İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ÇOKLU FREKANSLI ATOMİK KUVVET MİKROSKOBU VE UYGULAMALARI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ramazan ŞAHİN

Anabilim Dalı : Fizik Mühendisliği

Programı : Fizik Mühendisliği

TEMMUZ 2009

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ÇOKLU FREKANSLI ATOMİK KUVVET MİKROSKOBU VE UYGULAMALARI

YÜKSEK LİSANS TEZİ
Ramazan ŞAHİN
(509071113)

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 27 Temmuz 2009
Tezin Savunulduğu Tarih : 29 Temmuz 2009

Tez Danışmanı : Doç. Dr. H. Özgür ÖZER (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Ahmet ORAL (SÜ)
Yrd. Doç. Dr. Oğuzhan GÜRLÜ (İTÜ)

TEMMUZ 2009

Aileme,

ÖNSÖZ

Çalışmalarımda benden maddi ve manevi desteğini esirgemeyen danışmanım Doç.Dr. H.Özgür ÖZER'e, yaptığım çalışmalarda sahip olduğu teknik imkanlarından sınırsız kullanmama izin veren Prof.Dr. Ahmet ORAL' a, anlamakta zorluk çektiğim problemleri ayrıntılı olarak açıklayan Yrd.Doç.Dr. Oğuzhan GÜRLÜ' ye, örnek hazırlama ve temin etme konusunda destek veren Prof.Dr. Candan TAMERLER ve Mustafa ÜRGEN' e, akademisyenliğe adım attığım bu yolda verdiği bursla beni destekleyen TÜBİTAK' a, her türlü derdimi dinleyen ve ufkumu genişletmek adına çaba gösteren Prof.Dr. Nuri ÜNAL ve Yrd.Doç.Dr. Yusuf SUCU 'ya, zorlu mücadelemde başarılı olacağıma inanan Ahmet Duran ve ailesine, büyüğüm olarak tecrübelerini aktaran ve moral veren arkadaşım Senem DONATAN' a, bilgisini benimle paylaşmaktan kaçmayan sevgili arkadaşım Ümit ÇELİK' e, yüksek lisans programına kayıt yaptırdığım andan itibaren beni destekleyen İTÜ Fizik Mühendisliği Programı öğretim üyelerine, son olarak hayatta varolma nedenim olan canımdan çok sevdiğim aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Mayıs 2009 Ramazan ŞAHİN

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ ..... **v**
İÇİNDEKİLER ..... **vii**
KISALTMALAR ..... **ix**
ÖZET ..... **xiii**
SUMMARY ..... **xv**
1. GİRİŞ **1**
1.1 Tezin Amacı 2
1.2 Literatür Özeti 2
2. ATOMİK KUVVET MİKROSKOBU **5**
2.1 Giriş 5
2.2 Yay-İğne Sistemi 6
2.3 Yayın Sapmalarının Ölçülmesi 10
2.4 Piezoelektrik Tarayıcı 14
2.5 Ölçülen Kuvvetler 15
2.5.1 Kimyasal kuvvetler 16
2.5.2 Van der waals kuvveti 17
2.5.3 Manyetik kuvvetler 18
2.5.4 İtici kuvvetler 18
2.5.5 Elektrostatik kuvvetler 19
2.5.6 Spektroskopi 20
3. AKM ÇALIŞMA MODLARI **21**
3.1 Giriş 21
3.2 Kontak Mod 22
3.3 Yarı-Temas Mod 23
3.4 Kontak Dışı Mod 25
4. ÇOKLU FREKANSLI ATOMİK KUVVET MİKROSKOBU **31**
4.1 Teori 32
4.2 Deneysel Düzenek 34
4.2.1 Alçak-Geçirgen filtre ve Yüksek-Geçirgen filtre 34
5. SONUÇLAR **43**
5.1 Sistemin Optimizasyonu 43
5.2 Tek Frekanslı ve Çoklu frekanslı AKM ile Elde Edilen Sonuçlar 45
5.3 Karşılaştırma ve Yorumlar 69
KAYNAKLAR **73**
ÖZGEÇMİŞ **77**

KISALTMALAR

AKM : Atomik Kuvvet Mikroskobu
TTM : Taramalı Tünelleme Mikroskobu
TUM : Taramalı Uç Mikroskobu
DM-AKM : Dinamik Mod Atomik Kuvvet Mikroskobu
NC-AKM : Kontak Dışı Atomik Kuvvet Mikroskobu
GM : Genlik Modülasyonu
FM : Frekans Modülasyonu
PZT : Piezo Tüp Tarayıcı
C-AKM : Kontak Mod Atomik Kuvvet Mikroskobu
MKM : Manyetik Kuvvet Mikroskobu
ÇF-AKM : Çoklu Frekanslı Atomik Kuvvet Mikroskobu
İTÜ : İstanbul Teknik Üniversitesi
AFM : Atomic Force Microscopy
Nc-AFM : Non-contact Atomic Force Microscopy
C-AFM : Contact Mode Atomic Force Microscopy
Mf-AFM : Multi-frequency Atomic Force Microscopy
SÜ : Sabancı Üniversitesi

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1: TTM Şeması 5
Şekil 2.2: AKM Şeması 6
Şekil 2.3: Yay-İğne Sisteminin Elektron Mikroskobu Görüntüsü 8
Şekil 2.4: AKM' deki Sapmaların TTM İle Belirlenmesi 10
Şekil 2.5: Optik Demet Yöntemi 13
Şekil 2.6: AKM Şeması 13
Şekil 2.7: Piezoelektrik Malzemenin Davranışı 14
Şekil 2.8: Silindirik Tüp Piezo 14
Şekil 2.9: Küresel İğne- Düz Yüzey 17
Şekil 3.1: F-d Grafiği 21
Şekil 3.2: Kontak Mod Şeması 23
Şekil 4.1: Yayın İlk İki Rezonans Frekansındaki Hareketi 33
Şekil 4.2: Alçak-Geçirgen Filtre 35
Şekil 4.3: Yüksek-Geçirgen Filtre 35
Şekil 4.4: Çoklu Frekanslı GM-AKM için Çalışma şeması 36
Şekil 4.5: Çoklu Frekanslı FM-AKM için Çalışma şeması 36
Şekil 4.6: Yayı Titreştiren Sürücü Sinyalin Osiloskop Görüntüsü 37
Şekil 4.7: Yayı Titreştiren Sürücü Sinyalin FFT Görüntüsü 38
Şekil 5.1: Blu-Ray Disk Topografi (A=300 mV) 44
Şekil 5.2: Blu-Ray Disk Topografi (A=350 mV) 44
Şekil 5.3: Blu-Ray Disk Topografi (A=400 mV) 44
Şekil 5.4: Blu-Ray Disk Topografi (A=450 mV) 45
Şekil 5.5: Blu-Ray Disk Yüzeyinin Görüntüsü 45
Şekil 5.6: Blu-Ray Disk Genlik Modülasyonu ÇF-AKM Görüntüleri 46
Şekil 5.7: Blu-Ray Disk Genlik Modülasyonu ÇF-AKM Görüntüleri (2) 47
Şekil 5.8: Blu-Ray Disk Genlik Modülasyonu ÇF-AKM Görüntüleri (3) 48
Şekil 5.9: Blu-Ray Disk Genlik Modülasyonu ÇF-AKM Görüntüleri (4) 49
Şekil 5.10: Blu-Ray Disk Genlik Modülasyonu ÇF-AKM Görüntüleri (5) 50
Şekil 5.11: Temiz Au(111) Yüzeyi 51
Şekil 5.12: Au(111) Yüzey 3-D Görüntüsü 51
Şekil 5.13: Mika Yüzeyindeki Fibriller 52
Şekil 5.14: Mika Yüzeyindeki Fibriller (2) 52
Şekil 5.15: Temiz Au(111) yüzeyi 53
Şekil 5.16: Temiz Au(111) Yüzeyi 53
Şekil 5.17: Çoklu-frekanslı NC-AFM Görüntüsü 55
Şekil 5.18: Blu-Ray Disk FM-AKM Görüntüsü 56
Şekil 5.19: Blu-Ray Çoklu Frekanslı FM-AKM Görüntüsü 57
Şekil 5.20: Blu-Ray Çoklu Frekanslı FM-AKM Görüntüsü(2) 59
Şekil 5.21: Au(111) Çoklu Frekanslı FM-AKM görüntüsü 59
Şekil 5.22: Temiz Au(111) Yüzeyi 60
Şekil 5.23: Au(111) Yüzeyinde Protein 61

Şekil 5.24: Au(111) Yüzeyinde Protein (2) 62
Şekil 5.25: Au(111) Yüzeyinde Protein (3) 62
Şekil 5.26: Au(111) Yüzeyinde Protein (4) 63
Şekil 5.27: 80 Gb HDD Görüntüsü (2x2 μm^2) 64
Şekil 5.28: Çoklu Frekanslı MKM 80 Gb HDD Görüntüsü (1) 65
Şekil 5.29: Çoklu Frekanslı MKM 80 Gb HDD Görüntüsü (2) 65
Şekil 5.30: Çoklu Frekanslı MKM 80 Gb HDD Görüntüsü (3) 66
Şekil 5.31: Çoklu Frekanslı MKM 80 Gb HDD Görüntüsü (4) 67
Şekil 5.32: Çoklu Frekanslı MKM 80 Gb HDD Görüntüsü (5) 67
Şekil 5.33: 80 Gb HDD Çoklu Frekanslı FM-AKM Görüntüsü..... 68
Şekil 5.34: 80 Gb HDD Çf-MKM Görüntüleri..... 69

ÇOKLU FREKANSLI ATOMİK KUVVET MİKROSKOBU VE UYGULAMALARI

ÖZET

Taramalı Uç Mikroskopları son 30 yıldır yüzey fiziği çalışmalarında etkili olmaktadır. Taramalı Tünelleme Mikroskobu iletken örneklerin yüzeyindeki atomları görüntülemeyi sağlamaktadır. 1986 da Binnig, Quate ve Gerber yeni bir teknik olan Atomik Kuvvet Mikroskobunu icat ettiler [1]. TTM yüzeyde Fermi Enerjisine yakın olan atomların durum yoğunluğunu gösterirken, AKM Fermi enerji seviyesine kadar olan toplam elektron yoğunluğu hakkında bilgi verir. Bu teknik iğne ile yüzey arasında oluşan etkileşim kuvvetini ölçtüğünden hem yalıtkan örnekler hem de iletken örnek yüzeyleri görüntülenebilmektedir. Görüntülemedeki sıkıntılar ve yüzeyden tamamlayıcı bilgileri alma isteği Atomik Kuvvet Mikroskobu' nun evriminde rol oynayan etkenlerdir.

Son zamanlarda AKM yeni bir evrimle karşı karşıyadır, tekli sürücü frekansından çoklu sürücü frekansına. Bu tekniğin teorisi hakkında literatürde çok sayıda yayın bulunmaktadır [2]. Farklı kimyasal kompozisyonlar içeren birçok malzeme üzerinde yapılan çalışmalarda çoklu frekanslı AKM' nin düzlemsel çözünürlüğü artırdığı ve kuvvet ölçüm hassasiyetini geliştirdiği gösterilmiştir. Örneğin, Çoklu frekanslı AKM ile farklı kimyasal yapıları içeren malzemelerde yapılan çalışmalarda, tekli frekansta Genlik Modülasyonu AKM' ye göre 10 kat iyi hassasiyette faz ölçümü gerçekleştirilmiştir [3]. Stark ve diğ. bu metodu yüzeydeki yüklü parçacıkları görüntülerken elektriksel ve mekaniksel etkileşimler arasındaki ayrımı yapabilmek için kullanmıştır [4]. Çoklu frekanslı AKM' de genellikle yay-iğne grubu, yayın ilk iki rezonans frekansında titreştirilir. Uyarma sinyalleri yayın ilk iki doğal rezonans frekansına eşleştirilir. Birinci rezonans frekansına ait çıkış sinyali aynen Genlik Modülasyonu AKM' de olduğu gibi yüzeyin topografisini belirlemede kullanılırken, ikinci rezonans frekansına ait çıkış sinyali ise örnek yüzeyinin elektriksel, mekaniksel ya da manyetik özelliklerini belirlemede kullanılır.

Kontak dışı AKM' de, Frekans Modülasyonu tekniği, yayın rezonans frekansında titreştirilmesini sağlamak için kullanılır. Bu yüzden Kontak Dışı AKM' ye Frekans Modülasyonu AKM' de denebilir. Kontak dışı AKM' nin en önemli yanı yüksek rezonans frekanslı yay kullanıldığında çok iyi sonuçlar vermesidir. Ayrıca titreşen iğne-yay grubuna ait termal gürültü $\frac{1}{\sqrt{Q}}$ ile orantılı olarak azalmaktadır [5].

Bu tez için yapılan çalışmalarda, görüntüleme üzerinde rol oynayan parametreleri anlamak için Atomik Kuvvet Mikroskobu' nun fiziksel temelleri ve çalışma prensibi teorik olarak incelendi. Daha sonra AKM' nin farklı çalışma modları değişik birçok örnek üzerinde denendi, örneğin Kontak Mod Atomik Kuvvet Mikroskobu, Yarı-Temas Mod AKM, Kontak Dışı AKM, Manyetik Kuvvet Mikroskobu ve bu çalışma tekniklerinin Çoklu Frekanstaki uygulamaları. Çoklu frekanslı AKM' ye sahip olmak için, Atomik Kuvvet Mikroskobu' nu iki tane dijital Faz Kilitlemeli Döngü (PLL), yüksek frekansı geçiren ve alçak frekansı geçiren filtrelerle destekleyerek modifiye ettik. Birinci ve ikinci rezonans frekansına ait genliklerin oranlarını değiştirerek

Genlik Modülasyonu AKM çalışma modunda ve Manyetik Kuvvet Mikroskobu ile değişik örnekler üzerinde birçok deneyler yaptık. Çoklu frekanslı Genlik Modülasyonu AKM' nin daha iyi kuvvet ölçme hassasiyeti olanağı verdiği söylenmesine rağmen bazı dezavantajları vardır. Örneğin, yayın hareketinin lineer olmaması, iğnenin yüzeye yapışmasından dolayı gecikmesi, viskoelastisite veya enerji kaybı bunların bazılarıdır [6].

Bu nedenle, Atomik Kuvvet Mikroskobunu iki dijital PLL ile destekledikten sonra Frekans Modülasyonu AKM tekniği ile çalıştırdık. PLL' lerden biri birinci rezonans frekansına eşleştirildi. Yüzey-iğne etkileşmelerinden dolayı rezonans frekansındaki kaymalar iğne-yüzey arası mesafenin kontrolü için geri besleme mekanizmasına gönderildi. Birinci rezonans frekansındaki kaymalar yüzeyin topografisini belirlemede kullanılırken, ikinci PLL yayın ikinci rezonans frekansına eşleştirildi ve ikinci rezonans frekansındaki kaymalar ve hata sinyalinin yüzey haritası elde edildi. Bu tezde Tekli sürücü frekanslı AKM ile Çoklu Frekanslı AKM arasındaki belirgin farklılıklar incelenip bu çalışma şekillerinin optimizasyonu yapılmıştır.

MULTİ-FREQUENCY ATOMİC FORCE MİCROSCOPY AND ITS APPLICATIONS

SUMMARY

Scanning Probe Microscopy has been influential in surface science studies in the last three decades. Scanning Tunneling Microscope (STM) allowed imaging individual atoms on conducting surface. Binning, Quate and Gerber invented a new tool, Atomic Force Microscopy (AFM), in 1986 [1]. While STM can image Local Density of States near Fermi Level, AFM can see all the atoms up to Fermi Level. In this technique both insulators and conductors can be imaged because it does work by measuring force interactions between the probe and the sample surface. Restrictions on imaging processes and obtaining complementary information from the sample surface are the driving forces and shape the evolution of the AFM.

Recently, AFM has been experiencing a new evolution from single frequency excitation to multifrequency and there are reports in the literature on the theory of this method [2]. Multifrequency AFM (Mf-AFM) has shown noticeable improvement on sensitivity of the microscope with a high spatial resolution demonstrated on a variety of heterogeneous materials. Compositional maps of conjugated molecular materials show a contrast an order of magnitude higher than one achieved in amplitude modulation AFM [3]. Stark *et al*. have used this method to minimize cross-talk between mechanical and electrical interactions while imaging charge patterns in electrets [4]. Generally, in multifrequency AFM the cantilever is excited at its first two resonance frequencies (Bimodal operation). The excitation frequencies are tuned to match the first and second resonance frequencies of the cantilever. The output signal of the first resonance frequency is used to image topography as in the amplitude modulation AFM while second is used to image mechanical, electrical or magnetic properties of the sample surface.

In NC-AFM, a frequency modulation (FM) technique is applied in order to maintain the cantilever vibrating at its eigen-frequency f_0 by means of a self-excitation generator. Hence the acronym FM-AFM relates explicitly to the NC-AFM detection method. The most interesting feature of NC-AFM is that using of a highly resonant oscillator leads to a better sensitivity to the surface, as the thermal noise of the oscillating probe diminishes as $1/\sqrt{Q}$ [5].

