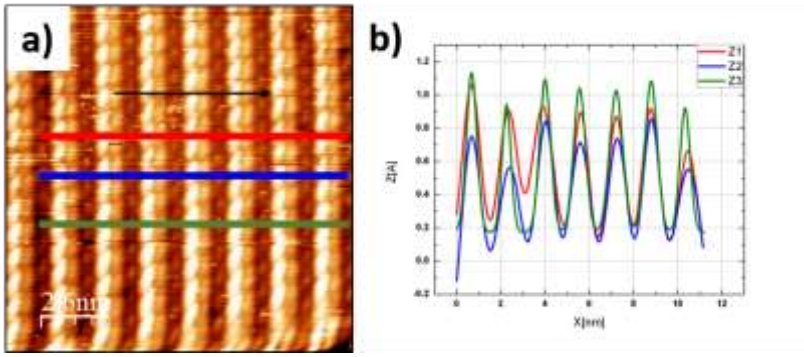


Şekil 58 örnek-1259 numaralı Ge(001) yüzeyine Pt buharlaştırdıktan sonra TTM görüntüsü (V_b = -1.5 V, I_t = 344 pA)

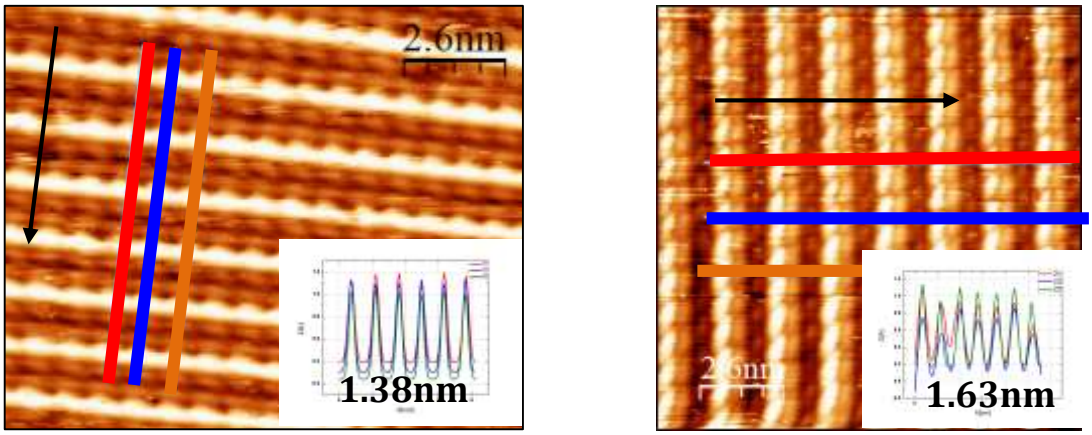
Ge üzerinde yapılan piezo parametre kalibrasyonları takiben bu yapılar üzerinde yapılan ölçümler bazı zincirlerin mesafelerinin beklenenden biraz daha az olabileceğini ortaya koydu. Ayrıca özellikle basamak yükseklikleri Ge(001) teraslarındaki basamak yüksekliklerinden farklılıklar gösterdi.



Şekil 59 Ölçülen tel-tel mesafesi yaklaşık 1.44 nm olmasına karşın Ge(001) ile karşılaştırmalı olarak beklenen 1.6 nm'dir.



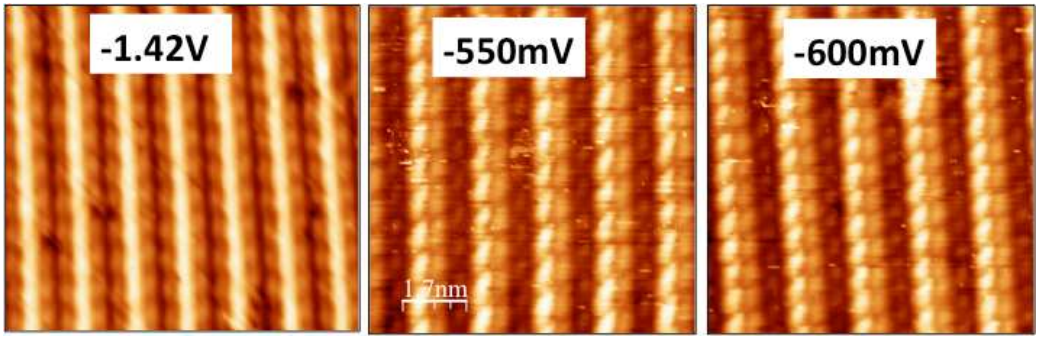
Şekil 60 Burada ölçülen mesafe 1.63 nm'dir.



Şekil 61 Pt/Ge(001) yüzeyinde aynı bölgenin farklı açılar ile taranması a) V_b = -550 mV, I_t = 550 pA, 123^o b) V_b = -550 mV, I_t = 550 pA, 41.48^o

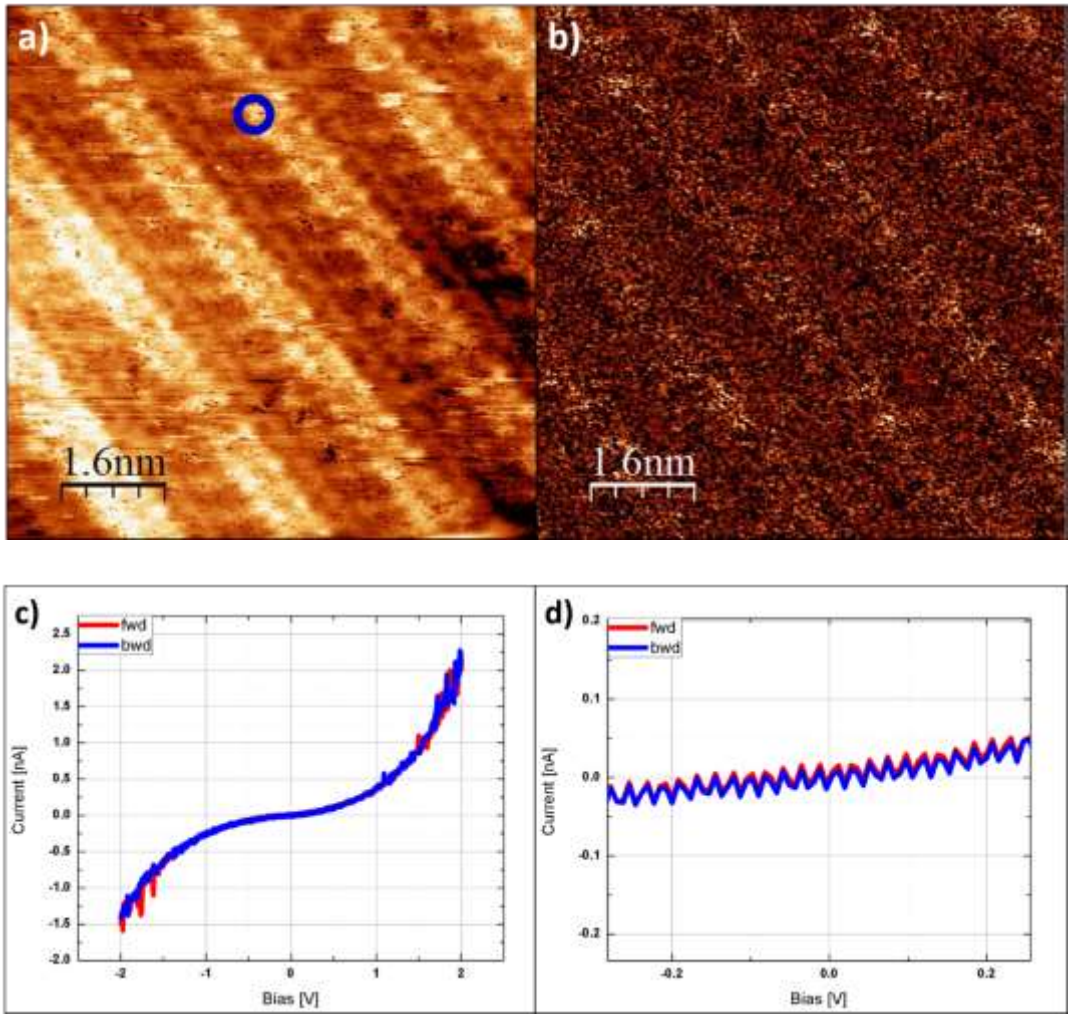
Açıya bağlı ölçümlerde farklı mesafeler ölçülmesi sebebi ile piezodan şüphelenildi ve bu noktada Piezo sökülerek tekrar yapıldı.