In this study, fundamental concepts and physical principles of Atomic Force Microscopy (AFM) were studied theoretically in order to understand which parameters act on imaging process. Then, different operating modes of AFM were examined such as, Contact Mode Atomic Force Microscopy (C-AFM), Tapping Mode AFM, Non-Contact Mode AFM, Magnetic Force Microscopy and their multifrequency applications modes. We modified our AFM with two digital PLL and additional several Low-pass, High-pass filters in order to oscillate the cantilever in Bimodal Operation. We carried out variety of experiments by changing amplitude ratio (A_2 /A_1) of first and second resonance frequencies of the cantilever in amplitude

modulation AFM. Even though Multifrequency Amplitude Modulation AFM achieved better sensitivity; there are some disadvantages, such as non-linear features in the dynamics of the tip motion, adhesion hysteresis, viscoelacticity or electronic dissipation [6].

Therefore, we built a Multifrequency NC-AFM setup by using two digital Phase Locked Loops (PLL). While the Tip interacts with the sample surface, resonance frequency of the cantilever shifts because of the force gradient. One of the PLLs was locked to the first resonance frequency of cantilever and used to give the frequency shift as the feedback signal for the regulation of the tip-sample separation. While the shift in the first resonance frequency was used to generate the topographic image of the sample surface, other PLL was locked to the second resonance frequency and we obtained the frequency shift and dissipation maps of the surface. In addition to these studies, Single frequency and Multifrequency Excitation methods were compared with a noticable difference.

1. GİRİŞ

1970'lerin başlarından beri gelişen Taramalı Uç Mikroskopları (TUM), yüzeyin topografik şeklini ve diğer fiziksel özelliklerini (elektriksel,manyetik haritası..) doğru bir şekilde belirlemede önemli rol almaktadır. TUM ailesinin her üyesinde bulunması gereken önemli bileşenler vardır; atomik seviyede sivri uçlu bir iğne, yüzeyden gelen bilgiyi toplayacak bir detektör, taramayı yapabilmek için gerekli elektronik ve mekanik devre. Ayrıca akustik, termal ve mekanik gürültü diye adlandırılan dış titreşimleri engellemek için yalıtım sistemi gereklidir. Yüzeyin özellikleri, z yönünde hareket edebilen tarayıcı ve örneğin x-y doğrultularında hareket edebilmesini sağlayan piezoelektrik tarayıcı sayesinde üç farklı doğrultuda belirlenir. Taramalı uç mikroskoplarının atası Taramalı Tünelleme Mikroskobudur. Bu mikroskobun çalışma temeli Kuantum Mekaniği ile açıklanabilen Tünel Olayı' na dayandığından, incelenecek numune ya iletken ya da yarı-iletken olmalıdır. Çalışma alanının kısıtlı olması yeni teknikler geliştirilmesine vesile olmuş ve bu mikroskoptan esinlenerek Atomik Kuvvet Mikroskobu elde edilmiştir. Bu teknikte görüntü oluşumu atomlar arası etkileşim kuvvetini ölçerek elde edilir. Böylece, iletken ya da yarı-iletken örneklerin yanı sıra bu teknik sayesinde yalıtkan örneklerle de çalışabilmek mümkündür.

Görüntüleme tekniğindeki sorunlar mikroskopların doğuşundan bugüne kadar gelişmesinde rol oynamıştır. Çözünürlüğü arttırmak, yüzeydeki tamamlayıcı bilgileri toplamak için kuvvet ölçüm hassasiyetini geliştirmek, alınan verilerin doğruluğunu saptamak bu devrime sebep olmuş temel amaçlardandır. Bu doğrultuda, AKM yeni bir teknikle güçlendirilmeye çalışılmaktadır, Çoklu Frekanslı Atomik Kuvvet Mikroskobu (ÇF-AKM). Bu teknik birden fazla ve farklı frekanslarda sürücü kuvvetini barındırır. Mikroskobun yüzeydeki tamamlayıcı bilgileri toplayabilme özelliğini artırmak için İğne-Yay topluluğu, eş zamanlı olarak yayın rezonans frekansının harmonikleriyle yada birden fazla titreşim modunun karışımı ile uyarılır. Böylece eş zamanlı olarak yüzeyden farklı bilgiler toplamaya olanak sağlamanın

yanı sıra, alınan görüntülerin doğruluğunu test etme ve eş zamanlı olarak yüzeyden birçok tamamlayıcı bilgiyi elde etme şansını yakalarız.

1.1 Tezin Amacı

Yüzey Fiziği ve Nanomekanik çalışmalarında oldukça geniş bir yere sahip olan Atomik Kuvvet Mikroskobu' nun performansını geliştirmek, çevre koşullarında çalışan ve birçok farklı modda (DM-AKM, NC-AKM, C-AKM, MFM…) görüntüleme yapabilen AKM ile değişik örnekleri incelemek, elde edilen verileri ÇF-AKM ile yapılan ölçümlerle karşılaştırmak ve dahası da geliştirilen AKM 'nin optimizasyonunu yapmak tezin başlıca amacıdır. Ayrıca, Çoklu Frekanslı AKM' nin düzlemsel çözünürlüğü ve kuvvet ölçüm hassasiyeti üzerine etkilerini incelemek diğer bir hedeftir. Dahası da, çevre koşullarında çalışan Çoklu Frekanslı AKM' yi Ultra Yüksek Vakum ortamında çalışabilir duruma getirecek düzeneği test edip bu düzenekle yapabileceğimiz görüntüleme hassasiyetini geliştirmek gelecek hedeflerimiz arasındadır.

1.2 Literatür Özeti

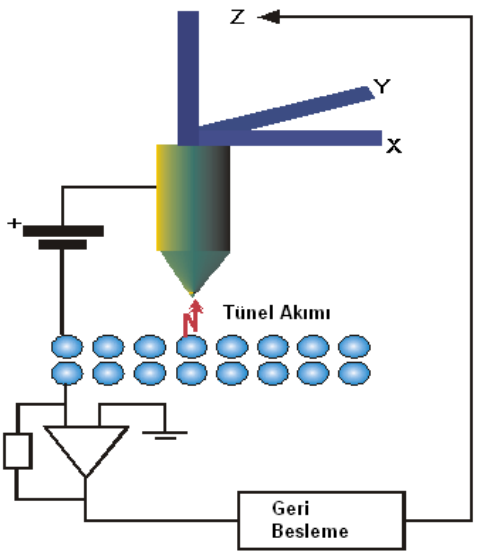
1986 yılında Binnig ve diğ. tarafından icat edilen AKM ile nanomekaniğin kapıları bilim dünyasına açılmıştır. AKM' nin icadından hemen 1 yıl sonra Binnig ve diğ. grafit yüzeyini görüntülemeyi başarmıştır. Gelişmeler, AKM' nin çevre koşullarında bile atomik çözünürlük sağlayabileceği inancını kazandırmıştır. Aynı yıl Mate ve diğ. AKM' nin yatay eksende sürtünme kuvvetinden faydalanarak yüzeyin haritasını verebileceğini göstermişlerdir. 1988' de Marti ve diğ. DL-Lösin amino asit kristalinin örgü yapısını görüntülemeyi başardılar. Bundan 2 yıl sonra Meyer ve Amer ultra yüksek vakum ortamında NaCl (001) yüzeyinin örgü yapısını görüntülemeyi başardı. Bu gelişme insanları AKM' nin atomik boyutta çözünürlük alabileceğine inandırdı. 1991 yılında Meyer ve diğ. ile başlayan ince film görüntüleme süreci ertesi yıllarda Mann ve diğ. devam ettirdi ve hatta elektrokimyasal reaksiyonları sıvı içerisinde gözlemleme çalışmaları da AKM ile yapılabildi. 1993 yılında Fujisawa ve diğ. AKM' yi atomlar arası yatay kuvvetleri ölçmede kullandılar ve bilinen sürtünme kuvveti yasasından faydalanarak yüzeyin 3 boyutlu şeklini belirlemeyi başardılar. Fakat, Kontak Mod ile yapılan çalışmaların

yüzey kusurlarını belirlemedeki yetersizliğini Pethica ve Oliver fark etti. Bunu, AKM' nin tarama iğnesinin yüzeye değdiği kısmının alanının, bir atomun kapladığı alandan daha büyük olabileceği ihtimali ile açıkladılar. Çok güçlü itici kuvvetler yüzünden bu durumun yüzeyi bozacağı ve alınan görüntünün güvenilir olmayacağını açıkladılar. 1992' de bu durumu deneysel olarak Giessible ve Binnig KBr yüzeyinde UYV ortamında gözlemlemişlerdir. AKM' nin atomik boyutta çözünürlük alabileceğine inanmak için TTM' de olduğu gibi örneğin Si(111) 7x7 yüzeyinin görüntüsünü almak gerekliydi. 1995 yılında Giessible, Kitamura ve Iwatsuki oda sıcaklığında ve UYV ortamında NC-AKM modunu kullanarak Si(111) 7x7 yüzeyinin görüntüsünü almayı başardılar. Fakat sonuçlar istenildiği kadar güzel değildi. Aynı yıl Ueyama ve diğ. InP(110) yüzeyindeki atomik kusurları, NC-AKM kullanarak daha güzel sonuçlar elde ettiler. Bu sonuçlar UYV ortamında çalışan NC-AKM' nin doğru bir şekilde atom boyutunda çözünürlük aldığı konusunda güvenilirliği artırdı. Görüntüleme başarıldıktan sonra çalışmalar süreci geliştirmeye yönelik şekilde devam etmiştir. Düzlemsel çözünürlük ve ölçülen kuvvet hassasiyetini artırmak ve bu teknikteki kısıtlamaları ortadan kaldırmak AKM' nin devriminde büyük rol oynamıştır. 1996 ve 2007 yılları arasında yapılan birçok çalışmada, moleküler seviyede düzlemsel çözünürlüğü ve hassasiyeti arttırma ihtiyacı frekansın yüksek harmoniklerinde ya da diğer bükülgen modlarında çalışma gereksinimini doğurmuştur. Son zamanlarda, AKM yeni bir değişimle karşı karşıyadır; tek sürücü frekansından çoklu sürücü frekansına. Geçtiğimiz iki yılda, görüntüleme konusunda birçok avantaj sağlayan bu teknikle değişik çalışmalar yapılmıştır ve bu konu üzerine çalıştaylar, konferanslar düzenlenmiştir. J.R. Lozano ve R. Garcia 2008' de yayınladıkları 'Theory of Multifrequency Atomic Force Microscopy' adlı çalışmayla bu tekniğin temellerini vermişlerdir.

2. ATOMİK KUVVET MİKROSKOBU

2.1 Giriş

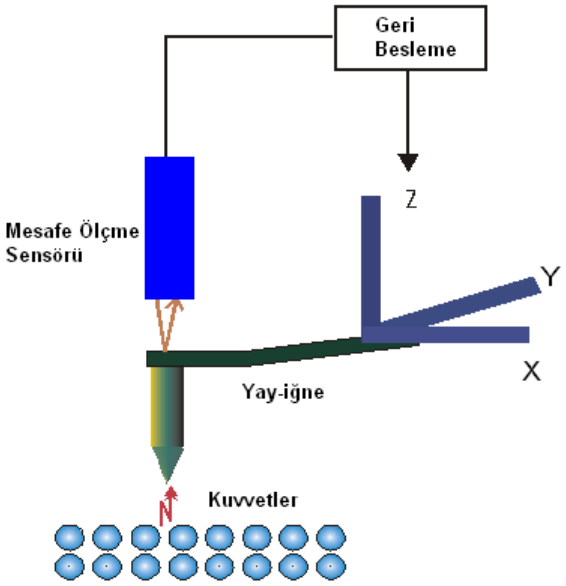
Taramalı Tünelleme Mikroskobu iletken yüzeylerde atomları görüntülemeyi başarabilmektedir. Tünel akımındaki iğne ile yüzey arasındaki mesafeye göre üstel azalma, akımın sadece yüzeydeki ve iğnedeki en yakın atomlar arasında gerçekleşeceğini garanti eder. Bu özellik mesafeye monoton şekilde bağlı olduğundan geri besleme mekanizması kolayca kontrol edilebilir. Nanoamper mertebesindeki akım mütevazı bir deneysel düzenekle bile az bir gürültü seviyesiyle ölçülebilir.



Şekil 2.1: TTM Şeması

Yalıtkan yüzeylerde de aynı hassasiyette görüntü alabilmek için Binnig, Quate ve Gerber 1986 yılında TTM' ye benzeyen Atomik Kuvvet Mikroskobunu geliştirdiler. AKM' de iğne-yay sistemi, örnek yüzeyinde piezoelektrik malzeme sayesinde tarama yapar. Tarama piezoelektrik malzemeye verilen voltaj sayesinde olur. Örnek ve tarama iğnesi arasında yer alan atomlar arası etkileşme kuvveti sebebiyle iğne-yay sisteminde sapmalar meydana gelir. Bu sapmalar optik ya da elektriksel yöntemlerle

belirlenir ve daha sonra geri besleme mekanizmasına gönderilir ve görüntü elde edilirken referans olarak kullanılır.



Şekil 2.2: AKM Şeması

AKM' nin kalbi niteliğinde olan iğne-yay sistemi kuvvet sensörü olarak görev almaktadır ve ölçtüğü kuvvetler sayesinde yüzeyin fiziksel özellikleri ve topografisi belirlenir. Pertürbasyon teorisine bağlı hesaplamalar tünel akımının iğne-yüzey arası etkileşim kuvvetine direkt olarak ilişkili olduğunu öngörse de, eş zamanlı yapılan TTM/AKM deneylerinde alınan sonuçlar tünel akımının ve etkileşim kuvvetinin farklı fiziksel bilgiler verdiği ve sonuçlar arasında ciddi farklılıklar bulunduğu anlaşılmıştır. AKM Fermi Enerji düzeyine kadar olan elektron durum yoğunluğunu görürken, TTM sadece Fermi Enerjisi seviyesi civarındaki elektron durum yoğunluğunu görebilmektedir. Stefan Hembacher ve diğ. bu olayı grafit yüzeyinin eş zamanlı TTM/AKM görüntüsünü alarak ispatlamışlardır [7].

2.2 Yay-İğne Sistemi

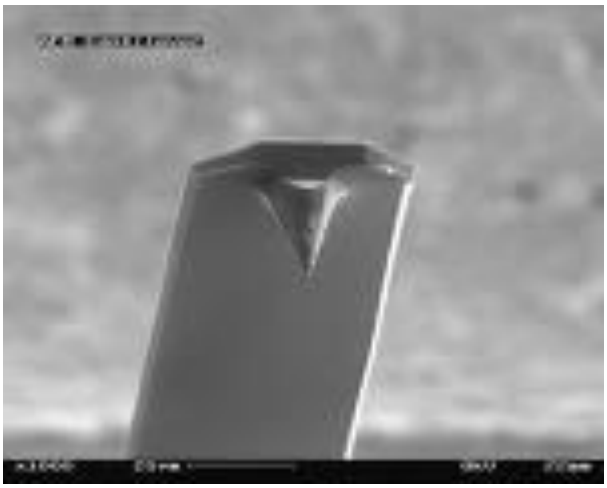
Kullanılacak yay kuvvet sensörü görevi yapacağından AKM' nin en önemli bileşenlerinden biridir. AKM' nin çalışmasında kullanılan iki temel mod vardır, Statik ve Dinamik Mod. Statik mod' da iğne yüzeye yaklaştırılır ve yüzeyle iğne arasında etkileşim kuvveti oluşması sağlanır. Bu etkileşme kuvvetinin etkisiyle yayda oluşan sapmalar ölçülerek kuvvetin büyüklüğü hakkında bilgi edinilir.

Yayın, etkileşme kuvvetine göre maksimim titreşim genliğini vermesi yaydaki sapmayı ölçmek açısından faydalı olacaktır. Bu da demek oluyor ki kullanılan yay mümkün olduğunca yumuşak yani yay sabiti küçük olmalıdır. Fakat çevreden kaynaklanan mekanik ve termal gürültü ayrıca yüzeyle etkileşim halindeyken yanal kuvvetlerin var olması doğru etkileşim kuvveti ölçümünü engellemektedir. Diğer bir dezavantajı ise kullanılan yay yumuşak olduğunda çekici Van der Waals kuvvetleri sebebiyle iğnenin kontrolsüz şekilde yüzeyle temasa geçmesidir. Bu sebeple daha yüksek yay sabitine sahip olan yani bükülmezliği fazla yayların kullanılması gerekmektedir. Fakat bu seçiminde bazı dezavantajları vardır. Örneğin bükülmezliği fazla yaylar kullanıldığında kuvvet ölçüm hassasiyeti azalacak ve çözünürlük düşecektir çünkü küçük kuvvet, yayda küçük sapmalara neden olacak ve bu küçük sapmaları belirleyecek detektör sistemimiz doğru sonuçlar veremeyecektir.