Yeni tarayıcı piezo ile yapılan ölçümlerde önceki raporlara karşılaştırma yapabilmek adına voltaja bağlı görüntülemeler yapıldı.



Şekil 62 Aynı bölgenin farklı voltajlarda taramaları.

Farklı voltaj taramaları nanotelimsilerin ve altlarındaki terasların elektronik yapısının TTM görüntülerinin belirlenmesinde etkin olduğunu göstermektedir. Oda sıcaklığında bu gibi yapılarda dI/dV taramaları oldukça güç olsa da bu yönde denemeler de yapıldı. Özellikle nanotel bölgelerinin daha metalik olduğu ortaya çıkmaktadır. Ancak bu anlaşılması oldukça güç bir sonuçtur zira terasların metalik olmaları yanında nanotellerden daha yüksek iletkenliğe sahip olmalıdırlar.



Şekil 63 (a) Pt/Ge(001) TTM topografyası (1.45V, 0.45 nA) (b) eş zamanlı dI/dV haritası (Lock in: 3.2 kHz, Vpp: 30mV) (c) ve (d) I-V eğrileri. dI/ dV haritası telimsilerin bazı bölgelerde iletkenliğin arka plana göre daha yüksek olduğunu göstermektedir.

Burada verilen sonuçların daha detaylı analizi ve sistem hakkında önceden var olan bilgimiz ele alındığında Pt/Ge(001) sisteminde halen açık olan sorular şu şekilde listelenebilir:

1) Öncelikle bu tellerin altlarında bulunan terasların modellenmesi çalışmaları henüz sonuçlanmamıştır. Telimsi yapıların bulunduğu bölgelerdeki atomlar yerlerinden oynatıldıklarında altlarında bulunan terasların beta teraslar olmadığı göze çarpmaktadır (aşağıda).

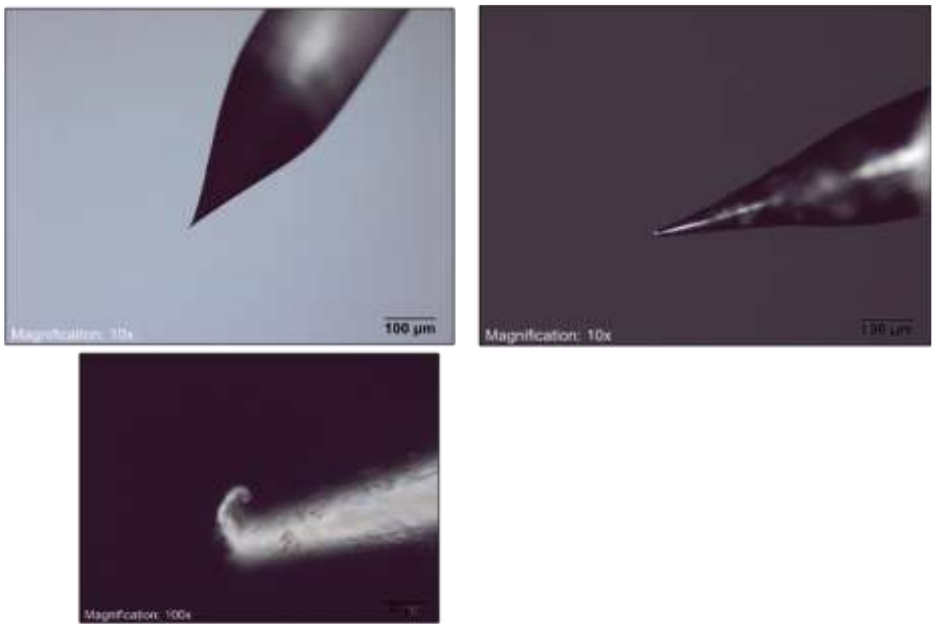
2) Bu telimsilerin Pt'den mi yoksa Ge'dan mı oluştukları konusunda halen net bir sonuç bunmamaktadır. Osaka Üniversitesi ile başladığımız ortak bir çalışmada bunların Ge'dan oluşuyor olabileceği ihtimali ortaya çıkmıştır.

3) Bu telimsilerin yüzeyin geri kalanına göre metalik olmaları konusu, Ge'dan oluşmaları durumunda anlaşılması çok güç bir problemi işaret etmektedir. Zira Ge bu durumda oldukça metalik davranmaktadır.

4) Alfa ve beta teras bölgeleri arasındaki geçişte yüzey iletkenliğinin ne şekilde değiştiği konusunda çalışmalar bulunmamaktadır.

5) Au'nın ve Pt'nin Ge üzerinde ne gibi yerel farklılıklar üzerinde yerleştikleri bilinmemektedir. Au'nın doğrudan Ge terasları üzerinde bulunduğu öne sürülmektedir.

Projede oldukça ilerlediğimiz, tüm örnek süreçlerini oturttuğumuz ve analiz edebilecek veri elde etmeye başladığımız anda maalesef laboratuvarımıza 50 m'den biraz fazla mesafede başlamış olan bina inşaatının temel kazımı ve kazıklarını çakılması işlemi TTM ölçümlerimizi tam anlamı ile öldürmüştür. İki ay boyunca elektriklerin her gün sayısız miktarda gidip gelmesi sonucu UPS sistemimiz iki kez arızalanmıştır. Titreşim gürültüsü konusunda elbette çözümler bulunmaktadır ama okulumuza yaptığımız resmi ve gayrı resmi başvurular sonuç vermemiş, kendimizce çözümler üretilmiştir. Bu durumda biz de çalışmalarımızı gece ve Cumartesi ve Pazar 48 saat boyunca sürdürmek durumunda kaldık. İnşaat sırasında olan bir durum aşağıda verilmiştir.



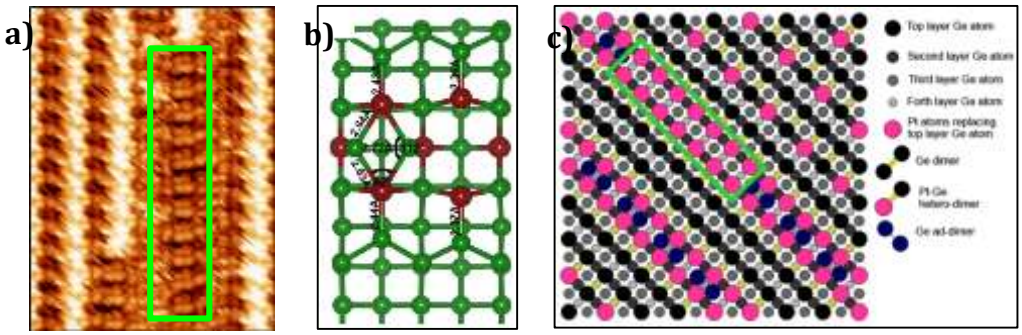
Şekil 64 Tünelleme denememiz sırasında laboratuvarımızın 50 metre kadar yakınında (haberimiz olmadan) bina temeli kazıkları çakılması işleminin başlaması sırasında oluşan gürültü sayesinde ortaya çıkan sanatsal W TTM iğne ucunun optik mikroskop ile alınış resimleri. Doğal olarak bu bize 4.5 haftaya ve yukarıda şekil-59 verilen datanın üzerinde alındığı örneğe mal oldu. Benzer örneği hazırlayabilmemiz ayrıca 4+4 haftaya mal oldu (aşağıda açıklanmıştır).

UPS sistemimizin kartlarının patlaması ve titreşim gürültüsü problemleri haricinde, örneği doğru akım ile ısıtmakta kullandığımız DC kaynak normalde 10 A akım sürmesi gerekirken iki farklı yeni kristale bir anda 50 A sürmeye karar verdiğinden 2 set UYV ve örnek hazırlama çabamız (yaklaşık toplam 8.5 hafta) kaybedilmiştir. UPS patlamasında turbo pompamız hızlı bir biçimde durduğundan sistemin daha uzun bake edilmesi de ayrı bir dört haftaya mal olmuştur. Ayrıca son sistem açılmasında örnek taşıyıcı load lock bölgesinde atan Mo-Çelik punto kaynakları yenilenmiştir. Sonuç olarak toplam üç ay gece gündüz hafta sonu çalışmaları sonucunda deneylere tekrar başlanmıştır (*aslında proje bu aşamasına kadar bizlere ülkemizde neden UYV temelli araştırmalar bulunmadığını net bir biçimde öğretmiştir*).

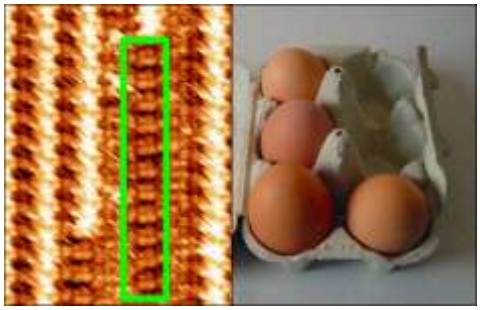
Sonuçta her zorluk aşılarak bilimsel ve yeni sonuçlar alma yönünde çalışmalara geçilebilmiştir:

4.3 Nanotel manipülasyonu ve alt terasın atomik yapısının incelenmesi

Bu projenin temelini oluşturan makalede de bahsedildiği gibi Ge(001) yüzeyi üzerine Pt buharlaştırıldıktan sonra oluşan yapıda iki farklı teras gözlemlenmektedir [Gurlu vd. (2003)]. Bu teraslardan birisi temiz Ge(001) yüzeyine benzemektedir ve α teras olarak adlandırılır. Diğeri ise Pt ve Ge atomlarını kapsayarak karma bir faz oluşturan β terastır. Nanotel zincirlerinin bu karma fazı içeren β teras üzerinde büyüdüğü ve boylarının ancak teras boyutu ve teras üzerinde olan kusurlar tarafından sınırlanacağı önceki yayınlarda da irdelenmiştir. Ancak önceden söylenenlerin aksine nanotel zincirini oluşturan atomlar yerlerinden kaldırıldığında gözüken bölge β terastan farklı bir yapı sergilemektedir. Biz bu bölgeyi gama (γ) bölgesi olarak isimlendirdik. Vanpoucke ve çalışma arkadaşlarının 2010 yılında yayınladığı teorik hesaplamalardan oluşan makalede belirtilen γ_{as}^{*} modeli figür-65'de görüldüğü gibi tıpkı nanoteli oluşturan atomlar yüzeyden kaldırıldığında görülen bölge gibidir [van Poucke vd. (2010)]. Bu veri göz önüne alınarak ayrıca Yd-AKM sonuçları ile birlikte literatürde bu zincirlerin Ge kaynaklı olabileceği önerisi göz önüne alınarak, çalışmamız sonucunda şekil-65'de verilen yeni model önerilmiştir (bu sonuçlar makale olarak yazım aşamasındadır).

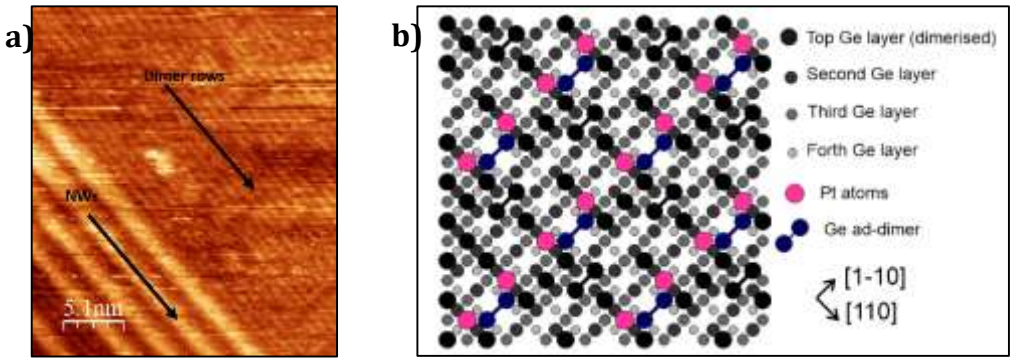


Şekil 65 a) Nanotel zincirinin kaldırılması ile görülen gama bölgesinin Taramalı Tünelleme Mikroskobu (TTM) datası (V_b= 0.01 V, I_t= 450 pA) b) Vanpoucke γ_{as}^{*} modeli (tellerin Ge atomlarından oluştuğu öne sürülmüştür) c) Pt/Ge(001) yüzeyi gama bölgesi dikdörtgen içinde belirtilmektedir. Bu bölge (a)da verilen TTM datasına çok benzemektedir.



Şekil 66 (Sol) γ bölgesinin TTM görüntüsü, ve zincirleri oluşturan Ge dimerlerinin yumurta-biyolündeki yumurtalara benzetilmesi (sağ) .

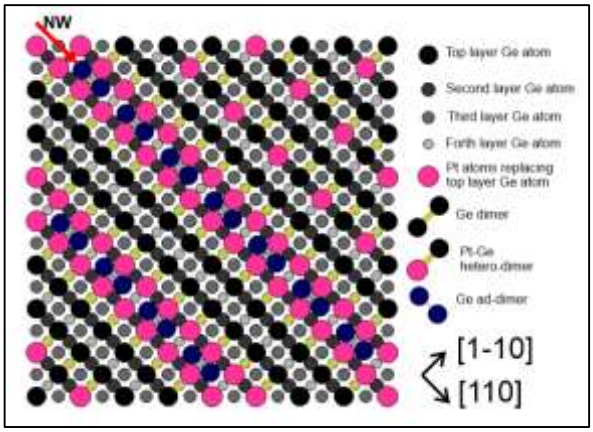
İlk olarak 2008 yılında Stekolnikov ve grubu tarafından yayınlanan çalışmada nanotelleri oluşturan atomların Pt değil Ge olabileceği öne sürülmüştür [Stekolnikov vd. (2008)]. Fakat yayınladıkları Pt/Ge(001) yüzey modelinde nanotel zincirinin, temiz Ge(001) yüzeyini oluşturan Ge dimer dizisine dik olması gerektiği söylenmektedir. Şekil-67.a'da görüldüğü gibi beta terasta bulunan Pt-Ge heterodimerleri Ge dimerlerinden oluşan beta terastaki yapılara nanotel zincirleri paralel bir şekilde ve aynı terasta büyümektedir. Nanoteli oluşturan atomlara Ge denilmesinin ardından çeşitli teori grupları bu konu üzerine yoğunlaşarak çeşitli çalışmalar yürütmüştür. γ_{as}^{*} modelini oluşturan grup da zinciri germanyum atomlarının oluşturduğu görüşünü DFT hesapları ile desteklemişlerdir. Teori gruplarının yaptığı hesaplamalar doğrultusunda yüzey üzerinde Pt-Pt homo-dimer enerjisi Pt-Ge ve Ge-Ge atomlarının enerjisinden daha yüksek olacağından bu yapının mümkün olmadığı söylenmektedir. Stekolnikov ve grubu yaptıkları çalışmalar neticesinde Pt/Ge(001) yüzeyi üzerinde kendiliğinden oluşan nanotellerin Ge-Ge ad-dimerlerinden oluşacağını söylemiş ve diğer teori gruplarından destek almıştır. Ancak oluşan nanotellerin temiz Ge(001) yüzeyinde var olan dimer dizilerine dik olacağı görüşünün deneyler tarafından yanlışlığı net bir biçimde gösterilmektedir (Figür-67). Vanpoucke ve çalışma arkadaşları makalelerinde daha doğru bir model önerisinde bulunmuşlardır. Çalışmalarımızda nano telleri bulundukları yerlerden kaldırarak altlarındaki atomik yapıyı anlamaya çalıştık.



Şekil 67 a) Pt/Ge(001) yüzeyi UYV-TTM datası (V_b= -1.8 V, I_t= 450 pA) TTM görüntüsünün sol kısmında nano teller sağ tarafında ise beta teras gözükmektedir. b) Stekolnikov tarafından yayınlanan Pt/Ge(001) yüzey modeli. Bu modelde NWleri oluşturan Ge dimerleri altlarındaki (Ge(001) yüzeyine) dik olarak varsayılmıştır. Ancak TTM verisi bunun yanlış olduğunu göstermektedir.