Dinamik Mod ise Zoruna Harmonik Salınıcı' da olduğu gibi, yay-iğne sistemi dış kuvvetin etkisiyle titreştirildiği ve daha sonra iğnenin yüzeyle etkileşim yapılması sağlandığı metoddur. Dinamik modda yay temel rezonans frekansında titreştirilir ve bu durumda 1/f gürültü oranı ihmal edilebilir. Titreşim esnasında iğne ile yüzey arasındaki temas sürekli kırılacağından yanal kuvvetlerin etkisi de azaltılmış olur. Son zamanlarda yaylar yüzlerce kat daha sert yapılabilmektedir. Güçlü kuvvetlerin varlığında bile yüzeye kararlı yaklaşılmasına olanak sağlamasıyla, bu işlem düzlemsel çözünürlüğün artmasına sebep olmaktadır.

AKM' de kullanılan iğnenin eğrilik yarıçapı yaklaşık olarak 10 nm civarındadır. Bu iğne uzunluğu 100~200 μm civarında olan bir desteğe (yay) tutturulmuş şekildedir. Elde edilen sonuçların çözünürlüğü etkin iğne boyutuyla, yüzeyden uzaklığıyla ve aradaki etkileşme kuvvetinin mesafeye olan ilişkisiyle değişmektedir.

AKM' nin ilk yıllarında yaylar metal ince saclardan kesilir, sivri iğne için ise elmas parçacıkları ile metal sacın üzerinde çıkıntı oluşturularak elde edilirdi. Elmas parçacıkları saç kılı ile toplanır ve dikkatli bir şekilde yayın ucuna yapıştırılırdı. Bu işlemler teknolojinin ilerlemesi ile değişti. Albrecht ve diğ. 1990 yılında standart mikro fabrikasyon teknik kullanarak birçok şekilde iğne-yay sistemi yapmayı başardı.



Şekil 2.3: Yay-İğne Sisteminin Elektron Mikroskobu Görüntüsü

Görüntü oluşumunda başrol oynayan iğne-yay sisteminin iyi sonuçlar vermesi için bazı özelliklere sahip olması gerekmektedir. Yay esnek ve bükülgen olmalı ve yay sabiti yaklaşık 0,01~100 N/m mertebesinde olmalıdır. Bu özellikler bize etkileşim kuvvetinin nN mertebesinde ölçülmesi şansını kazandırmaktadır.

$$f^2 = \frac{0{,}314\ E\ I}{L^4\ \rho\ S} \qquad \textbf{(2.1)}$$

$$k = \frac{3\ E\ I}{L^3} \qquad \textbf{(2.2)}$$

$$k = 9{,}57\ \rho\ L\ S\ f^2 = 9{,}57\ m\ f^2 \qquad \textbf{(2.3)}$$

Denklemlerde görülen f, E, I, L, ρ, S, k, m ifadeleri sırasıyla yayın rezonans frekansı, Young Modülüsü, Eylemsizlik Momenti, yayın uzunluğu, özkütlesi, yüzey alanı, yay sabiti ve yayın kütlesini göstermektedir.

Daha küçük kuvvetleri ölçebilmemiz için yay sabitini azaltmak gerekmektedir. Fakat bunu yaparken mekanik gürültülerin sistemimize karışmaması ve kuvvet ölçümünde AKM' yi sınırlamaması için rezonans frekansını artırmamız gerekmektedir ki bunuda denklemden görüldüğü gibi yayımızın kütlesini azaltarak başarabiliriz. Buda demek oluyor ki kullanılan yayı ne kadar küçük yaparsak rezonans frekansımız o kadar büyük olacaktır. Yayın sahip olması gereken bir başka özellik ise yatay ve düşey yönlerde farklı bükülmezliklerde olmasıdır. Aksi takdirde AKM' yi itici kuvvetler bölgesinde çalıştırmak istediğimizde, yataydaki sürtünme kuvvetleri görüntü oluşumunda yanlışlık yapılmasına sebep olacaktır. Dolayısıyla kullanılacak yayın

geometrisini doğru seçmek ve yay sabitini iyi belirlemek bizi yanlışlıklardan uzaklaştıracaktır.

Yatayda yüksek bir yay sabitine sahip olmak için farklı geometrilerde yaylar kullanılmıştır. Yatay direnç, yanal yay sabitinin normal yay sabitine oranı olarak tanımlanır ve bu parametre Young Modülüsünden ve yayın kalınlığından bağımsızdır. Üçgen yayların yatay kuvvetlere karşı daha dirençli olacağı düşünülmesine karşın, John E. Sader 2003 yılında yayınladığı çalışması ile dikdörtgen şeklindeki yayların yatay kuvvetlere olan direncinin daha fazla olduğunu göstermiştir [8].

Yay sabitini doğru belirlemek kuvvet ölçümündeki can alıcı noktalardan birisidir. Yay sabitini hesaplamada kullanılan bazı yöntemleri vardır. Örneğin yay sabitini termal yolla;

$$\frac{1}{2}\, k < z >^2 = \frac{1}{2}\, k_B\, T \qquad \textbf{(2.4)}$$

ifadesinin yardımıyla hesaplayabiliriz. Yaydaki sapmaları ve ortamın sıcaklığını doğru şekilde ölçmek bize yay sabitini hesaplama olanağı verir.

<z>: Titreşim genliğinin ortalaması

k_B : Boltzman Sabiti

Diğer bir yöntem ise yayın geometrisinden yararlanarak hesaplamaktır;

$$k = \frac{E}{4} w \left(\frac{t}{l}\right)^3 \qquad \textbf{(2.5)}$$

E: Young Modülüsü ($3.1x10^{11}\ Pa\ Tungsten\ için$)

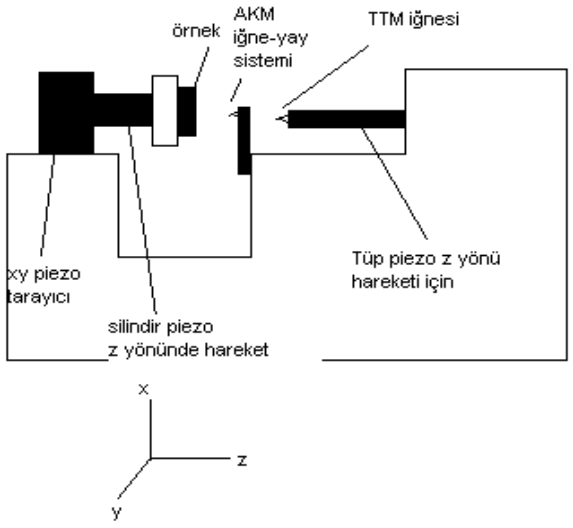
w, t, l: Sırasıyla yayın genişliği, kalınlığı ve uzunluğunu temsil etmektedir.

Ayrıca kütle ekleme yöntemi ve direkt ölçme yöntemi ile de yay sabiti belirlenebilir. Yayımızın uzunluğu ve genişliği optik mikroskop sayesinde kolayca ölçülebilirken kalınlığını belirlemek ancak elektron mikroskobu ile mümkündür. Bu işlem bazen çok zaman alıcı bazen de elektron mikroskobunun çalışma şekli yüzünden mümkün değildir çünkü yayın arka tarafının yansıtıcılığını artırmak için altın veya parlak bir malzeme ile kaplanılması kalınlık ve yayın özkütlesi ölçümünde problem yaratmaktadır. Bu sebeple yay sabitini deneysel belirlemek için yöntemler geliştirilmiştir. 1993 ve 1994 yıllarında yayın statik sapmalarından faydalanılarak

yapılan ölçümler sonuç vermiştir [9], [10]. Statik sapma yönteminde yay-iğne sistemi örnek yüzeyine yaklaştırılır ve aradaki etkileşim kuvveti sayesinde yayın sapmasına izin verilir. Daha sonra yaydaki sapmalar ölçülerek bir başka referans değeri ile karşılaştırılır, buradan da yay sabiti hesaplanır. Buradan faydalanılarak yayın dinamik sapmalarından da sonuçlar elde edilmiştir [11,12,13]. Dinamik sapma ile belirlemede yay-iğne sistemi arkasına yerleştirilmiş ve yayı titreştirmeye yarayan piezo ile yay rezonans frekansında titreştirilir. Daha sonra örnek yüzeyine yaklaştırılarak yayın titreşim genliğindeki sapmalar belirlenir buradan da yay sabiti hesaplanır. Dinamik mod sayesinde yapılan bir diğer ölçme ise yayın titreşim genliğindeki sapmaları ölçmek yerine, titreşim genliğini sabit tutmak için yaya verilen sürücü kuvvetinin genliğindeki değişimleri ölçmektir.

2.3 Yayın Sapmalarının Ölçülmesi

Yay-iğne sisteminin yüzeyle oluşan etkileşiminden kaynaklanan sapmaları doğru şekilde gözlemlemek görüntüleme tekniğinin bir diğer önemli adımıdır. Tarama esnasında oluşan anlık sapmaları gözlemlemek için birçok yöntem denenmiş ve kullanılmıştır. 1986 yılında yapılan ilk AKM' de sapmalar TTM ile gözlenmiştir. Fermi enerji seviyeleri farklı olan iki iletken arasında oluşan tünel akımı iletkenler arası mesafe ile ters orantılıdır ve akım mesafe arttıkça monoton şekilde azalır (e^{-2ax}). Bu nedenle anlık sapmaları ölçmek için iyi bir yöntemdir.



Şekil 2.4: AKM' deki Sapmaların TTM İle Belirlenmesi

Yay-iğne sistemi sapmaya başladığında TTM iğnesi ile yay arasındaki mesafe değişecek buda tünel akımını etkileyecektir. İki farklı çalışma şekli ile bu sistemi kullanabilmek mümkündür. Birincisi akımı sabit tutmak için iki metal arasındaki mesafeyi geri besleme mekanizması ve piezo malzemeler sayesinde sabit tutmak diğeri ise geri besleme mekanizmasına gerek duyulmadan sabit yükseklikte akımdaki değişimleri takip edip buradan sapmaları gözlemleyebilmek. Z ekseninde hareket eden piezolar sayesinde bu yöndeki hareketler kontrol edilir. Sabit akım modu için TTM iğnesi arkasında bulunan piezo malzeme z yönünde hareket eder ve yay-TTM iğnesi arasındaki mesafeyi geri besleme mekanizması sayesinde sabit bir değerde tutar. Böylece yaydaki sapmaları gözlemlemiş oluruz. Geri besleme mekanizması yaydaki sapmalardan faydalanarak yüzeyin topografisini belirler. Fakat çok büyük salınım genliklerinde akım oluşması iletkenler arası mesafenin fazlalığından dolayı zor olduğundan çok kullanışlı bir yöntem değildir. Ayrıca TTM iğnesinin kullanılan yaya çok yakın olmasından dolayı aralarında oluşan etkileşme kuvveti, yay-iğne ile yüzey arasında oluşan etkileşme kuvvetine katkıda bulunacak ve doğru sonuçlar almamızı engelleyecektir. Tünel akımından yararlanılarak yapılan sapma ölçümlerinde sadece iletken malzemeleri kullanabilmenin sıkıntısının yanı sıra, ani ve yayın büyük sapmalarında kontrol mekanizmasının doğru çalışmaması ve yay-TTM iğnesi arasında tünel akımı oluşmaması uygulamadaki büyük problemlerdir. Ayrıca sinyallerin arasında oluşan etkileşimlerin gürültü genliğini artırması bu sistemin çekiciliğini azaltmıştır.

Bir diğer yöntem Optik İnterferometre kullanmaktır. Bu yöntemde fiber optik kablo metal yayın arka kısmına yaklaştırılır. Fiberin kendi ucundan yansıyan ışık ile yayın arka kısmından yansıyan ışık arasındaki girişim deseninden yararlanılarak sapmalar ölçülür. Optik interferometre ile rezonans frekansındaki kaymaları gözlemleme fikri 1988 yılında Martin, Erlandson ve diğ. tarafından ortaya atıldı. Bu sistemde yay-iğne grubu rezonans frekansında titreştirilir. Kuvvetin iğne-yüzey arasındaki değişimine bağlı olarak rezonans frekansında kaymalar oluşur. Bu etkiler titreşim genliğinde azalmaya sebep olur. Genlikte oluşan bu küçük değişimler lazer interferometre sayesinde ölçülür.

$$\frac{A}{A_0} = \frac{\frac{w_0}{w}}{\sqrt{1 + Q^2(\frac{w}{w_0} - \frac{w_0}{w})}} = \frac{1}{a} \qquad \textbf{(2.6)}$$

Burada A_0 yayın serbest titreşim genliği, A ise yüzeyle iğne etkileşim halindeyken titreşim genliği, w sürücü kuvvetinin frekansı, w_0 ise yayın doğal rezonans frekansıdır. Yayın doğal rezonans frekansı ve etkileşme kuvveti arasındaki ilişki;

$$w_0 = 2{,}03\sqrt{\frac{1}{m}(K - \frac{\partial F}{\partial z})} \qquad \textbf{(2.7)}$$

şeklindedir.

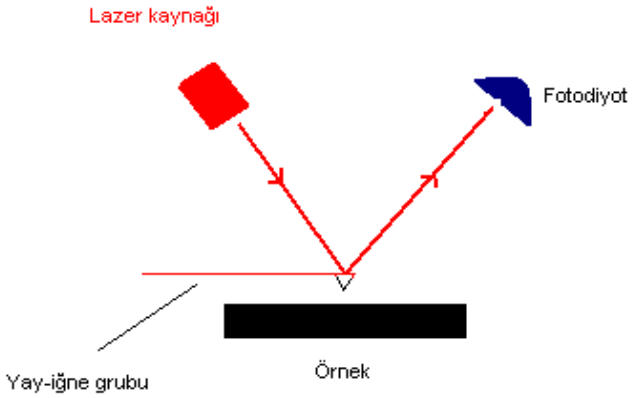
Buradan kuvvetin gradyenini bulmak istersek;

$$\frac{\partial F}{\partial z} = K[\frac{1 - a^2 + \sqrt{4Q^2(a^2 - 1) + 1}}{2(Q^2 - a^2)}] \qquad \textbf{(2.8)}$$

ifadesiyle elde edilir.

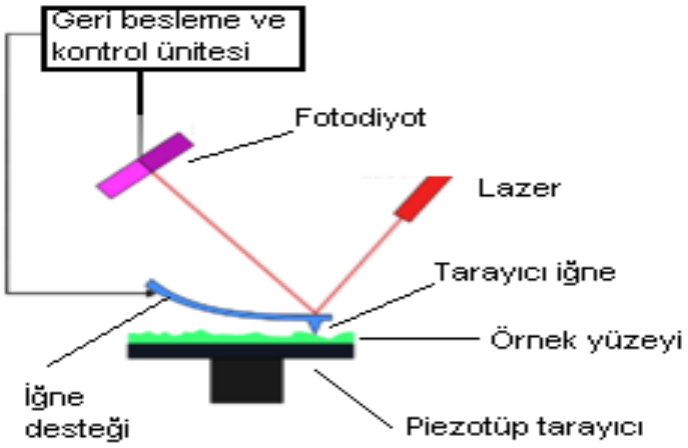
Sonuç olarak ‘a’ yı ölçerek kuvvetin mesafeye göre değişimini elde edebiliriz. Elimizdeki verilerle frekansın değişimini gözlemleyip geri besleme mekanizması sayesinde de örnek yüzeyinin görüntüsünü elde ederiz.

Sapmaları gözlemleyeceğimiz diğer bir yöntem ise optik-demet kullanarak, foto diyot sayesinde sapmaları belirlemektir. Optik interferometre ile değişimleri hassas bir şekilde gözlemleyebilmemize rağmen yöntemin karışıklığı ve uygulamadaki zorlukları optik-demet yönteminin tercih edilmesine sebep olmuştur. 1988 yılında Meyer ve Amer daha kolay uygulanan bu tekniği ilk kez kullandılar. İlk çalışmalarında bu metodun sadece çekici ve zayıf kuvvetler bölgesinde, kuvvetin mesafeye göre türevindeki değişimleri ölçebileceğini düşünseler de teknolojinin ve mikro fabrikasyonun gelişmesiyle bu teknik itici kuvvetlerin bölgesinde de başarılı sonuçlar verdi ve TTM’ nin iletken yüzeylerde verdiği sonuçlara benzer atomik çözünürlük elde edildi (1990 yılında Manne, Meyer, Amer). Bu teknikte lazerden gelen ışın demeti yayın arka kısmına gönderilir. Burada yansıyan ışık şiddeti önemli olduğu için genellikle yayın arka yüzeyi altın veya parlak bir malzeme ile ince film şeklinde kaplanır.



Şekil 2.5: Optik Demet Yöntemi

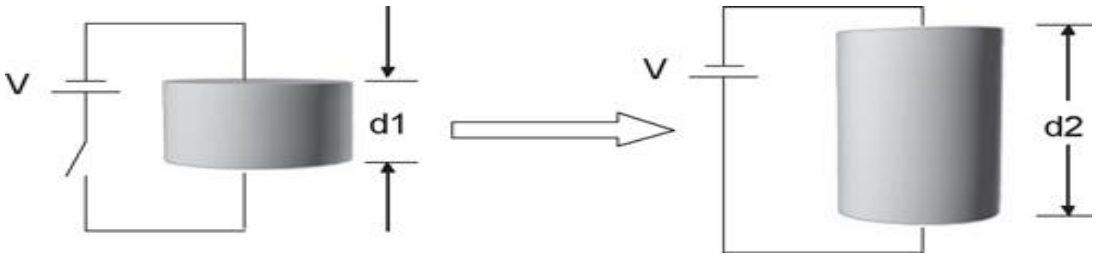
Yansıyan demetin fotodiyot' a gönderilmesi için gerekli düzenlemeler yapılır. Fotodiyota gelen ışık, yayın farklı iki pozisyonu için şiddetleri farklı iki demet gibi hissedilir. Bu iki ışık demeti arasındaki şiddet farkından ise yayın ne kadar titreştiğini veya saptığını buluruz. Burada fotodiyot mekanik titreşimin elektrik sinyaline dönüştürülmesinde kullanılan en önemli parçalardandır.



Şekil 2.6: AKM Şeması

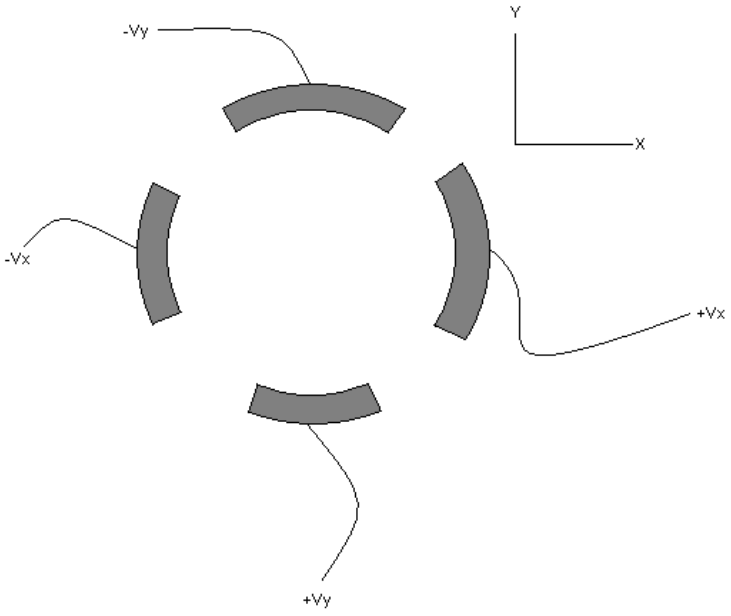
2.4 Piezoelektrik Tarayıcı

AKM' de önemli görevlerden birini üstlenen kısım da, piezoelektrik malzemeden oluşan kısımdır. Bu malzemenin özelliği, üzerine voltaj uygulandığında piko metre mertebesinde uzayıp kısalabilmesidir.



Şekil 2.7: Piezoelektrik Malzemenin Davranışı

Tüp piezolar Taramalı Uç Mikroskopları için ideal ve en iyi seçimlerden biridir. Bunun sebebi yatayda hem x hem de y yönünde hassasiyeti piko metrenin altında bir tarama yapabilmesidir. Tarayıcı olarak kullandığımız tüp piezonun üstten görünümü alttaki şekilde gösterilmiştir.



Şekil 2.8: Silindirik Tüp Piezo

Tüp pizeonun her bir çeyreğine verilen voltajlar sayesinde yatay yönde tarama sağlanır. Tüp piezonun parçaları birbirine yalıtkan malzeme ile yapıştırılmıştır. Karşılıklı kollara zıt kutuplu voltaj uygulamak tarama mesafesini o yönde iki kat artıracağından daha çok tercih edilen bir durumdur. Piezonun düşey yöndeki (z yönü)

hareketi ise bize topografiyi belirlemede yardımcı olur. Bu değişimleri ise tüp piezonun her bir koluna aynı değerde ve kutupta DC voltajı uygulayarak gözleriz.

Piezo malzemeye verilen voltaj ve boyutlarına bağlı olarak farklı uzama miktarları görmek mümkündür. Piezo boyutları ve piezo malzemeye verilen voltajla uzama miktarı arasında;

$$\Delta x = \frac{0{,}45\ d\ V\ L^2}{D\ t} \qquad \textbf{(2.9)}$$

ilişkisi bulunmaktadır.

Δx: Uzama miktarını,

L: Piezo malzemenin boyunu

V: Uygulanan voltaj

d: Piezo malzemenin sıcaklığa bağlı olan, birim uzama katsayısı (^{0}A/V birimli)

D: Piezonun dış yarıçapı

t: Silindirik piezonun kalınlığını göstermektedir.

2.5 Ölçülen Kuvvetler

TTM' de mesafeyle monoton olarak değişen akımı gözlerken, genelde AKM' de kısa menzilli ve uzun menzilli kuvvetlerin karışımı olan toplam bir kuvvet ölçümü gerçekleştirilir ki bu etki geri besleme mekanizmasının biraz daha karmaşık olmasına sebep olur. Eğer deney esnasında etkileşim kuvveti çok hızlı ve kontrol edilemez şekilde değişiyorsa bunun mantıklı bir açıklaması veya fiziksel bir temele bağlantılandırılması yapılamaz. Deney esnasında oluşan mümkün her etkileşme kuvvetini belirlemek zor olmasına rağmen, tekniğin güvenilirliği açısından önemli etkileşim kuvvetlerinin yay-iğne arasında bulunması gerekir. Vakum ortamında iğne ile örnek yüzeyi arasındaki etkileşme kuvveti kısa menzilli kimyasal bağ kuvvetleri, uzun menzilli Van der Waals, elektrostatik ve manyetik kuvvetler tarafından oluşur. Bu kısımda atomlar arası önemli etkileşim kuvvetleri açıklanacaktır.

2.5.1 Kimyasal kuvvetler

Kimyasal kuvvetler iğne yüzeye yaklaşırken başlangıçta çekiciyken, aradaki mesafe azaldıkça kuvvet itici olmaya başlar. Ayrıca kimyasal bağ kuvvetinin büyüklüğü atomların açısal yönelimlerine ve birbirlerinden uzaklıklarına bağlıdır. Mesela kovalent bağlar belirli yönelime sahip güçlü bağlardır ve moleküllerin ve kristallerin belirli karakteristik yapıda olmalarını sağlarlar.

Atomik çözünürlük için kimyasal bağ kuvvetlerini diğer kuvvetlerden ayırarak gözlemlemek gerekmektedir. Bunun için kontrollü ve kararlı bir ortam gerektiği (ultra yüksek vakum ve düşük sıcaklık) anlaşılmıştır. İğne-yay ve örnek yüzeyi arasındaki en güçlü etkileşim olmamasına rağmen, atomik çözünürlükten ve atomları kimliklendirmede sorumlu olduğundan yüzeye yakın bölgelerde ve küçük genlikli salınımlarda Frekans Modülasyon AKM çalışma şekli kullanıldığında en önemli etkileşmelerden birisidir. Ayrıca iğne yüzeye yeterince yakın olduğunda atomların yer değiştirmesine sebep olan kuvvetlerdir.

Kimyasal bağ kuvvetleri iğnenin ve örnek yüzeyinin atomik yapısı hakkında da bilgi verir. Kullanılan sisteme bağlı olarak etkileşimin karmaşıklığı değişebilir. Örneğin iyonik sistemlerin etkileşimlerini incelediğimizde, elektron yük yoğunlukları çekirdek etrafına yerleştiğinden ve yük transferi olmadığı kabul edildiğinden bu etkileşimi klasik atomlar arası etkileşim potansiyeli ve kabuk modeli ile tanımlamak yeterlidir. Fakat yarıiletken veya metalik sistemlerde elektron yoğunluğunu belirlemek ve iğne-yüzey arası kovalent bağ oluşma ihtimalini düşünmek kuantum mekaniksel bir etkileşimden bahsetmemizi gerektirir.

Büyük titreşim genliklerinde kimyasal kuvvetlerin yaydaki sapma üzerinde sadece % 0,2’ lik bir etkisi vardır [14]. Bu sebeple küçük genliklerde ve yüzeye yakın bölgelerde yayı sabit genlikte titreştirmek kuvvet ölçüm hassasiyetini geliştirmenin yanı sıra atomik mertebede çözünürlük elde edilmesine olanak sağlayacaktır. Yapılan deneylerde yüzeye yakın bölgelerde güçlü etkileşimlerden dolayı sabit genlikle titreşim yapmanın zor olduğu anlaşılmıştır. Bu zorluğu aşmak için yüksek değerde k’ ya sahip yaylar kullanmak böylece yayın salınım hareketinin düzenini sağlamak ideal bir çözümdür. Büyük genliklerde titreşim yaptırmak yayın hareketini kararlı hale getirmede özellikle çekici kuvvet bölgesinde olanak sağlamaktadır. Yumuşak yay kullanarak küçük genliklerde salınım yapmayı Toyoaki Eguchi ve Yukio Hasegawa,

iğneyi 900 derecede tavlama yöntemiyle sivrileştirerek başardılar. Bu işlem çekici kuvvetlerin etkisini büyük ölçüde azaltmaya yaramaktadır.

2.5.2 Van der waals kuvveti

Van der Waals kuvveti dipollerin titreşiminin oluşturduğu elektromanyetik etkileşim olarak değerlendirilebilir. Uzun menzilde baskın olan bir kuvvettir ve kısa mesafelerde;

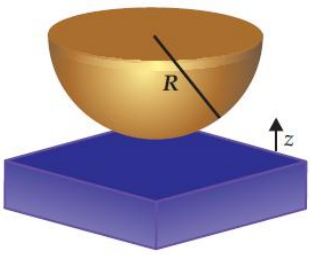
$$F \propto \frac{1}{z^7} \qquad \textbf{(2.10)}$$

şeklinde bir ifade ile azalmaya başlar.

Van der Waals kuvvetleri atomların elektrik dipollerinin titreşimi ve birbirleri üzerindeki polarizasyonundan meydana gelir. Vakum ortamında örnek ile iğne arasındaki mesafe 1 nm mertebesinde ve daha fazla olduğunda etkileşme kuvveti Van der Waals kuvvetleri tarafından kontrol edilir.

Atomik seviyedeki en zayıf kuvvettir ve gaz moleküllerini bir arada tutmaya yarar. Fakat bu kuvvet her zaman çekicidir bu nedenle makroskobik düzeyde iğnemiz ve örneğimiz üzerindeki her atomun etkileşmelerinin toplamı bize nN mertebesinde toplam bir kuvvet verir. Van der Waals kuvveti makroskobik düzeye göre küçük olsa da, uzun menzilde kimyasal kuvvetlere göre daha büyüktür ve iğne-yüzey etkileşiminde daha etkindir.

İğne ile yüzeydeki her bir dipolün etkileşimlerini toplayarak toplam etkileşim potansiyelini bulabiliriz ama milyonlarca dipolün olduğunu düşünürsek bu işlemi yapmak mümkün değildir. Bu nedenle ortalama etkileşim potansiyeli belirler ve bu etkileşimi kullanarak işlem yaparız.



Şekil 2.9: Küresel İğne- Düz Yüzey

Van der Waals etkileşim potansiyeli;

$$F(r) = -\frac{HR}{6z^2} \qquad \textbf{(2.11)}$$

şeklinde verilir. Yüzeyin düz ve iğnenin küresel kesitte olduğu düşünülerek bu ifadenin elde edildiği unutulmamalıdır. Hamaker sabiti (H), iğnenin yarıçapı (R), ve iğne-yüzey arası mesafe (z) etkileşimi belirleyen önemli parametrelerdir. İfadeden görüldüğü gibi etkileşim kuvveti iğnenin geometrisine bağlıdır.

2.5.3 Manyetik kuvvetler

Manyetik kuvvetler sadece iğnenin ve örneğin manyetik özellikler taşıdığı durumda önemlidir, örneğin ikisinin de ferromanyetik olduğu durumda. Örnek yüzeyindeki manyetik kuvvet dağılımı Manyetik Kuvvet Mikroskobu (MKM) ile gözlenebilir. MKM için iğne ferromanyetik malzeme ile kaplanır. MKM ile elde edilen sonuçlar yüzeyin manyetik özellikleri ve topografisi hakkında bilgi verir. Bu tür örnekler genelde FM-AKM çalışma modunda incelenmezler. Fakat mikroskop üzerinde gerekli değişiklikler yapılarak malzemelerin nano boyutta görüntülenebilmesi sağlanabilir. Bu tür Manyetik Kuvvet Mikroskopları (MKM) yüzeylerin manyetik haritasını nano boyutta çıkarmayı başarmıştır. Ölçülen kuvvet $\boldsymbol{m}$ manyetik moment ve $\boldsymbol{H}$ manyetik alan olmak üzere;

$$\boldsymbol{F}(r) = \mu_0\,(\boldsymbol{m}.\boldsymbol{\nabla})\boldsymbol{H} \qquad \textbf{(2.12)}$$

şeklinde ifade edilir.

2.5.4 İtici kuvvetler

Kısa menzilli ve iğne-yüzey arası mesafe çok küçük olduğunda etkili olan bu tür kuvvetler Elektrostatik etkileşmelerin ve Pauli Dışarlama İlkesinin bir sonucudur. Atomların elektronları birbirlerine yeterince yaklaştığında elektrostatik itici ya da çekici kuvvetler etkin değerlere ulaşır. Bu kuvvete ek olarak farklı iki atoma ait enerji düzeylerinin üst üste gelmesinden dolayı Pauli Dışarlama İlkesinden kaynaklanan güçlü bir itici etkileşme daha meydana gelir. Pauli Dışarlama İlkesi aynı kuantum sayılarına sahip olan iki elektronun aynı enerji seviyesinde bulunamayacağını söyler. Kısa menzilli kuvvetler çekici ya da itici olabilir. Elektron dalgalarının üst üste gelmesi toplam enerjiyi düşürüyorsa kuvvetler çekicidir fakat Pauli Dışarlama İlkesi bunu sınırlandırır. İtici kuvvetler tamamen elektron yoğunluğu

ile ilgilidir. Bu tür itici etkileşmeler için Lennard-Jones potansiyeli model olarak alınmıştır. Fakat bu potansiyelin uygulamadaki kısıtlaması sadece bir çift atomun etkileşmesini tanımlamasından kaynaklanmaktadır. Oysaki iğne- yüzey arasındaki etkileşmede en yakın komşu atomların etkisi hatta kısa menzilli kuvvetler sebebiyle atomların yer değiştirmesinin etkisi de etkileşim potansiyelinde düşünülmesi gereken parametrelerdir. Çekici kuvvetler metalik iğne ve yüzeylerde deneysel olarak 1 nN mertebesinde olduğu gözlenmiştir. Bu kuvvet değerine karşılık gelen iğne-yüzey arası uzaklıkta TTM ile görüntü alabilmek mümkündür.

2.5.5 Elektrostatik kuvvetler

Elektrostatik kuvvetler yalıtkan iğne ve yüzey üzerindeki yerleşik yükler tarafından meydana gelir. Bu kuvvetin büyüklüğü ve mesafeye bağlılığı Couloumb yasası ile ifade edilir. Yükler örnek hazırlama esnasında yüzeye kolayca yerleştirilebilir. Örneğin iyon püskürtme yöntemi ile veya örneği yarıp dilimleme yaparak yükler kolayca yüzeye hapsedilir. Hatta iğne ile yüzeyi birbirine değdirip ayırmak bile yüklenmelerini sağlayabilir. Yüklenmeler hava ortamında saatlerce kararlı halde kalabilirken vakum ortamında bu süre günler boyunca olabilir. Elektrostatik kuvvetler iletken tip ve yüzeylerde de etkin rol oynar. Bu durumda en önemli parametre iğne ile yüzey arasında belirli bir potansiyel farkı olması gerekmesidir. Eğer iğne-yüzey sistemini aralarında hava bulunan iki iletkenin oluşturduğu kapasitör sistemine benzetirsek;

$$F_{el} = -\frac{1}{2}\frac{\partial C}{\partial z}\,(U_{bias} - U_{cpd})^2 \qquad \textbf{(2.13)}$$

ifadesi bize elektrostatik etkileşim kuvvetini verir.

U_{bias} : Örnek ile iğne arasına uygulanan potansiyel

U_{cpd} : Örnek yüzeyi ile iğne arasındaki kontak potansiyeli

Elektrostatik kuvveti minimum yapmak için U_{bias} voltajını sıfır yapmak sonuç vermez. Önemli olan $(U_{bias} - U_{cpd})$ arasındaki farkın sıfır olmasıdır. Örnek ile iğne arasındaki kontak potansiyeli pertürbasyonlara karşı hassas olduğundan ve iğnemizin yapısının geometrik olarak düzgün olmamasından dolayı bu farkı sıfır yapmak gerçekte mümkün değildir. Ayrıca model olarak aldığımız kapasitörün değeri iğnenin

ve yüzeyin geometrisine bağlıdır. Eğer yüzey ile iğne arasındaki mesafe çok küçük ise ve iğnenin küresel yapıda olduğu varsayımını yaparsak elektrostatik etkileşmeyi;

$$F_{el} = \pi\epsilon_0 \frac{R}{z}(U_{bias} - U_{cpd})^2 \qquad \textbf{(2.14)}$$

ile yaklaşık olarak ifade edebiliriz.