Özellikle atomik tellerin yüzeyden kaydırılması ile (manipüle edilmesi ile) altlarındaki yapıyı gözlemlediğimiz TTM deneyi sonucunda elde ettiğimiz yüksek çözünürlüklü veri ışığında (Şekil-65a) ve diğer tüm çalışmalar ve literatür bilgisi doğrultusunda geliştirmiş olduğumuz Pt/Ge(001) yüzeyinde meydana gelen nanotel modeli, Şekil-68'de görüldüğü gibi,

iki yan yana duran Ge dimer dizisindeki komşu dimerlerin birbirine yakın birer Ge atomunun koparak yerlerine Pt atomlarının oturması ve bu iki dizinin arasında Ge ad-dimerlerinin, Pt ve Ge atomlarının oluşturdukları heterodimer dizisinin üstüne dik bir şekilde oturması ile ortaya konmaktadır. Bu model [van Poucke vd. (2010)]'de önerilen model ile örtüşmektedir. Ancak teorik makalelerde nanotellerin altı ile beta terasları aynı yapıda modellenmektedir. Bu çalışmamızda, aynı teras üzerinde farklı iki bölge oluştuğu gösterilmiştir.



Şekil 68 Pt/Ge(001) yüzey modeli. Sol kısım tellerin alt bölgesindeki yüzeyi, ve telleri, sağ üst kısım ise beta terası göstermektedir. Ayrıca sol alt bölgede Ge- dimer zincirlerinde oluşan nanoteller de çizilmiştir.

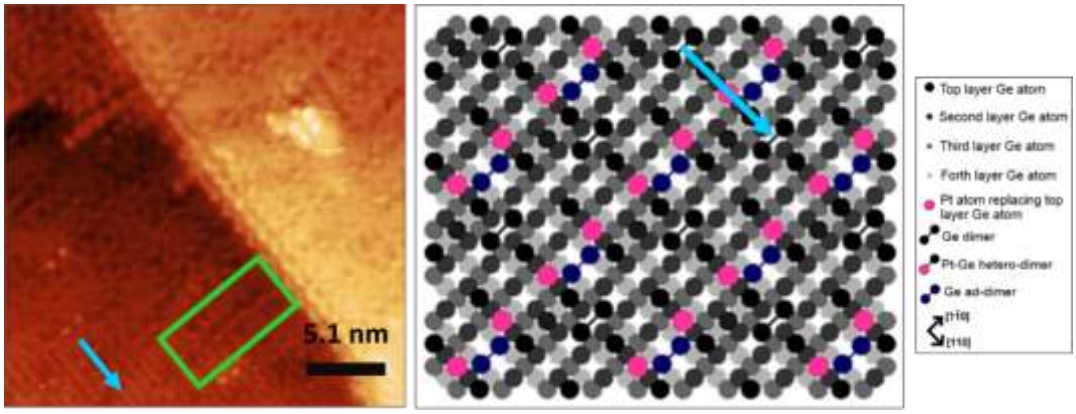
Böylece çalışmamız sonucunda Ge(001) yüzeyinde Pt kaynaklı oluşan NW'ların Ge dimerlerinden oluştuğu yönünde destekleyici sonuçlar elde etmiş bulunuyoruz. Beta terasların modellerinin iyileştirmesini takiben alfa terasları da inceledik.

3.4 Alfa-teraslar

3.4.1 Teraslarda Pt gizlenmesi ve modellerin karşılaştırılması

Alta terasları voltaja bağımlı olarak taradığımızda bazı bölgelerde zikzak yapılar gözlemlemiştik. Yeni örneklerde de ayı veriyi elde etmemiz üzerine bu yapılar yoğunlaştık. Şekil-69da görüleceği üzere alfa teraslarda yüzey Ge dimerlerine dik olarak bazı düzenli yapılar oluşmaktadır. Bu yapılar Ge terasına ilave olmuş (embedded) Pt olarak modellenebilir. Bu durumda literatürde önerilen Pt atomlarının teraslarda Ge dimerlerine dik yerleşmelerini de gözlemlenmiş olduk [Stekolnikov vd.

(2008)]. Ancak bu durumda önerilen modellerin tamamında yüzeyin en az 4 katmanında Pt varlığı göz önüne alınarak atomistik modellemeler yapılması gereği ortaya çıkmaktadır.



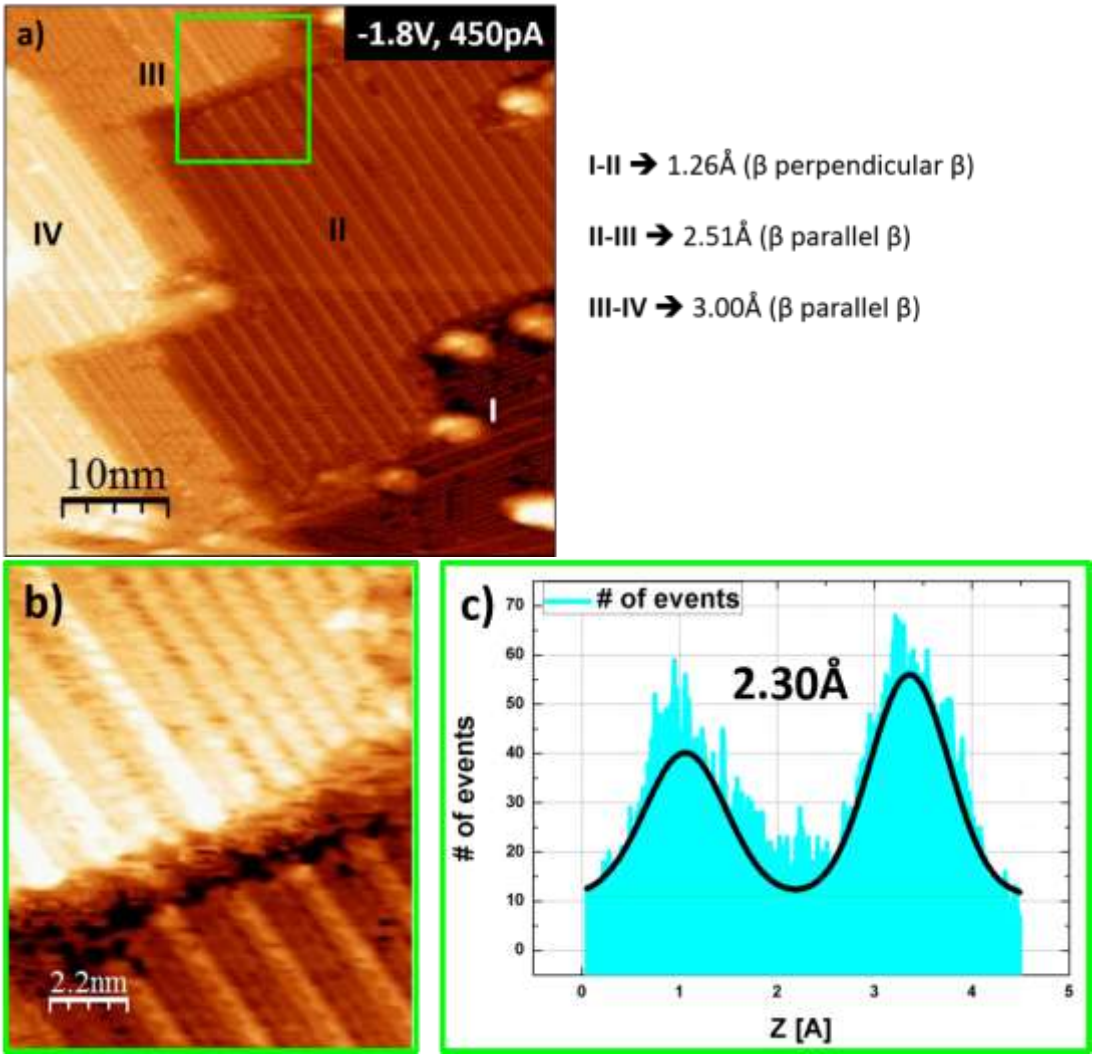
Şekil 69 (a) Ge dimerlerin dik olarak Pt atomları, aynı terasta yer almaktadırlar. (V_b: -1.024 V, I_t: 569 pA). (b) Stekolnikov modeli.