2.5.6 Spektroskopi

TTM' de akımın mesafeyle olan değişimini belirlemek için iki yöntem kullanılır. Birincisi iğne yüzey arasındaki mesafeyi değiştirerek metalin yerel iş fonksiyonuna bakmaktır. İş fonksiyonu, iletken yüzeyden elektron koparmak için gerekli minimum enerji olarak tanımlanır. Bu yaklaşımda,

$$\frac{dI}{dz} = -kI \; ; k = \frac{(2m_e\emptyset)^{1/2}}{\hbar} \qquad \textbf{(2.15)}$$

Burada I tünel akımı ve m_e elektronun kütlesini simgelemektedir. Diğer bir yöntem ise tünel akımı oluşması için uygulanan V_{bias} voltajını değiştirerek iğnenin ve yüzeyin durum yoğunluğuna bağlı olan $\frac{dI}{dV}$ değerini kaydetmektir. AKM' de bu iki yöntemin benzeri olarak Frekans Modülasyonu yapılarak kuvvet spektroskopisi elde edilebilir. Buradaki benzerlik frekans kayması tünel akımının yerini almasıyla kurulur.

3. AKM ÇALIŞMA MODLARI

3.1 Giriş

AKM mekanik metoda sahip olan eşsiz bir mikroskoptur. AKM ile yapılabileceklerin başlıcaları; doğru ve gerçek atomik çözünürlük, yalıtkan örnekleri inceleyebilme, mekanik titreşimleri ölçme, 3 boyutta kuvvet ölçümleri (atomik spektroskopi), atomik kuvvetleri kontrol etme, atomların tek tek mekanik yolla dizilimi, nano boyutta mekanik ve sistemlerin etkileşmelerinin anlaşılması şeklinde sıralanabilir. Atomik Kuvvet Mikroskobu ile farklı modlarda görüntüleme yapabilmek mümkündür. Bu çalışma modları F-d (Kuvvet-İğne ile yüzey arasındaki mesafe) grafiğindeki bölgelere göre isimlendirilir.



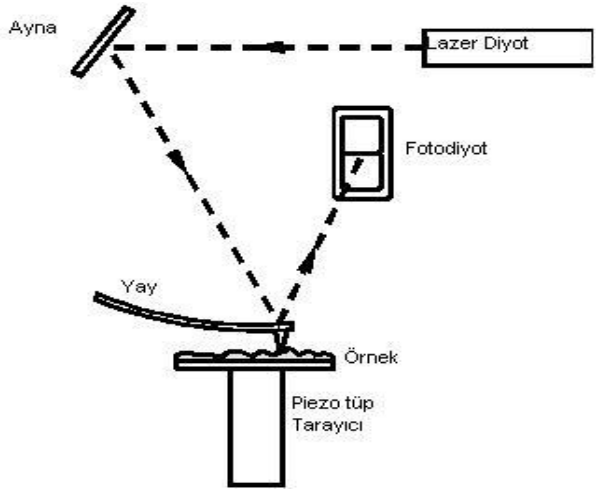
Şekil 3.1: F-d Grafiği

Şekil 3.1' de tipik Kuvvet-Mesafe eğrisi görülmektedir. Atomlar arası kuvvetler kısa menzilli veya uzun menzilli olarak ya da itici çekici olarak sınıflandırılır. Denge durumunda atomlar arası mesafe yaklaşık olarak birkaç Å civarındadır. Bu miktardan daha az olan mesafelerde atomlar arası etkileşme kuvveti her zaman itici ve kısa menzillidir. Bu atomların sahip olduğu elektron bulutlarının yeterince yakınlaşması sonucu oluşan elektrostatik kuvvet ve Pauli Dışarlama İlkesi ile açıklanır. Diğer taraftan, atomlar arası mesafe daha büyükse kuvvet itici de olabilir çekici de. Kısa menzilli kuvvetler, Van der Waals kuvveti, elektrostatik ve manyetik kuvvetler,

yüzey gerilim kuvvetleri sensör tarafından ölçülebilen kuvvetlerdendir. İğne-yay sistemi yüzeye yaklaştıkça farklı kuvvetleri hissetmeye başlayacaktır. İlk olarak Van der Waals kuvvetleri devreye girer ve atomlar birbirlerini çekmeye başlarlar ve bu çekim atomların elektron bulutları birbirlerine yaklaşıncaya kadar devam eder ve bir noktada itici-çekici kuvvetler birbirini dengeler. Aradaki kuvvetin sıfır olduğu denge durumunda atomlar arası mesafe yaklaşık 3~4 Å civarındadır.

3.2 Kontak Mod

Kontak Mod çalışma modunun temeli iğne-yay sisteminin statik sapmalarını ölçmeye dayanmaktadır. Yayın atomlar arası kuvvetlerden kaynaklanan sapmalarını optik yöntemle belirleriz ve geri besleme devremize referans olması için göndeririz. Yansıyan ışık demetlerinin arasındaki farklardan sapma miktarları belirlenir böylece yüzey topografisi geri besleme mekanizması tarafından kontrol edilen piezo malzeme sayesinde elde edilir. İğne-yay sistemi incelenecek yüzeye yaklaşık birkaç Å kadar yaklaştırılır. Atomlar arası etkileşme kuvveti burada itici durumdadır ve atomların birbirlerini çekip bir araya gelmelerini engelleyecek seviyededir. Yayın maruz kaldığı kuvvet ortalama 1-10 $^{eV}/_{A^0}$ ~10^{-9},10^{-8} N civarındadır. Bu çalışma modunda kullanılan yay yumuşak olmalıdır çünkü hem zayıf kuvvetleri ölçebilmek hem de yüzeye zarar vermemek önemlidir. İğne yüzeyle az da olsa kontak halindedir ve bükülmezliği fazla yaylarda sapma az olacağından yüzeyi bozma veya şeklini değiştirme riski taşır. Bu çalışma şekli ile atomik çözünürlük elde edilebilir fakat uygulamada dikkatli olmak gerekir. Kontak mod, biyolojik örneklerde yüzeyden sanal görüntüler alınması riskini taşır. Bu durumdan örneğe uygulanan kuvveti azaltarak kurtulabiliriz fakat çok küçük kuvvetleri ölçebilmek zor olduğundan görüntülemede sorunlar ortaya çıkar.



Şekil 3.2: Kontak Mod Şeması

3.3 Yarı-Temas Mod

Atomik Kuvvet Mikroskobu başlangıçta yüzeyin topografisini belirlemede kullanılırken günümüzde bu tekniği nano boyutta yüzeylerin mekanik özelliklerini araştırmada da yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Genlik Modülasyon' u (GM) olarak ta bilinen yarı-temas mod, atomlar arası kuvvetin çekici ya da itici olduğu bölgenin bir uygulamasıdır. Bu çalışma modunda iğne ile yüzey arasında belirli bir mesafe vardır fakat titreşim genliği diğer modlara göre daha fazla olduğundan iğne arada sırada örnek yüzeyi ile temas halinde olabilir. Hava ortamında atomik çözünürlük vermese de kontak moda göre daha güvenilirdir çünkü yüzeyi bozma ihtimali daha azdır. Yarı temas modu örnek yüzeyi ile iğne arasında oluşacak etkileşme kuvvetini azaltacağından önemli bir yöntemdir. Ayrıca dinamik mod oluşu yüzeyin faz görüntüsünün elde edilmesine yardımcı olur. Görüntüdeki her nokta da yay-iğne grubunu süren kuvvet ile yüzeyden gelen cevabın arasındaki faz farkı belirlenir ve bu faz farkı tamamen o noktadaki etkileşim kuvveti ile ilgilidir. Faz kayması ve iğne-örnek arası etkileşim arasındaki ilişki karmaşık olmasına rağmen, yüzeyin belirli bölgelerinde, aynı kimyasal özelliklere sahip alanları tanımlamada büyük öneme sahiptir.

Bu çalışma modunda bizim için önemli olan yayın serbest titreşim genliği, iğne yüzeyle etkileşim halindeyken bizim belirlediğimiz yay titreşim genliği ve iğne yüzeyle etkileşim halindeyken yayın titreşim genliğindeki ve fazındaki değişim miktarlarıdır. Bu değişimler iğne yüzeye yaklaşırken elastik ve elastik olmayan etkileşimlerden kaynaklanmaktadır. Salınım genliğindeki ve fazdaki değişimler bizim referans sinyalimiz olarak kullanılır ve görüntü oluşumunda başrol oynarlar. Yarı-Temas AKM modunda yüksek değerde Q faktörüne sahip yaylar kullanmak hem mekanik hem de termal gürültünün azalmasını sağlayacaktır.

Yarı temas modunda yay-iğne grubu temel rezonans frekansında titreştirilir. Geri besleme mekanizması, harmonik salınım yapan yay-iğne gurubu yüzeyde gezinirken yayın hareketini kontrol eder. Periyodik salınımın genliğindeki ve fazındaki değişimlerin ikisi de yüzey hakkında bilgi taşır. Maalesef, enerji kaybının birçok kaynağının olması yüzünden (viskoelastisite, elektronik kayıp..) fazdaki değişimleri örneğin fiziksel özellikleri ile ilişkilendirmek zordur.

GM çalışma modunda yayımızın titreşim genliği 1-100 nm arasında değişmektedir. Büyük titreşim genliklerini analiz etmek pek kolay değildir çünkü bu tür salınımlarda kuvvetin atomlar arası uzaklığa göre türevi hızlı ve düzensiz bir şekilde değişmektedir. Bu değişim iğne-yay sistemimizde lineer olmayan bir salınıma sebep olmaktadır.

İğne yüzeyle periyodik şekilde temasa geçerken meydana gelen yüksek dereceden harmonikler yüzey hakkına değerli bilgiler taşır. Yüksek harmoniklerin genlikleri çok küçük olduğundan büyüklük olarak ya gürültü seviyesinin altında kalırlar ya da çok çabuk sönümlendiklerinden gözlemlemek mümkün olmamaktadır. Eğer kullanılan yayın geometrisini uygun şekilde değiştirirsek seçilen bazı harmoniklerin genlikleri artırılabilir bu şekilde de yüzeyden gelen bilginin genliği gürültü genliğine göre daha büyük bir değerde elde edilebilir. Yayın modifikasyonunu yüksek dereceden rezonans harmoniği ile yüksek dereceden bükülgen salınım modunun frekansları çakışacak şekilde tasarlamak yeterli olacaktır. Böylece rezonansın etkisiyle yüksek harmoniğin titreşim genliği artacaktır. Özgür Şahin ve diğ. 2004 yılında yaptıkları çalışmada da faz kayması ile enerji kaybı arasındaki ilişkiyi bir kez daha göstermişlerdir [15]. AKM' nin bu özelliği biyolojik örnekler ve heterojen kimyasal örnekleri incelemede büyük önem taşır.

Faz kayması doğrudan kayıp enerjiyle orantılı olduğundan elde edilen kontrast kayıp enerji arttıkça belirginleşir. İğne ile örnek yüzeyinin mekanik olarak temas ettiği GM-AKM modunda ve itici bölgede faz kayması daha iyi elde edilebilir. Fakat yarı temas modunda örneğe uygulanan kuvvet örnek yüzeyinde bozulmalara sebep olabilir. Aslında küçük biyolojik molekülleri görüntülerken bu durum gerçekleşmiştir [16].

Fazdaki kaymalar korunumlu iğne-örnek etkileşimi hakkında bilgi taşımazlar çünkü sabit genlikte alınan faz kayması görüntüsü direkt olarak enerji kaybı ile alakalıdır [17].

Örnek yüzeyi ile tarama iğnesi arasında oluşan kuvvet lineer olmadığı için genlikteki değişimler düzgün olmayacaktır. Yataydaki çözünürlük kalitemiz, örneğe zarar verme olasılığımız ve görüntü netliği tamamen yayımızın titreşim genliği ile alakalıdır.

3.4 Kontak Dışı Mod

Kontak dışı Atomik Kuvvet Mikroskobu ile elde edilen son gelişmelerle, yalıtkan veya iletken tüm yüzeylerde atomik çözünürlük elde edilmesi bu tekniğin önemini arttırmıştır. Bu teknikle çalışıldığında belirlenmesi gereken bazı parametreler vardır. Bunlar; yay sabiti k, yayımızın rezonans frekansı f_0, yayımızın kalite faktörü Q, titreşim genliği A, frekanstaki kayma Δf. İlk üç parametre kullanılan yay ile ilgilidir fakat genlik ve frekanstaki kayma serbestçe ayarlanabilir. Kontak dışı çalışma şeklinde yüzeyle etkileşim ya itici kuvvetler ya da çekici kuvvetler baskınlığıyla gerçekleşmektedir. Bu teknik sayesinde Ultra Yüksek Vakum (UYV) ortamında doğru atomik çözünürlük elde edilmiştir. Frekans Modülasyon' u olarak bilinen kontak dışı modda tarama iğnesi yüzeyle temas halinde değildir. Bunun sebebi titreşim genliğinin daha küçük olmasıdır. İğne-yay sistemimiz rezonans frekansında ve sabit bir genlikle titreştirilir. Kuvvet etkileşiminin varlığında yayın rezonans frekansı değişecektir. İtici ve çekici kuvvetlerin olduğu ve değişen bir kuvvet alanında hareket olacağından yay sabiti artar ve azalır. Bu kaymaları sabit tutmak için, geri besleme mekanizması piezo malzeme sayesinde z yönünde ileri geri hareket eder. Böylece yüzeyin 3 boyutta haritasını çıkartmış oluruz. Rezonans frekansındaki kaymaları doğru şekilde belirlemek ve kontrol etmek görüntü kalitemizi belirler.

Frekans Modülasyonu AKM, geri besleme mekanizmasının yayı uyarmada etkin olduğu ve titreşim genliğinin sabit tutulduğu çalışma şeklidir. Sader ve diğ. 2005 yılında yayınladıkları çalışma ile yayın hareketini, tamamen harmonik yaklaşımlığını kullanarak korunumlu ve korunumsuz kuvvetler için ve titreşim genliğinin değeri ne olursa olsun geçerli bir bağlantı kurdular. Fakat bu ilişkinin tamamen bilinmesi için etkileşim kuvvetinin tamamen bilinmesi gerekmektedir [18].

Yay sabiti k olan ve etkin kütlesi m olan bir yay için rezonans frekansı;

$$f_0 = \frac{\sqrt{k/m}}{2\pi} \qquad \textbf{(3.1)}$$

şeklinde ifade edilir.

Periyodik titreşim sırasında iğne yüzeye yaklaşırken, ortalama iğne-yüzey etkileşimi kuvvet türevi (dF/dz) yani $<k_{ts}>$, rezonans frekansını değiştirir. Bu etki çekici kuvvet alanı bölgesinde rezonans frekansını azaltma, itici kuvvet alanı bölgesinde rezonans frekansını arttırma şeklindedir.

$$\Delta f = f_0 < k_{ts} > /2k \qquad \textbf{(3.2)}$$

FM-AKM çalışmaları atomik çözünürlük istendiğinde genelde UYV ortamında yapılır fakat hava ortamında da verimli çalışmalar yapmak mümkündür. AKM' nin bu çalışma şekli iyi anlaşılır ve doğru uygulanırsa atomik çözünürlük elde etmek daha kolay olacaktır. Şimdi frekanstaki kaymaların nasıl olduğunu anlamaya çalışalım;

$$f(z) \propto e^{(-\frac{z}{L})} \qquad \textbf{(3.3)}$$

f(z): frekans kaymasını temsil etmekte

z: örnek yüzeyi ve tarama iğnesi arasındaki mesafe

L: Sönüm Sabiti

Eğer z' yi çok küçük bir şekilde artırırsak z→z+dz, frekanstaki ölçme f(z)→f(z+dz)' ye azalacak demektir.

$$f(z+dz) = f(z)\, e^{(-\frac{dz}{L})} \quad \textbf{(3.4)}$$

Sinyal ve gürültü oranı;

$$K = \frac{S}{N} \quad \textbf{(3.5)}$$

şeklinde tanımlayalım.

f(z)' deki en küçük değişimi veren ifade;

$$df(z) = \frac{f(z)}{K} \quad \textbf{(3.6)}$$

olacaktır. Bu değer sinyaldeki gürültü seviyesine eşittir. Geri besleme mekanizması tarafından kontrol edilebilen dz, bizim z yönündeki en küçük değişimimiz ise, dz' yi düşey yöndeki çözünürlük olarak tanımlayabiliriz.

Aynı zamanda;

$$df(z) = f(z) - f(z+dz) \quad \textbf{(3.7)}$$

olacaktır. Biraz cebir yaparsak;

$$df(z) = \frac{f(z)}{K} = f(z) - f(z+dz) \quad \textbf{(3.8)}$$

$$= f(z)\left[1 - e^{-\frac{dz}{L}}\right] \quad \textbf{(3.9)}$$

$$\frac{1}{K} = 1 - e^{-\frac{dz}{L}} \quad \textbf{(3.10)}$$

$$dz = L \ln\frac{K}{K-1} \;\rightarrow \frac{dz}{L} \ll 1 \; olduğundan \; K \gg 1' dir \quad \textbf{(3.11)}$$

$$dz = \frac{L}{K} \quad \textbf{(3.12)}$$

Bu ifade bize L' yi azaltırsak, aynı zamanda da K' yı artırırsak düşeydeki çözünürlüğü mükemmele yakın bir ölçümle yapabileceğimizi söyler. L' yi iğnenin yarıçapını azaltarak düşürebiliriz. Fakat iğnemizin ucundaki en küçük kirlilik dahi L' nin artmasına buda görüntü alımı esnasında ekstra etkileşmelere sebep olur.

Bu nedenler atomik çözünürlük alınamamasındaki en büyük etkenlerdendir. Kontak dışı mod içerisinde de iki farklı şekilde çalışabilmek mümkündür. Yüzeye atomik düzeyde çok yaklaşıp bu kısımda küçük titreşim genlikleriyle çalışmak (Å altı titreşim genliği) bunlardan bir tanesidir. Diğeri ise yüzeyde biraz daha uzakta büyük titreşim genlikleri (100 Å civarı) ile çalışmaktır. Fakat her iki çalışma şeklinin de artıları ve eksileri vardır.

Titreşim genliğini yüksek bir değerde çalıştırmak istediğimizde; yüksek kalite faktörlü yay kullanma, ve kontrol edilebilir geri besleme mekanizması, gürültü miktarının azaltılabilmesi ve rezonans dışı çalışmalarda ölçüm hassasiyetinin yüksek olmasına rağmen lineer olmayan etkiler ve bu sebeple yapılan yaklaşımlar ayrıca enerji kaybının yol açtığı problemler bu çalışma şeklinde problemlere sebep olmaktadır.

$$\frac{\Delta f}{f_0}\, k\, A = \int_0^{2\pi} \frac{d\theta}{2\pi}\, F(\bar{z} + A\cos\theta)\cos\theta \qquad \textbf{(3.13)}$$

Büyük genliklerle salınım yapıldığında frekanstaki kaymayı veren ifadelerden biri **(3.13)**' tür ve belirli yaklaşımlar yapıldığında çözülebilmektedir (yayın harmonik hareketi, korunumlu etkileşim potansiyeli) [19]. Büyük genlikli salınımlarda frekanstaki kaymanın etkileşim kuvveti ile enerji arasındaki ilişkiyi sağladığı gözlemlenmesine rağmen. Küçük genlikli salınımlarda olduğu gibi frekans kayması ile etkileşim kuvveti arasındaki ilişkiyi direk veren bir ifade bulunmamaktadır. 2004 yılında Sader ve Jarvis yeni bir yaklaşım yaparak frekans değişimi ve kuvvet arasına bir ilişki kurmayı başardılar. Yaklaşımları Yarı-Kısmi integral yapmak üzerine kuruludur. Büyük salınım genliği limitinde, frekanstaki kayma kuvvetin Yarı-Kısmi integrali ile veya enerjinin Yarı-Kısmi türevi ile orantılıdır [20].

Dahası da salınım genliği kısa menzilli kuvvetlere göre büyük fakat uzun menzilli kuvvetlere göre küçükse, yani arada bir değerde ise toplam etkileşim için kısa menzilde gerçekleşen etkileşimin Yarı-kısmi integrali alınırken uzun menzilli etkileşimlerin Yarı-kısmi türevi alınarak toplam etkileşim elde edilir. Fakat bu durumda frekanstaki değişim enerji ile kuvvet arasındaki ilişkiyi kuran bağ olmaktan uzaklaşır çünkü uzun menzilde integral almak etkileşimlerde şiddeti artırmaya yararken kısa menzilde türev almak etkileşimin şiddetini azaltmaya sebep olacaktır. Yani etkileşim uzun menzilli kuvvetlerin baskınlığında gerçekleşiyor durumu söz konusu olacaktır.

Küçük genliklerde çalışmanın avantajları ise düşük kalite faktörlü yay kullanılabilmesi lineer etkileşimden dolayı etkileşim potansiyelinin iyi bilinmesi ve çözülebilmesi ve iğne ile yüzey arasındaki mesafe çok az olduğundan AKM ile eş zamanlı olarak TTM yapılabilmesidir. Küçük titreşim genliklerinde yayın rezonans frekansındaki değişmeyi veren ifade k yay sabiti, f_0 yayın doğal salınım rezonans frekansı olmak üzere;

$$\frac{\Delta f}{f_0} = -\frac{1}{2k}\frac{\partial F}{\partial z} \qquad \textbf{(3.14)}$$

şeklindedir. Burada rezonans frekansındaki kaymanın doğal salınım rezonans frekansına göre çok küçük olduğu yaklaşımı yapılır. Fakat bunun yanında yay sabiti yüksek olan bir yay kullanmak, yayın çok küçük olan sapmalarını ölçebilen ultra hassas detektör kurmak ve gürültü seviyesini düşürmek en büyük sıkıntılardandır. Sinyalimizin gürültüye olan oranı azalacağından görüntü kalitemizde düşmeler olacaktır. En uygun çalışma modu ve seçilen çalışma modundaki uygulama metodu hem örneğe, hem çalışılan ortamın koşullarına (hava, vakum yada sıvı ortamında) hem de kullanılan iğnenin özelliklerine göre değişmektedir.

Frekans modülasyonu tekniği diğer AKM çalışma modlarına göre daha karmaşık bir deneysel düzenek ve elektronik kontrol ünitesi gerektirir. Fakat verdiği fiziksel gözlenebilirler, frekans kayması ve titreşim genliğindeki sönüm daha kolay açıklanabilir ve etkileşme kuvveti ile ilişkilendirilebilir. Dahası da, Frekans Modülasyonu örnek ile yüzey arasındaki etkileşimleri direkt olarak korunumlu ve korunumsuz şeklinde ayırabilme özelliğine sahiptir.

AKM' nin kısa menzilli kuvvetleri ölçebilmesindeki hassasiyeti artırmak için kısa menzilli kuvvetleri uzun menzilli diğer kuvvetlerden izole etmek gerekmektedir. Bu amaçtaki ilk adım küçük salınım genliğini ve Frekans Modülasyonu tekniğini kullanmaktır. Çünkü frekans kayması direkt olarak kuvvet gradyeni ile ilişkilidir. İkinci adım ise yüzeyden alınan bilgiler içinde yüksek türev derecesini içeren sinyali elde etmektir. Yüksek türev derecesine sahip sinyaller zaten yüzeyden gelen bilgi içerisinde mevcuttur. Eğer yay nokta kütle olarak düşünülseydi tek bir rezonans frekansını içeren cevap sinyali olacaktı fakat yay kütle parçacık olmadığından yüksek dereceli rezonans frekanslarını da doğal olarak içermektedir. Yaydaki sapmalar bütün bu rezonans harmoniklerini içereceğinden;

$$\sum_{n\geq 0} a_n \cos(nwt) \qquad \textbf{(3.15)}$$

ifadesi bize salınımı yüksek harmonikler cinsinden vermektedir.

a_n n. harmoniğin genliğini göstermektedir. Yüksek harmoniklerin genlikleri küçük olmasına rağmen frekans kaymasından daha iyi düzlemsel çözünürlük elde edilir.

4. ÇOKLU FREKANSLI ATOMİK KUVVET MİKROSKOBU

Düzlemsel çözünürlük ve kuvvet ölçümlerindeki hassasiyeti arttırmadaki ilerleme AKM' nin bu güne kadar olan değişimini şekillendirmiş ve hızlandırmıştır. AKM tekniği, titreşen yayın statik sapmalarını ölçmekten, dinamik yay-iğne etkileşimini ölçmeye genişlemiştir. Moleküler seviyede daha iyi düzlemsel çözünürlük ve daha hassas kuvvet ölçümleri ihtiyacı AKM' de rezonans frekanslarının harmonikleri ile veya yayın diğer bükülgen modlarında çalışılmasını beraberinde getirmiştir. Çoklu Frekanslı Atomik Kuvvet Mikroskobu' nun verdiği sonuçların daha kaliteli ve aynı anda yüzeyden tamamlayıcı bilgilerin eş zamanlı olarak toplanabileceği hakkında çalışmalar yapılmıştır. Dahası da, bu teknik topografiyi yüzeydeki diğer etkileşim (manyetik, elektrik…) kuvvetlerinden kolayca ayırmaya da olanak sağlar. Örneğin, yay güçlü itici bölgede örnek yüzeyi ile etkileşim halindeyken, yayın temel harmoniğinin yanı sıra diğer üst harmonikleri Young Modülünü ölçmede kullanılabileceği önerilmiştir.

Yüzey topografisini ve elektriksel özelliklerini eş zamanlı olarak fakat birbirinden ayırarak yapılan bir diğer çalışmada, yayın ilk iki bükülgen modunda titreştirilmesiyle gerçekleşmiştir. Temel mod frekansı, iğne ile yüzey arasındaki mesafeyi kontrol etmede kullanılırken, ikinci bükülgen mod yüzeydeki elektriksel yüklenmeleri gözlemlemede kullanılmıştır [21].

Bu çalışma şeklinde iğne-yay grubu ya yayın yüksek dereceden rezonans frekanslı harmoniklerin de yada yüksek dereceden öz durumları ile titreştirilir. Dikdörtgen yaylar için birinci ve ikinci rezonans frekansları arasındaki ilişki bilinmektedir. Eğer kullanılan yayın geometrisini değiştirirsek yüksek dereceden rezonans frekansı ile yüksek dereceden yayın kendi öz modunun frekanslarını eşitleyebiliriz [22]. Ayrıca tek sürücü modunda fazdaki pozitif kaymaya çekici, negatif kaymaya da itici kuvvetlerin neden olduğu bahsedilmiştir. Bu çalışmada yay geometrisi değiştirilerek yayın 2. Rezonans frekansı ile ikinci bükülgen titreşim modunun frekansları çakıştırılmış ve bu iki frekansın fazlarındaki kaymalar gözlenmiştir.

4.1 Teori

ÇF-AKM' de iğne-yay gurubu eş zamanlı olarak birden fazla sürücü kuvvetini içeren bir sinyalle uyarılır [23]. Uygulamadaki kısıtlamalar yüzünden genelde bu karma sinyal yayın ilk iki rezonans frekansını içerir. AKM' nin elektronik kontrol ünitesinden verilen titreşimler, yayın ilk iki rezonans frekansına eşleştirilecek şekilde ayarlanır. İlk rezonans frekansının çıkış sinyali aynen Genlik Modülasyonu modda olduğu gibi yüzeyin topografisini belirlemek için kullanılır. İkinci rezonansın çıkış sinyali ise mekaniksel değişimleri, yüzeyin elektriksel yada manyetik haritasını belirlemede kullanılır. Görüntüler eşzamanlı alındığı için bu teknik yüzeyle iğnenin etkileşmelerini, yüzeyin topografisinden ayırt edebilmemize olanak sağlar. Ayrıca yayın ilk iki rezonansı ile titreştirilmesi kuvvet ölçüm hassasiyetinde arttırmaktadır [24]. Yapılan çalışmalardan birinde de Çoklu frekanslı uygulamada bu değerin yaklaşık olarak 0.2 pN olduğu düşünülmektedir [2]. Ayrıca yapılan çalışmalarda ikinci rezonans frekansının uzun menzilli kuvvetleri ölçmede daha hassas olduğu gösterilmiştir. Yayı uyaran sürücü kuvvet ve her bir rezonans frekansı için hareket denklemleri;

$$F_{exc}(t) = F_1 \cos(w_1 t) + F_2 \cos(w_2 t) \quad \textbf{(4.1)}$$

$$m\ddot{z}_1 = -k_1 z_1 - \frac{m w_1}{Q_1}\dot{z}_1 + F_1 \cos w_1 t + F_2 \cos w_2 t + F_{ts}(z_1 + z_2) \quad \textbf{(4.2)}$$

$$m\ddot{z}_2 = -k_2 z_2 - \frac{m w_2}{Q_2}\dot{z}_2 + F_1 \cos w_1 t + F_2 \cos w_2 t + F_{ts}(z_1 + z_2) \quad \textbf{(4.3)}$$

şeklindedir.

F_{ts}: İğne ile yüzey arasında oluşan kuvvet

w_1, w_2: Yayın ilk ve ikinci rezonans frekansları

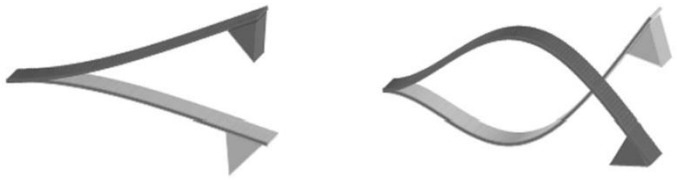
F_1, F_2: İlk ve ikinci uyarılmaların genlikleri

Q: Kalite faktörü

k: Yay sabiti

$F_{exc}(t)$: Yayı dinamik modda çalıştırmak için gerekli sürücü kuvveti

Bu denklem sisteminin çözümü bize yayın z yönündeki hareketinin yaklaşık ifadesini verir. Bu yaklaşık çözüm geçerli olduğu sürece örnek yüzeyi-iğne arasındaki etkileşme ister korunumlu isterse korunumsuz olsun sonuçlar değişmeyecektir.



Şekil 4.1: Yayın İlk İki Rezonans Frekansındaki Hareketi

Yayın ilk rezonans frekansı ile ikinci rezonans frekansı arasında;

$$f_1 = 6.25 f_0 \qquad \textbf{(4.4)}$$

şeklinde bir ilişki vardır. Bu sistem sayesinde yüzeyden eşzamanlı olarak alınan bilginin iki katına çıkarılması en büyük avantajıdır. Ayrıca ikinci rezonans frekansında alınan görüntülerin daha hassas ölçümlerle gerçekleştirildiği gösterilmiştir [23]. Aynı deneysel koşullarda yapılan bu çalışmada ikinci rezonans frekansına ait faz kayması değerinin birinciye oranla 10 kat fazla olduğu gözlenmiştir. Dahası da, faz kaymasındaki bu artış tamamen çekici kuvvet alanı bölgesinde başarılmıştır.

Van der Waals kuvvetleri büyüklük olarak kimyasal bağ kuvvetlerinden daha fazladır fakat mesafeyle değişimleri çok yavaştır. Diğer taraftan kimyasal kuvvetler daha küçük olmasına rağmen mesafeyle değişimleri büyük miktardadırlar. Yüksek dereceli kuvvet gradyenleri bu sebeple daha fazla bilgi sağlayacaktır. Aynı zamanda uzun menzilli kuvvetlerin katkısı $(\gamma_s/\gamma_l)^n$ şeklinde azalacağından sonuçlar kısa menziller baskınlığında olacaktır. Burada γ_s kısa ve γ_l uzun menzilli etkileşim kuvveti etkin mesafesini göstermektedir. Atomik Kuvvet Mikroskobunun elde ettiği görüntülerdeki düzlemsel çözünürlüğü artırmak için kısa menzilli kimyasal bağ kuvvetlerini diğer uzun menzilli kuvvetlerden ayırarak gözlememiz gerektiği bilinmektedir. Bir diğer yol ise iğne yüzey arasındaki lineer olmayan etkileşimler sayesinde yayın hareketini temel modun yanında yüksek harmonikleri de göz önüne alarak incelemektir [14]. Serbest bir şekilde periyodik hareket yapan bir yayın hareketi;

$$q(t) = A\ \cos(2\pi f t) \tag{4.5}$$

şeklinde verilir. Eğer yay-iğne topluluğu yüzeyle etkileşim haline geçerse bu etkileşim harmonik olmayacağından yayın hareketi Fourier serisi açılımı ile;

$$q(t) = \sum_{n=0}^{\infty} a_n \cos(2\pi n f t) \tag{4.6}$$

şeklinde verilir. Burada $a_1 = A$ olduğu dikkate alınmalıdır (A temel mod titreşim genliği). Eğer titreşim genliği iğne-yüzey arası etkileşim kuvvetleriyle karşılaştığında yeterince büyükse harmonik olmayan etkiler frekanstaki kayma ile ilişkilidir [25]. Daha yüksek dereceden harmoniklerin salınım genlikleri temel mod salınım genliğine göre daha küçüktür. Dolayısıyla eğer genlikleri artırılmazsa Frekans Modülasyonundan daha fazla bilgi vermezler. Eğer rezonans artırma yöntemi ile yüksek dereceden harmoniklerin genlikleri artırılırsa yüzeyden toplanan bilgi miktarı mutlaka artacaktır [26]. Dahası da, temel mod titreşim genliği A, yüksek dereceden harmoniklerin titreşim genliklerini ölçülebilir ve mantıklı bir değerde olmasını sağlayacak kadar küçük olduğunda, yüksek harmonikler sadece frekanstaki kayma bilgisine bağlı değillerdir. Frekanstaki kaymaya ek olarak yüksek dereceden kuvvet gradyenleri hakkında da bilgi taşırlar [14].