En üst dört terasın da Pt atomları içerdiğinin başka bir kanıtı yapılan detaylı basamak yükseklileri analizinde gözükmektedir:

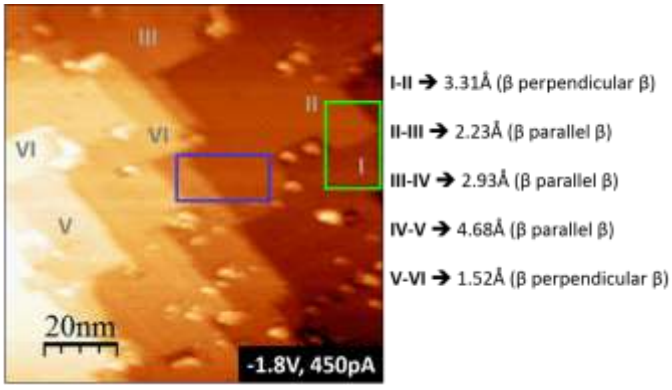
3.4.2 Teras yükseklikleri analizleri

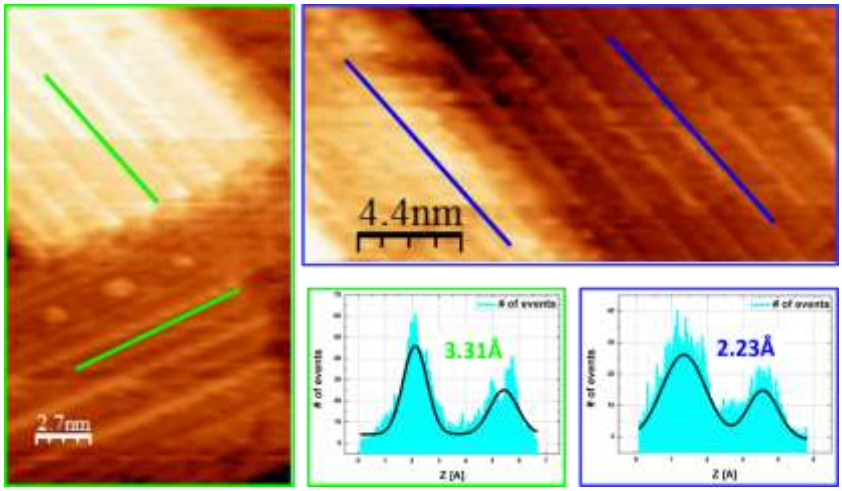
Çalışmalarımız Pt kaynaklı zincir yapılarının β teraslarında büyüdüğünü göstermektedir. Ancak bu terasların civarları incelendiğinde zincirler nerdeyse daime iki basamak yüksekliği gibi bir yüksekliğe sahip olan teraslar üzerinde büyümektedirler. Çalışmamızın en ilginç sonuçlarından birisi de bu yüzeydeki basamak yüksekliklerinin TTM ön gerilimine bağlı olarak değiştiğinin gözlemlenmiş olmasıdır.

Şekil-70'de görüldüğü üzere aynı TTM görüntüsünde farklı basamakların yükseklikleri ölçülmüştür. Bunlar I, II, III ve IV olarak işaretlenmiştir. II ve III üncü teraslar arasındaki yükseklik ile III ve IV üncü teraslar arasındaki yükseklikler aynı olmaları gerekirken ciddi bir fark gözlemlenmiştir. Bu da, bu terasların farklı elektronik yapısı olduğuna işaret etmektedir.



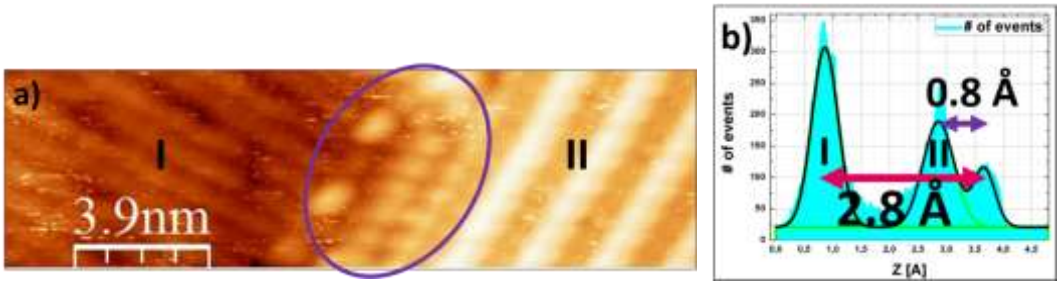
Şekil 70 (a) Pt/Ge(001) yüzeyi TTM datası ve basamak yükseklik ölçümleri.





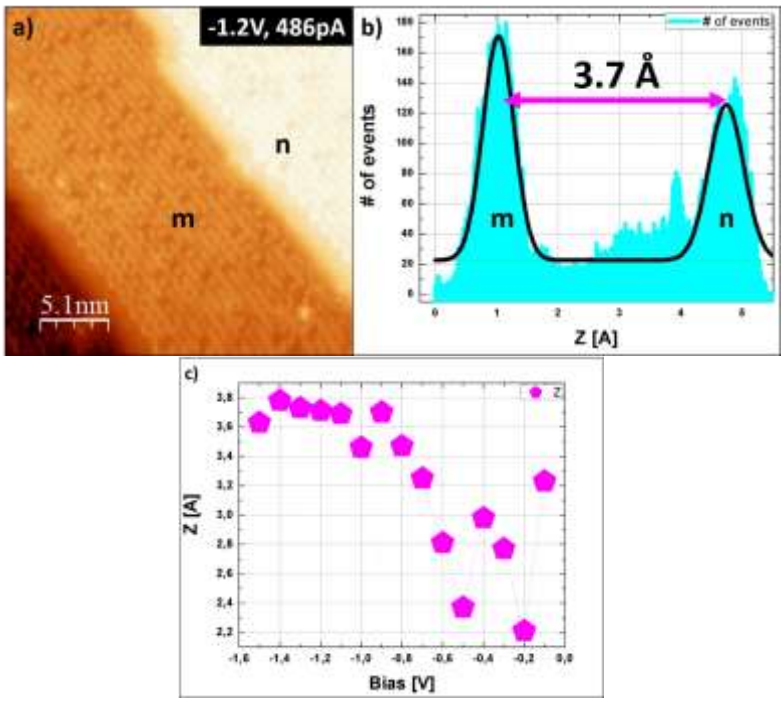
Şekil 71 Benzer analiz daha geniş alanda da yapılmıştır.

Bazı basamak kenarlarının yakıdan analizi yapılarda çift basamak olduğunu göstermektedir:



Şekil 72 (a) Pt/Ge(001) basamaklarından birine yakından bakış (V_b: -1.4 V, I_t: 400 pA) (b) Basamak yükseklik histogram analizi (Mor halka çiftli basamağı göstermektedir)

Alfa teraslara bakıldığında ise, bir set analiz aşağıda verilmiştir, basamak yüksekliği örnek geriliminin fonksiyonu olarak değişebilmektedir:



Şekil 73 (a) m ve n terasları normalde Ge(001) yüzeyi referans alındığından bir çift basamağa denk gelmelidir ve yüksekliği 2.8 Angström olmalıdır. Bu teraslar alfa teraslarıdır ve Ge(001) yüzeyine benzemektedirler. Ancak (c)de görüldüğü üzere basamak yüksekliği voltaja göre değişmektedir. Bu da bu yapıların Ge(001)den farklı olduğunu ortaya koymaktadır.

Benzer analiz farklı teraslar arasında yapılarak aşağıdaki tablo elde edilmiştir:

Basamak yükseklik analizi.