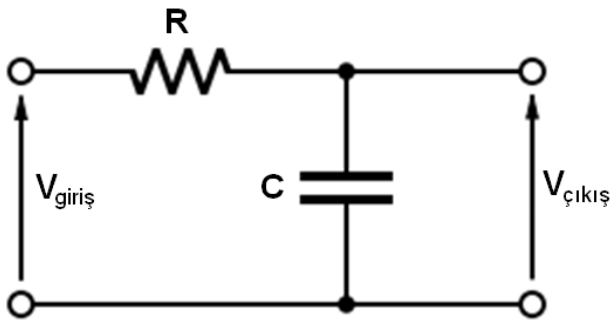
4.2 Deneysel Düzenek

Çevre koşullarında çalışabilen AKM eğer tek sürücü frekansına sahip olacaksa bir adet Faz Kilitlemeli Döngü (PLL) dediğimiz elektronik devreye sahip olmalıdır. Amaç AKM' yi çoklu frekansta çalıştırmak olduğundan AKM düzeneğine ek olarak ikinci bir PLL kullanılmalıdır. Daha sonra birleşmiş olan sinyalle yüzeyde bilgi toplanır ve cevap sinyali elde edilir. Her bir rezonans frekansına ait bilgileri ayrı ayrı incelemek için bu iki sinyali birbirinden ayırmak gereklidir. Bunun için Alçak-Geçirgen ve Yüksek-Geçirgen diye adlandırılan yüksek frekanslı ve düşük frekanslı sinyalleri geçiren filtreler kullanılır.

4.2.1 Alçak-Geçirgen filtre ve Yüksek-Geçirgen filtre

Alçak-Geçirgen filtreler, üzerine gelen karma sinyalden düşük frekanslı sinyali geçiren, yüksek frekanslı sinyalin ise genliğini düşürerek geçmesini engelleyen

filtrelerdir. Hangi frekanstan itibaren kesilim yapılacağı kullanılan direnç ve kapasitör değerleri ile belirlenir.



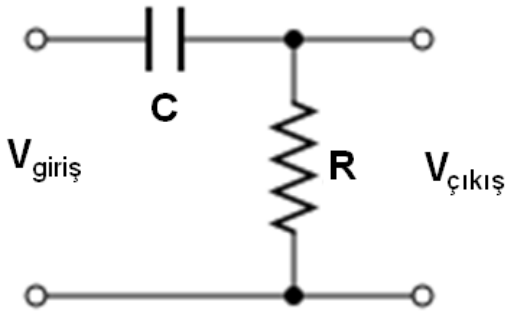
Şekil 4.2: Alçak-Geçirgen Filtre

Şekil 4.2' de birinci dereceden bir filtrenin şeması görülmektedir. Burada kesilim frekansı;

$$f = \frac{1}{2\pi RC} \qquad \textbf{(4.7)}$$

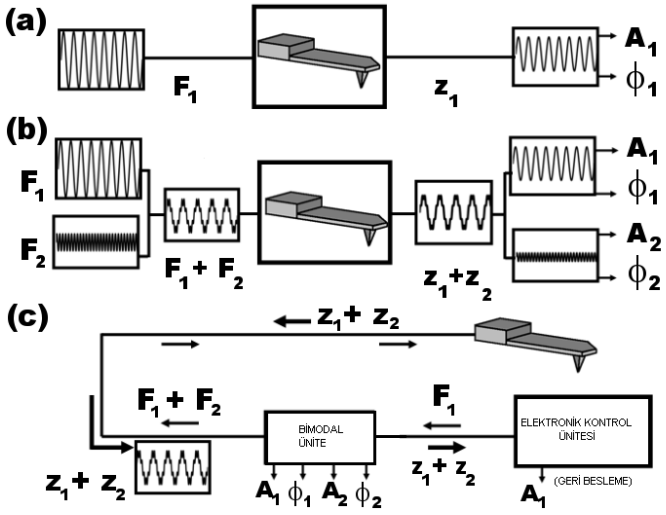
ifadesiyle elde edilir. Devrede kullanılan direnç ve kapasitör değerlerine göre hesaplanan bu f değerinden büyük frekans değerlerine karşı filtre tutucu pozisyondadır ve büyük frekansları geçirmez.

Diğer yandan Yüksek-Geçirgen filtre **(4.7)** ifadesiyle elde edilen frekans değerinden daha büyük frekans değerlerini geçiren bir tutucu olarak görevlidir. Birinci derece bir filtre için devre şeması;



Şekil 4.3: Yüksek-Geçirgen Filtre

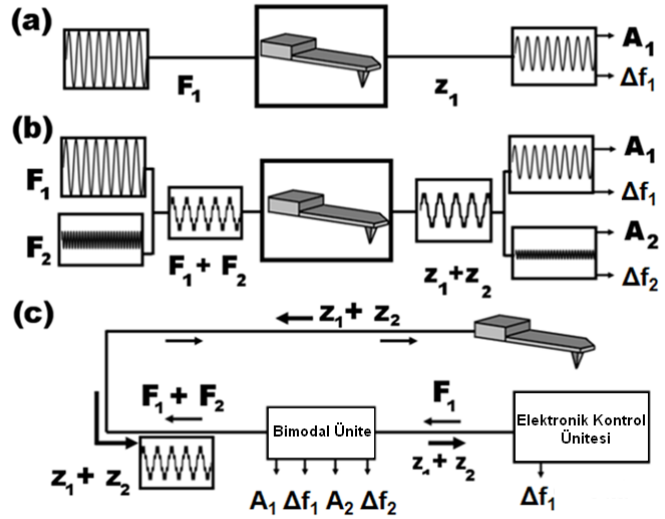
C ve R sırayla kapasitör ve direnç anlamına gelmektedir.



Şekil 4.4: Çoklu Frekanslı GM-AKM için Çalışma şeması

Şekil 4.4' te (a), tek sürücü frekansıyla ve Yarı-Temas modunda çalışma şemasıdır [27]. Yay sürücü kuvveti ile sürülür, geri besleme mekanizması titreşim genliğini sabit tutarken titreşim genliği ve fazdaki değişimler gözlemlenir. (b) Çoklu sürücü frekansı ile ve Yarı-Temas modunda çalışma şemasıdır. Yay genelde ilk iki rezonans frekansında eş zamanlı olarak uyarılır. Geri besleme mekanizması birinci rezonans frekansını referans alarak salınım genliğinin sabit kalmasını sağlarken iki rezonans frekansının da salınım genliklerindeki ve fazlarındaki değişimler gözlemlenir. (c) kısmı ise; çoklu sürücü frekansında görüntü alırken işlem yolunu göstermektedir.

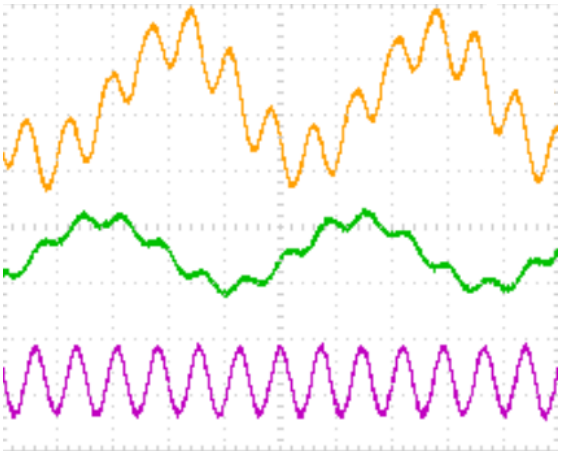
Frekans Modülasyonu AKM' de elde edilen bilgiler ve geri besleme mekanizmasını kontrol eden nicelik biraz farklıdır.



Şekil 4.5: Çoklu Frekanslı FM-AKM için Çalışma şeması

Şekil 4.5’ te (a), tek sürücü frekansı ile gerçekleştirilen FM-AKM’ yi gösterirken (b) çoklu frekansta çalıştırılan FM-AKM’ yi göstermektedir. Şekilden de anlaşılacağı üzere frekans modülasyonu modunda genlik ve rezonans frekansındaki değişimler gözlemlenir. Birinci rezonans frekansındaki kaymalar geri besleme mekanizması tarafından kullanılırken topografi, genlikteki değişim ve geri besleme mekanizmasına ait hata sinyali alınır. İkinci rezonans frekansından ise genlikteki değişim ve rezonans frekansındaki kayma miktarı bilgileri elde edilir.

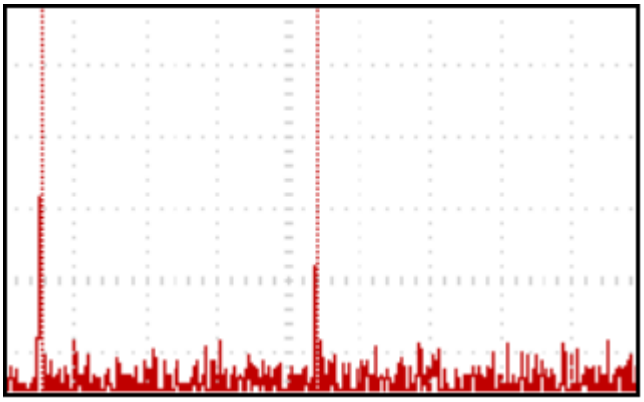
Nanomanyetik Bilimsel Cihazlar Ltd. Şti.’ den alınan USB PLL ile yayın ilk iki rezonans frekansına ait sinyaller birleştirildikten sonra bu sinyal yayı titreştiren sürücü kuvvet olarak kullanıldı.



Şekil 4.6: Yayı Titreştiren Sürücü Sinyalin Osiloskop Görüntüsü

Yayın birinci ve ikinci rezonans frekansına ayarladığımız PLL’ ler sayesinde bu iki sinyalin birleşmiş halini yayı titreştirmek için kullandık. Şekil 4.6’ yeşil renkte olan sinyalde yayı titreştiren ve yayın ilk iki rezonans frekansını içeren sinyali görmekteyiz. Sarı renkte olan sinyal yüzeyden gelen bilgiyi, mor renkte olan sinyal ise yayın ikinci rezonans frekansına ait sürücü kuvvetini göstermektedir.

Ayrıca bu sinyallerin FFT görüntüsünü de osiloskoptan elde ederek rezonans frekanslarını kontrol edebiliriz. Şekil 4.7’ de sürücü kuvvetine ait FFT sinyali görülmektedir. Büyük genlikteki ilk tepe noktası yayın birinci rezonans frekansına, ikincisi ise yayın ikinci rezonans frekansına karşılık gelmektedir.

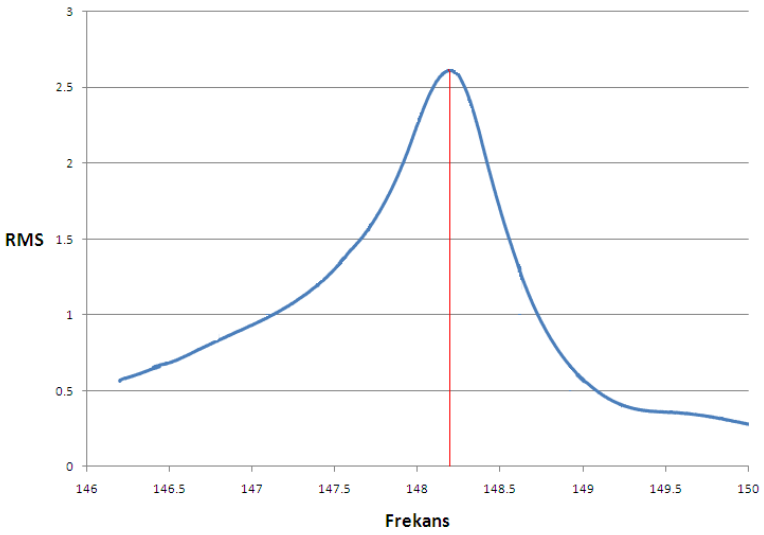


Şekil 4.7: Yayı Titreştiren Sürücü Sinyalin FFT Görüntüsü

Burada birinci rezonans frekansı 89.380 kHz, ikinci rezonans frekansımız ise yaklaşık 558.300 kHz olarak ölçülmüştür. Sarı olan sinyalde üst üste binmiş iki tane sinüs sinyali görülmektedir. Bunlardan büyük genlikte olanı birinci rezonans frekansına ait, büyük genlikli sinüs sinyalinin üstüne binmiş küçük genlikteki sinüs sinyali ise ikinci rezonans frekansına ait sinyallerdir. İki rezonans frekansını içeren karma sürücü kuvveti yayı, yayın arkasına yerleştirilmiş titreştirici piezo sayesinde sürer ve yay yüzeyle etkileşim halinde iken sapmalarını fotodedektör yardımıyla belirleriz. Daha sonra yüzeyden bilgileri toplayan karma çıkış sinyali iki kola ayrılır ve her kolun önüne düşük frekanstaki ve yüksek frekanstaki sinyalleri birbirinden ayırmak için filtreler yerleştirilir ve bu iki farklı sinyalin verdiği farklı bilgileri görüntüye dönüştürmek için birinci veya ikinci rezonans frekansından bir tanesi bizim için referans olup geri besleme mekanizmasına gönderilmelidir. Seçilen sinyal geri besleme mekanizmasına gönderildikten sonra, PLL sayesinde faz kayması ve bizim girdiğimiz genlik değerindeki değişimleri veren hata sinyalini görüntüye dönüştürmenin yanı sıra topografi, bizim belirlediğimiz titreşim genliği değerini sabit tutmak için tüp piezoya verilen DC voltaj sayesinde belirlenir. Yatay yöndeki tarama (x, y yönleri) ise tüp piezoya verilen diğer bir DC voltajı ile belirlenir. Tüp piezonun çalışma şeklini ve görünümünü ikinci bölümde incelemiştik. Titreşim genliğini geri besleme mekanizmasına göndermek ve hata sinyalini girilen genlik değerine göre belirlemenin Genlik Modülasyonu AKM modunda olduğu daha önce belirtilmişti. Kontak dışı AKM modunda ise geri bezleme mekanizmasını genlikteki değişimlerle kontrol etmek yerine, yüzey etkileşimi esnasında yayın rezonans frekansındaki kaymalar referans sinyali olarak kullanılır ve hata sinyali de buradan elde edilir. Çf-AKM' de, aynen FM-AKM' de olduğu gibi rezonans frekanslarından bir tanesi seçilir ve geri besleme mekanizmasına gönderilir ve devre tamamlanır. Sonuç olarak

yüzeyden, her iki frekans için genlikteki değişimler, geri besleme mekanizmasına gönderilen sinyal için topografi ve hata sinyalinin görüntüsü ve diğer rezonans frekansına ait rezonanstaki kayma sonuçları elde edilir.

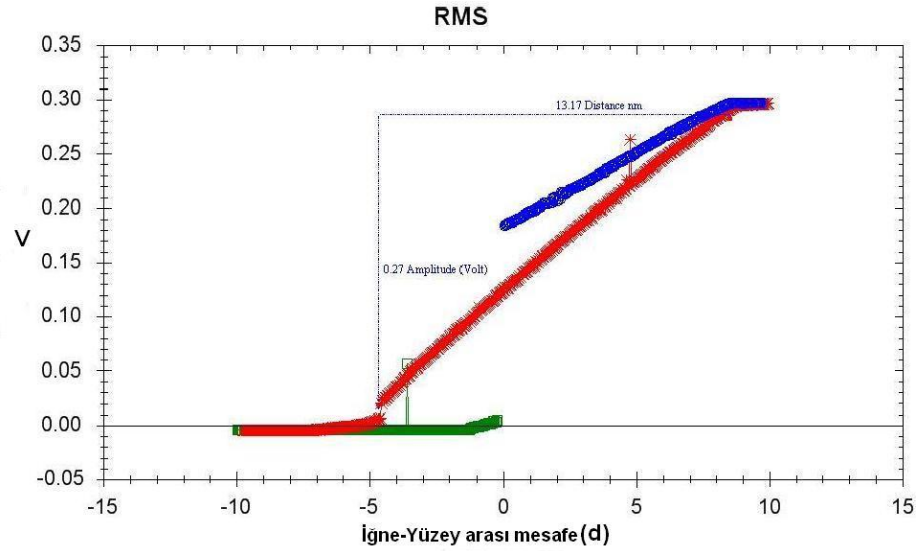
Görüntülemede belirlenen parametreler, kullanılan iğne-yay sistemi ve doğru çalışma modu seçimi en önemli faktörlerdendir. Yayımızın rezonans frekansını net bir şekilde bilmek hem GM hem de FM-AKM için hatta AKM' nin çalışabildiği her modu için önemli bir referans noktasıdır. Yayı titreştiren kuvvetin genliği rezonansı doğru bir şekilde belirlemede etkin parametrelerdendir.