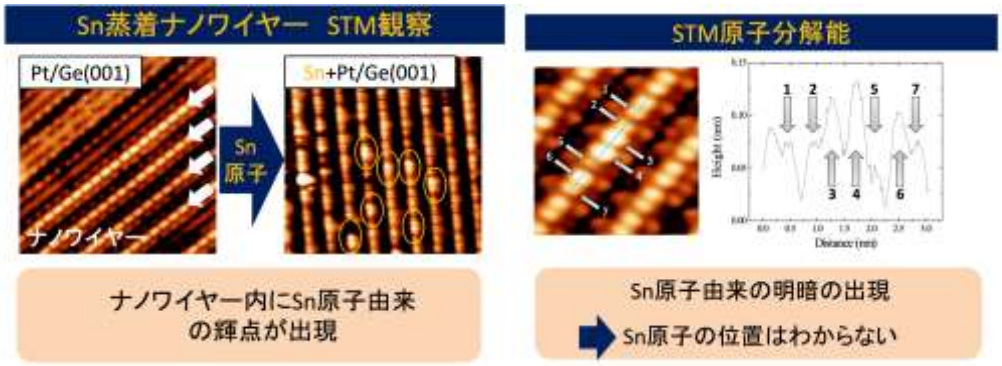
Interface	Growth	Step Height	Bias
α – α	Perpendicular	1.60 Å	-1.50 V
α – α	Parallel	3.52 Å	-1.45 V
α – β	Perpendicular	2.81 Å	-1.45 V
α – β	Parallel	4.00 Å	-1.55 V
β – β	Perpendicular	2.00 Å	-1.40 V
β – β	Parallel	3.52 Å	-1.45 V

Buradan varılan sonuç, beta terasların da üzerinde büyüdüğü daha fazla Pt içeren alfa terasların olduğudur ve nano tellerin Ge olup en çok Pt içeren çift beta terasları üzerinde gamam bölgeleri üzerinde büyüdüğüdür (bu çalışmamız yayın aşamasındadır.)

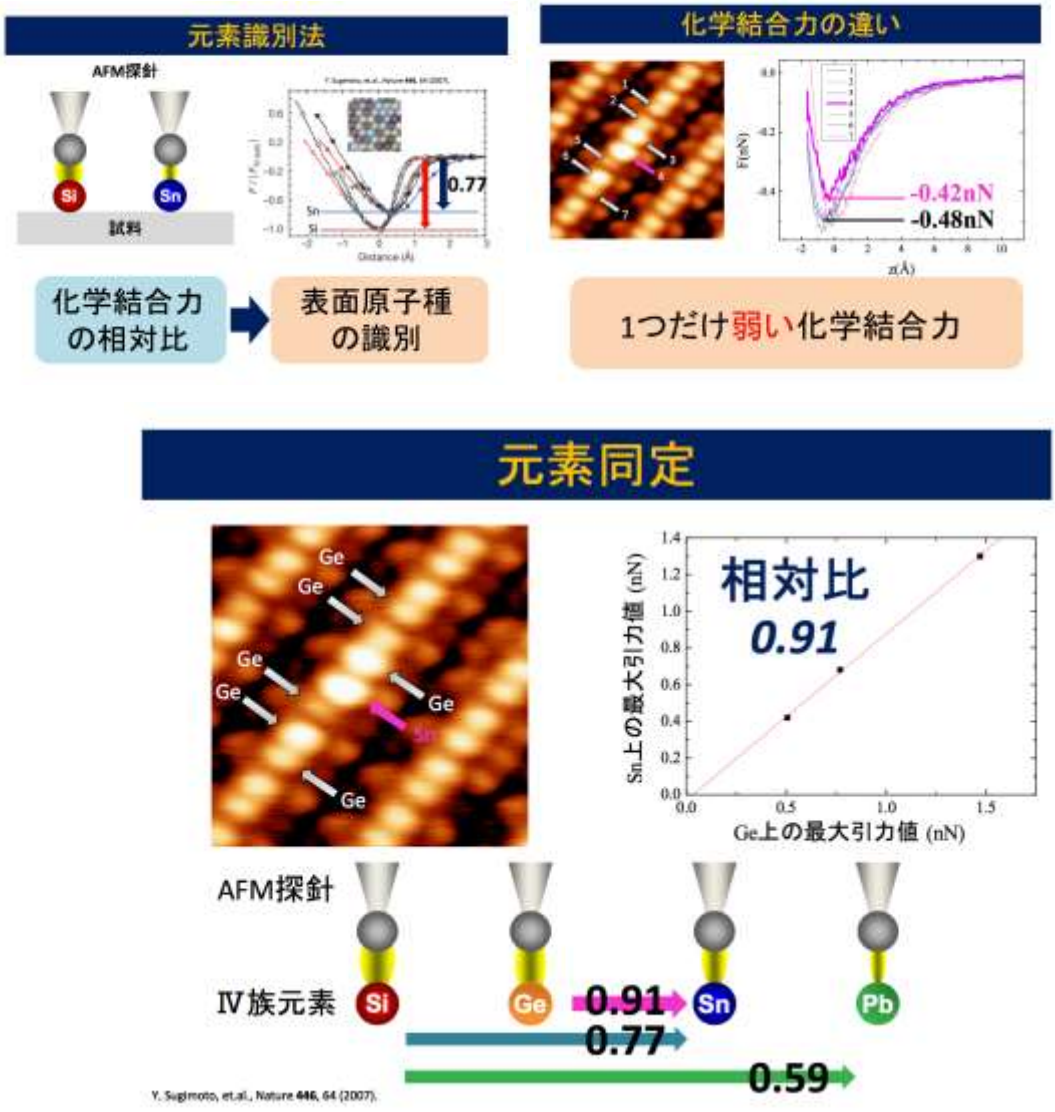
3.5 YD-AKM sonuçlarına bir bakış

Nano tellerin modellenmesinde en büyük tartışma bunların Ge mu Pt mi olduğudur. Bu tartışmaları sonlandırmak yalnızca tek atomlu nanotel zincirlerini oluşturan atomları belirlemek ile mümkün olacaktır. Farklı atomlardan oluşan ara-yüzlerdeki belirli bir lokasyonda bulunan atomları belirlemek için Atomik Kuvvet Mikroskobu (AKM) ile geliştirilen kimyasal kimlik tespiti metodu kullanılmaktadır [Sugimoto vd. (2007)]. Osaka grubu ile yapılan fikir paylaşımları ardından nanotel zincirini oluşturan atomun tespiti açısından bu metodun kullanılacağı kararına varılmıştır ve yürütülen çalışmalar ile zinciri Ge atomlarının oluşturduğu düşünülmektedir (proje kapsamında nanotel yapımı bilgisi Osaka Üniversitesi'ndeki gruba aktarılmıştır ve Dr. Sugimoto'nun grubunda Ge(001) üzerinde NW yapıları üretilmiştir ve ilgili ölçümler yapılmıştır.).

Osaka'yı ziyaret ederek prosedürü kendilerine anlatmamız sonucunda Osaka'da Pt/Ge(001) hazırlanmış ve bir master öğrencisi sonuçlar elde etmiştir. Sonuçlarından ilk sunumlar aşağıdaki slidelarda verilmiştir. Ancak Osaka grubu taşınma durumundan olduğundan sonuçların yayınlanması gecikmiştir:



Şekil 74 Pt/Ge(001) sisteminde zincirler elde edilerek üzerlerine Sn ilave edilmiştir. AKM ile yapılan karşılaştırmalı kuvvet eğrileri ölçümleri zincirleri Ge atomlarının oluşturduğunu göstermektedir.



Şekil 75 Kuvvet eğrileri ve Si-Sn-Ge karşılaştırması ile zincirlerin Ge olduğunun gösterimi.

5. Sonuç ve öneriler

Bu projede yapılan çalışmalarda izlenen sıra ve proje kapsamında tamamlanan iş paketleri şu şekilde özetlenebilir: 1) Ultra yüksek vakum sisteminin (UYV) basıncının $5x10^{-10}$ mbar altında sürekli olarak çalışabilir hale getirilmesi; 2) UYV altında çalışacak olan Taramalı Tünelleme Mikroskobunun (TTM) çalışır hale getirilmesi ve test edilmesi; 3) UYV koşullarında Ge(001) kristal yüzeyinin hazırlanması ve dimer çözünürlüğü elde edilmesi prosedürünün başarılması (bunun için UYV sisteminde gerekli modifikasyonların yapılması); 4) Pt ve Au buharlaştırıcıların yapılması ve test edilmesi; 5) Ge(001) yüzeyine Pt kaplanması ve Pt kaynaklı atomik zincirlerin elde edilmesi; 6) Pt/Ge(001) sisteminin çalışılarak terasların atomik yapılarının incelenmesi, yeni bir atomistik model elde edilmesi; 7) Projenin devamı için bazı ortak çalışmalara başlanması; 8) UYV-TTM konusunda yetiştirilmiş üç öğrencinin ortaya çıkartılması.

Sonuçta, üç senelik son derece yoğun çalışmanın sonucunda ülkemizde bir ilk olarak Pt/Ge(001) sistemi çalışılabilir hale gelmiştir. Ayrıca ülkemizde son derece nadir olan bir teknik İTÜ'de laboratuvarımızda çalışır durma getirilmiş ve bu sayede bazı uluslararası ortaklıklara başlatılabilmiştir.

Proje sonucunda oldukça önemli bilimsel verilere ulaşılmış ve Pt/Ge(001) sisteminin doğru atomistik modelinin elde edilebilmesi için veriler elde edilmiştir. Bu bilimsel sonuçlar da iki cümle ile özetlenecek olur ise 1) Pt/Ge(001) sisteminde beta teraslar modellendi ve gamma bölgelerinin keşfi ile teorik sonuçlara destek oluşturuldu; 2) alfa ve beta teraslarının birlikte incelenmesi ile bu sistemin yüzey elektronik yapısının Ge(001) den oldukça farklı olduğu ve bu yüzey fazının daha detaylı incelenmesine ihtiyaç olduğu ortaya çıkartıldı. Literatürde ilk defa bu metal/yarıiletken sisteminde basamak yükseklikleri örnek voltajına bağlı olarak değiştiği gösterildi (bias dependent apparent step height analysis).

Ayrıca oluşan zincirlerin Ge kaynaklı olabileceği Japonya ile olan ortak çalışmalarımız ile desteklendi.

Ayrıca proje kapsamında Ge(001) yüzeyinde Au tellerin yapılması denendi. Bu çalışmalar üç farklı kristalde denenmesine karşın Au buharlaştırıcının kalibrasyon sorunları sebebi ile net bir

veri alınamadı. Ayrıca Pt ve Au eş zamanlı buharlaştırma denemeleri de yapıldı fakat sadece Pt nanoteller gözlemlenebildi. Yapılması denenen Ir buharlaştırıcımız ise iki denemede de başarılı sonuçlar vermedi. Her bir örnek iterasyonunun, sistem açılıp kapatılması zamanı da göz önüne alındığında 4 haftadan biraz fazla sürmesi (haftada 7 tam gün çalışılmasına karşın) Au ve Ir konuları daha sonra projelere bırakıldı ancak bu yönde önemli bilgi birikimi elde edildi.

Projede elde ettiğimiz sonuçlarımız, özellikle Pt/Ge(001) üzerine olan iki ana sonucumuz makale olarak sunuma hazırlanmaktadır. Projede elde edilen bilgi birikimi ile bir uluslararası iş birliği projesi Polonya ortaklığı ile önerilmiş ancak başarısız olmuştur. Komisyon raporu değerlendirilerek proje yeniden hazırlanacaktır. Ayrıca bu proje sayesinde COST-MP1303 aksiyonuna dâhil olunmuştur ve önemli proje ortaklıkları başlatılmıştır.

Projede ulaştığımız bilgi birikimimiz ile sonraki aşamalarda yapmayı hedeflediğimiz ve yapılmasını önerdiğimiz çalışmalar şu şekildedir: 1) Ge(001) kristal hazırlama özellikle flaş ısıtma basamağından kristalin düzgün ısınması (uniform) sağlanamadığından kristallerin ömürleri çok kısa olmaktadır. Bu sebeple bir devam çalışmasında yen bir örnek tutucu tasarlanacak ve Molibdenden yapılacaktır ayrıca UYV ye bir örnek flaş konumu hazırlanacaktır. 2) Sisteme bir load-lock mekanizması kurulması gerekmektedir. Bu UYV'nin kalitesini arttıracaktır, 3) UYV'de bulunan H2 probleminden dolayı sisteme bir getter pompa eklenmesi gerekmektedir; 4) Au buharlaştırıcı yeniden tasarlanacak ve Au konusunda en az 18 aylık bir çalışma yapılacaktır; 5) Ir buharlaştırıcı Ta tel ile tekrar tasarlanıp yapılacaktır; 6) EŞ zamanlı buharlaştırma çalışmaları Au sorunu çözülünce denenmelidir; 7) alfa ve beta teraslarının yapılarının çözülmesi için yüzey-X ışını kırınımı deneyleri için başvurularda bulunulacaktır; 8) Polonya ile önerilen proje desteklenmese dahi UYV'ye bir foton toplama düzeneği kurularak Pt/Ge(001) sisteminden tünelleme ekleminden foton çıkışı gözlemlenmesi için bir düzenek kurulacaktır.

6. Kaynaklar

Bowler D. R., Bird C. F., Owen J. H. G., 1D semiconducting atomic chain of In and Bi on Si(001), J. Phys. Condens. Matter, 18, L241-9, (2006).

Chun-Yao N., Jian-Tao W., Adsorption of Au and Pt dimers on Ge(001) and Si(001): A First Principles Study, Solid State Comm., 151, 9, 655-658, (2011).

Gurlu O., Adam O.A.O., Zandvliet H.J.W., Poelsema B., Self-organized, One-dimentional Pt Nanowires on Ge(001) J. Appl. Phys., 83, 4610, (2003).

Gurlu O., van Houselt A., Thijssen W. H. A., van Ruitenbeek J. M., Poelsema B., Zandvliet H. J., Controlled Damaging and Repair of Self-Organized Nanostructures by Atom Manipulation at Room Temperature, Nanotechnology, 18, 365305, (2007).

Krivosheeva A. V., Sanna S., Schmidt W. G., First-principles Investigation of CO Adsorption on Pt/Ge(001)-c(4x2), Computational Materials Science, 49, 895-8, (2010).

Lopez-Moreno S., Romero A. H., Munoz A., Schwingenschlökl U., First Principles Description od Atomic Gold Chains on Ge(001), Phys. Rev. B, 81, 4, 041415, (2010).

Mocking T. F., Stam D., Poelsema B., Zandvliet H. J. W., Dynamics of Au-Induced Nanowires on Ge(001), Surf. Sci., 604, 2021-23, (2010).

Manoharan H. C., Lutz C. P., Eigler D. M., Quantum Mirages Formed by Coherent Projection of Electronic Structure, Nature, 403, 512, (2000).

Oncel N., van Houselt A., Huijben J., Hallback A. S., Gurlu O., Zandvliet H. J. W., Poelsema B., Quantum Confinement between Self-Organized Pt Nanowires on Ge(001), Phys. Rev. Lett.,95, 116801, (2005).

Owen J. H., Miki K., Bowler D. R., Self-assembled Nanowires on Semiconductor Surfaces, J. Mater. Sci., 41, 4568-4603, (2006).

Snijders P. C., Weitering H. H., Colloquium: Electronic Instabilities in Self-assembled Atom Wires, Rev. Mod. Phys., 82, 307-29, (2010).

Saedi A., van Houselt A., van Gastel R., Poelsema B., Zandvliet H. J. W., Playing Pinball with Atoms, Nano Letters, 9, 5, 1733-6, (2009).

Sahaf H., Leandri C., Moyen E., Mace M., Masson L., Hanbücken M., Growth of Co Nanolines on Self-assembled Si Nanostripes, EPL, 86, 28006, (2009).

Schafer J., Schrupp D., Preisinger M., Cleassen R., Conduction States with Vanishing Dimerization in Pt Nanowires on Ge(001) Observed with Scanning Tunneling Microscopy., Phys. Rev. B, 74, 041404(R), (2006).

Sugimoto-Y., Pou P., Abe M., Jelinek P., Pérez R., Morita S., Custance O., Chemical identification of individual surface atoms by atomic force microscopy, Nature 446, 64 (2007).

Stekolnikov A. A., Bechsted F., Wisniewski M., Schafer J., Claessen R., Atomic Nanowires on the Pt/Ge(001) Surface: Buried Pt-Ge Versus Top Pt-Pt Chains, Phys. Rev. Lett., 100, 196101, (2008).

Stekolkinov A. A., Furtmüller J., Bechstedt F., Pt-induced Nanowires on Ge(001): Ab Initio Study, Phys. Rev. B, 78, 155434, (2008).

Tsay Shiow-Fon., Pt-chain induced formation of Ge nanowires on the Ge(001) surface; Surface Science 606, issue 17-18, pp. 1405–1411 (2012).

van auselt A., Gnielka T., de Burgh J. M.J., Poelsema B., Zandvliet H. J. W., Peierls Instability in Pt Chains on Ge(001), Surface Science, 602, 10,1731-1735, (2008).

Vanpoucke D. E. P., Brocks G., CO Adsorption on Pt-induced Ge Nanowires, Phys. Rev. B, 81, 235434, (2010).

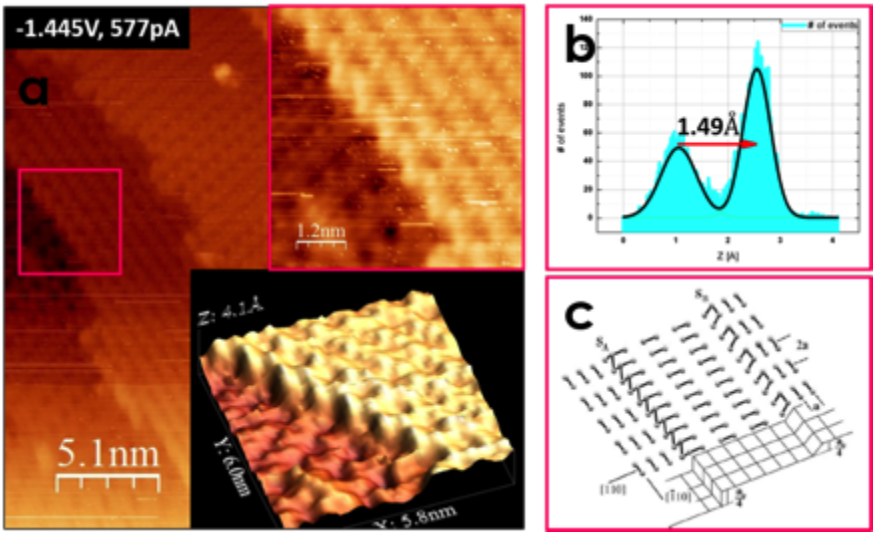
Wenmackers S., Vanpoucke DEP., Models and simulations in material science: two cases without error bars, STATISTICA NEERLANDICA, 66, 3, pp.339-355 (2012)

Wang J., Li M., Altman E. I., Scanning Tunneling Microscopy Study of Self-organized Au Atomic Chain Growth on Ge(001), Phys. Rev. B, 70, 233312, (2004).

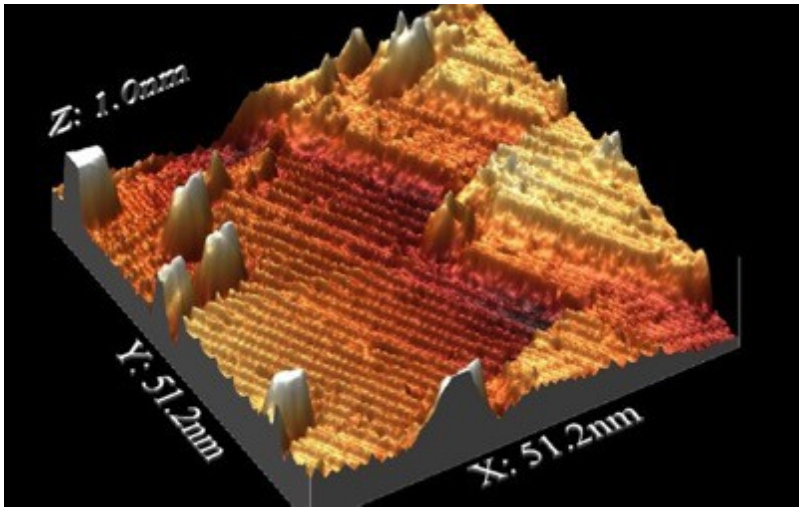
Wei Z., Lim H., Lee G., Guided Self-assembly of Unidirectionally Oriented Quasi-one-dimensional 3,4,9,10–perylene-tetracarboxylic-dianhydride Chains Using Surface Nanowires, Appl. Phys. Lett., 98, 071912, (2011).

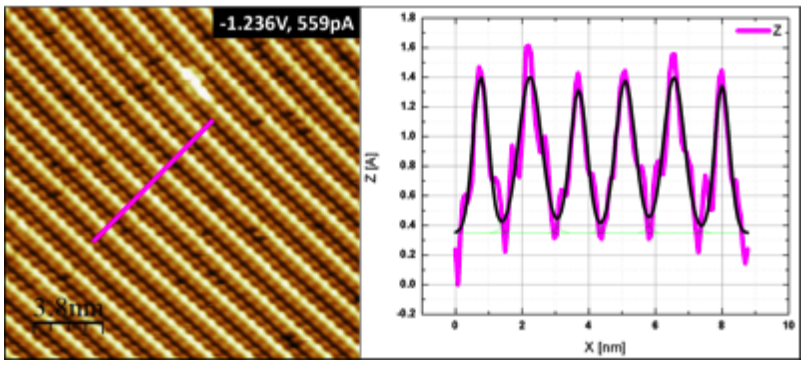


1) UYV TTM sistemi.



2) Ge(001) yüzeyi





3) Ge(001) yüzeyinde Pt kaynaklı oluşan nanoteller

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Doç. Dr. OĞUZHAN GÜRLÜ
Proje No:	112T818
Proje Başlığı:	Yarıiletken Yüzeylerinde Metalik Nanotellerin Oluşturulması, Manipülasyonu Ve Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi
Proje Türü:	Uluslararası
Proje Süresi:	36
Araştırmacılar:	
Danışmanlar:	MEHMET ERBUDAK
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	İSTANBUL TEKNİK Ü. FEN-EDEBİYAT F. FİZİK MÜHENDİSLİĞİ B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	01/05/2013 - 01/05/2016
Onaylanan Bütçe:	464020.0
Harcanan Bütçe:	399580.0
Öz:	Bu projede 5x10-10 mbar?dan daha düşük basınç altında çalışan bir ultra yüksek vakum taramalı tünelleme mikroskopi (UYV-TTM) sistemi işlevsel hale getirilerek, UYV koşullarına Ge(001) kristalleri hazırlanmıştır. Proje kapsamında imal edilen atomik platin buharlaştırıcılar ile Ge(001) yüzeyleri bir kaç atomik atman Pt kaplanarak Ge(001) yüzeylerinde Pt-Ge yüzeye sıkışmış fazları elde edilmiş ve bu fazlar üzerinde tek atom kalınlığından atomik zincirler oluşturulmuştur. Bu proje, ilgili kristal hazırlama süreçlerinin, UYV sisteminin kurumundan kristallerin ve atomik yapıların hazırlanmasına kadar olan prosedürlerin, bilgi birikiminin ülkemize kazandırılmasını sağlamıştır. Yapılan çalışmalarda bu atomik zincirlerin üzerine kurulu olduğu Pt-Ge kompozit terasların atomik yapılarının anlaşılmasına yönelik TTM verileri elde edilerek literatürdeki boşlukların doldurulması yönelik çalışmalar yürütülmüştür. UYV-TTM verisi sayesinde Pt-Ge kompozit terasların elektronik yapısının Pt miktarına göre oldukça değişken olduğu, atomik zincirlerin üzerlerinde kurulu olduğu beta terasların çift katman olmak zorunda olduğu, literatürde önerilen Pt zincir modellerinin Ge terasları içerisindeki Pt atomlarından oluştuğu ve atomik zincirlerin üzerlerinde oluştuğu beta teraslarının üzerlerinde sadece gamma bölgesi olarak adlandırdığımız kesimlerde oluştuğu gösterilmiştir. Ayrıca yaptığımız ortak çalışmalar Pt-Ge sistemine oluşan atomik zincirlerin Pt atomlarından değil de Ge dimerlerinden oluştuğunu destekler yönde olmuştur. Projede işletilen UYV-TTM sistemi sayesinde pek çok yeni projeye başlama imkânı ortaya çıkmıştır.
Anahtar Kelimeler:	Taramalı Tünelleme Mikroskopisi, Ultra Yüksek Vakum, Ge(001), Pt nanoteller, atomik manipülasyon
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır
Projeden Yapılan Yayınlar:	1- Manipulation of atomic chains on Ge(001) surface (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum),

TÜBİTAK