Şekil 4.8: Yay Rezonans Eğrisi

Kullanılan yayın rezonans frekansını belirlemek görüntülemedeki ilk adımdır. Yayın rezonans frekansını belirlerken, yayı dış kuvvetle (kuvvetin frekansı sıfırdan bizim belirlediğimiz üst sınıra kadar değişecek şekilde) süreriz. Elde edilen en büyük titreşim genliğinin hangi frekans değerine karşılık geldiğini belirler ve bu değeri yayın rezonans frekansı olarak atarız. Burada rezonansın sistemden maksimum enerjinin soğurulacağı durum olduğu bilgisi işimizi kolaylaştırmaktadır. Rezonans frekansını belirledikten sonra faz kaymalarını belirlemek için faz için referans noktası belirlenir. Bu referans noktası sayesinde tarama esnasında değişen faz takip edilir ve fazdaki kaymalar görüntüye dönüştürülür. Faz kaymasında yüzeyin kimyasal yapısını belirlemede başrol oynar. Rezonans eğrisinin sivriliği yayın kalite faktörü ile orantılıdır. Kalite Faktörü, sisteme verilen enerjinin kayıp enerjiye oranı olarak tanımlanır. Ayrıca rezonans eğrisinin sivriliğinin bir ölçüsüdür.

Kullanılan yayların özellikleri geometrisine göre farklılık göstermektedir. Uygulamanın kolaylığı ve çalışma modlarına uygunluğu açısından birinci rezonans frekansı 40 kHz ile 350 kHz arasında değişen yaylar kullandık.



Şekil 4.9: Yayın Titreşim Genliği Hesabı

Yayın titreşim genliğini belirlemek için basit bir yöntem kullanılmaktadır. Yay-yüzey arası mesafe değiştirilerek yayın titreşim genliğine bakmak bize yayın ne kadar titreştiği bilgisini vermektedir. Şekil 4.9' da yapılan uygulamada izlenen yol; önce yüzey ile iğnenin etkileşime geçmesi sağlanır (mavi çizginin en alt noktasına karşılık gelmektedir). Yüzeyle iğne arasındaki etkileşim sıfır olana kadar iğne yüzeyden çekilir (bu adım mavi çizgi ile gösterilmiştir). Daha sonra yaya dışarıdan genliği değişen bir kuvvet uygulanarak yüzeye değene kadar zorlanır (grafikte kırmızı kısma karşılık gelmektedir). Yüzeye değme durumunda titreşim genliği sıfır olacaktır (grafikte kırmızı çizginin en alt noktasına karşılık gelmektedir). Daha sonra iğne üzerindeki kuvvet kaldırılarak iğne geri çekilmeye başlar (yeşil çizgiye karşılık gelmektedir). İğne zorlanıp yüzeyle temasa geçirildikten sonra geri çekilmeye başlandığında iğne yüzeye yapıştığından hemen ayrılmaz. Bunu da grafikten kırmızı çizginin en alt noktası ile yeşil çizginin uzunluklarının farklı olmasından görebiliriz. Burada kırmızı grafiğin maksimim ve minimum noktaları arasındaki yatay eksendeki fark bize titreşim genliğinin 2 katının RMS değerini vermektedir. Ayrıca yayı yüzeyden uzaklaştırırken ve yüzeye yaklaştırılırken oluşan histerisiz etkisini de kırmızı ve mavi çizgiler arasındaki farktan görebiliriz.

$$\Delta d = 2\sqrt{2}\,\Delta V \qquad \textbf{(4.8)}$$

(4.8) formülü yardımıyla titreşim genliğini uzunluk boyutunda belirleriz.

5. SONUÇLAR

Sistemimizin kalibrasyonunu yapmak ve Çoklu Frekanslı Atomik Kuvvet Mikroskobu' nun çalışma performansını artırmak için kullanılan parametreler ve örnekler değiştirilerek birçok deney yapıldı. Ayrıca bu deneyler yapılırken farklı uzunluklarda (2, 1 ve 0.5 inch) tarayıcı tüp piezolar kullanıldı. Farklı uzunluklardaki piezolar farklı tarama alanları ve farklı çözünürlük imkânı sağlamıştır [28].

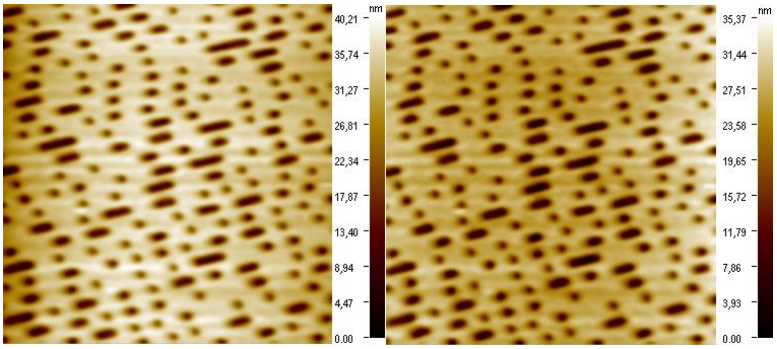
5.1 Sistemin Optimizasyonu

Sürücü kuvveti tek bir frekansı içerdiğinde, birinci veya ikinci rezonans frekansından bağımsız olarak yayı süren kuvvetin şiddeti ne olursa olsun, görüntüleme performansının en iyi olduğu bölge;

$$\frac{A}{A_0} \sim 0{,}6 \qquad \textbf{(5.1)}$$

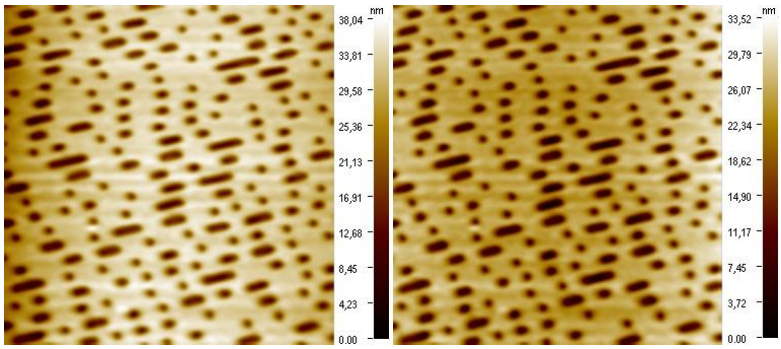
civarında olduğu yapılan deneylerle gözlenmiştir. Burada A değeri bizim belirlediğimiz, iğne yüzeyle etkileşim halindeyken salınım genliğidir. A_0 değeri ise sürücü kuvvetinin sağladığı, yay-iğne gurubu yüzeyden uzakta olduğunda ki serbest titreşim genliğidir. Yapılan deneylerde A_0 ne olursa olsun iki genliğin oranlarının yaklaşık 0,6~0,7 olduğunda alınan görüntülerin özelliklerinin ve kalitesinin daha iyi olduğu anlaşılmıştır.

Bu doğrultuda sistemin optimizasyonunu yapmak ve görüntülemedeki etken parametreleri belirlemek için referans örneği olarak Blu-Ray disk seçtik. Kullandığımız yayın birinci rezonans frekansını 149 kHz ikinci rezonans frekansını ise 932 kHz olarak belirledik. Geri besleme mekanizmasını ikinci rezonans frekansına bağlı olarak kontrol edilen sistemle, iğne-yüzey etkileşimi varken genlik oranlarını değiştirerek sonuçlar elde ettik. Burada serbest titreşim genliğini sabit ve 680 mV değerinde sabit tuttuk. Tarama alanı 4x4 μm^2 olarak belirlendi.



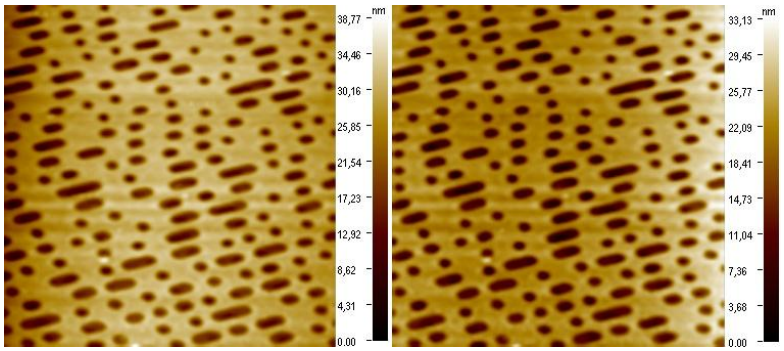
Şekil 5.1: Blu-Ray Disk Topografi (A=300 mV)

Yukarıdaki görüntü, titreşim genliği 300 mV değerinde tutulduğunda elde edilmiştir. Birinci görüntü ileri yönde tarama yapılırken alınan sonuç, ikinci görüntü ise geri yönde tarama yapılırken alınan sonuçtur.



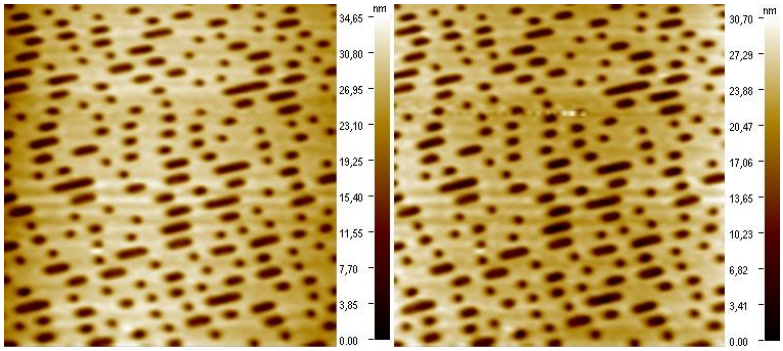
Şekil 5.2: Blu-Ray Disk Topografi (A=350 mV)

Daha sonra görüntülemedeki hiçbir parametreyi değiştirmeden sadece etkileşim esnasındaki titreşim genliğini 350 mV yaparak Şekil 5.2' deki sonuçları elde ettik. Görüntü kalitesinin değişimini gözlemlemek için genlikleri biraz daha değiştirdik.



Şekil 5.3: Blu-Ray Disk Topografi (A=400 mV)

Genlik değerini 400 mV' a getirdiğimizde görüntü kalitesinin açıkça arttığını gördük.



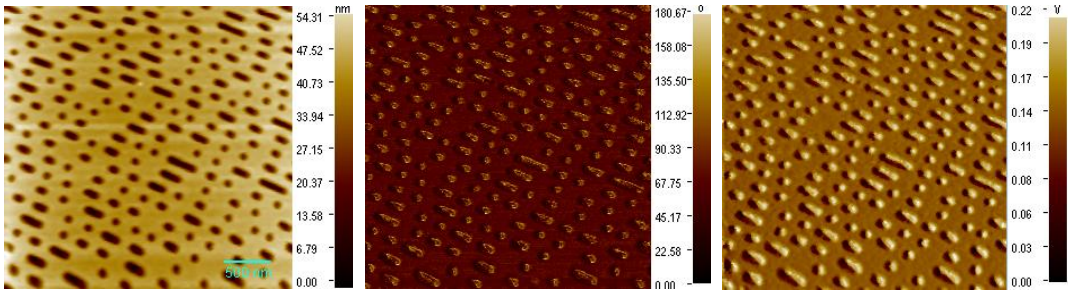
Şekil 5.4: Blu-Ray Disk Topografi (A=450 mV)

Genlik değerini 450 mV' a getirdiğimizde de görüntü kalitemiz kendini korumaya devam etti. Genlik değerini daha da artırdığımızda kalitenin tekrar düştüğünü gördük. Burada titreşim genliğini serbest salınım genliğinden küçük girerek yüzeye yakın bölgelerde itici kuvvet alanı bölgesinde çalışmayı garanti etmiş oluyoruz.

5.2 Tek Frekanslı ve Çoklu frekanslı AKM ile Elde Edilen Sonuçlar

Sistemin çalışma şekli anlaşıldıktan sonra tek sürücü frekansını içeren kuvvetle dinamik modda bazı çalışmalar yapıldı. Şekilde Blu-Ray disk yüzeyinin Atomik Kuvvet Mikroskobu görüntüleri bulunmaktadır. GM-AKM ile elde edilen görüntüler, bize disk yüzeyini net bir şekilde göstermektedir.

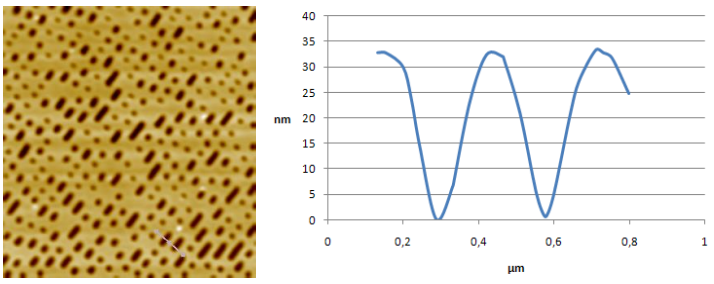
(Topografi) (Faz Kayması) (Rms Genlik)



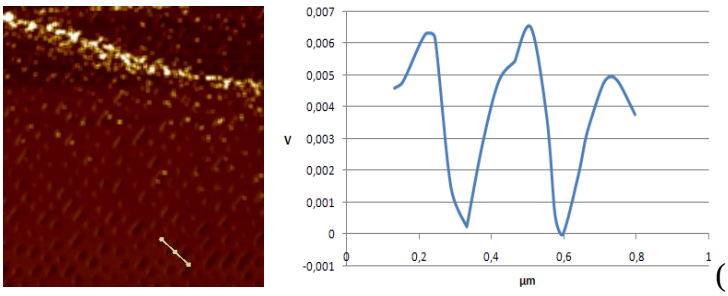
Şekil 5.5: Blu-Ray Disk Yüzeyinin Görüntüsü

Şekil sırasıyla yüzey topografisi, faz kayması görüntüsü ve hata sinyali görüntüsünü içermektedir. Disk üzerine yazılmış olan bit' ler koyu renkte görülmektedir. Derinlikleri yaklaşık 40-60 nm civarında ve genişlikleri yaklaşık 300 nm civarındadır. Şekil 5.5' de Blu-Ray disk yüzeyinin, belirlenen referans faz değerine göre tarama esnasındaki faz değişimi görünmektedir. Bu görüntü bize yüzeydeki enerji kaybı hakkında bilgi verir. Sonuçlardan anlaşıldığı gibi girilen her parametre

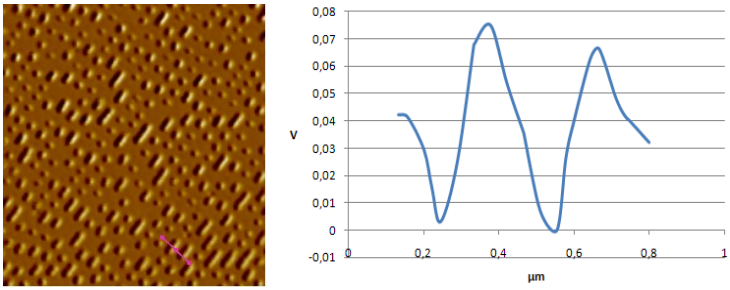
ve geri besleme mekanizmasından elde edilen değerlerle yüzey hakkında farklı bilgilere sahip olmaktayız.



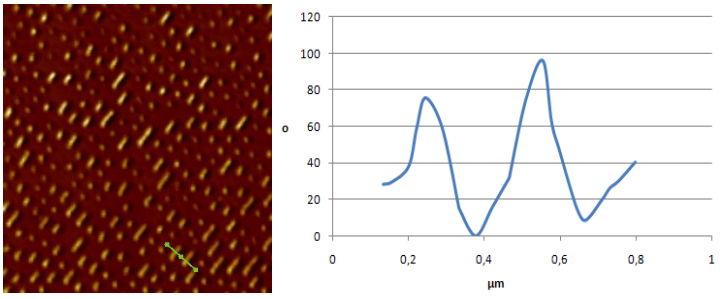
(Topografi)



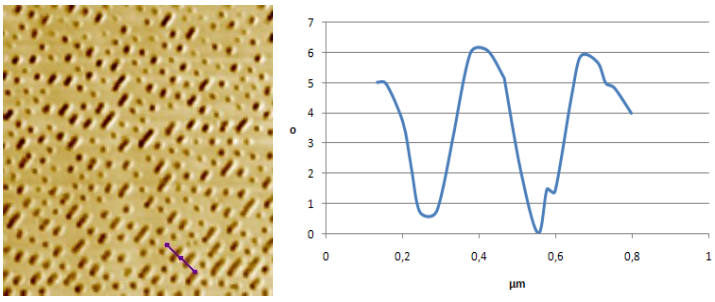
(1. Rezonans RMS)



(2. Rezonans RMS)



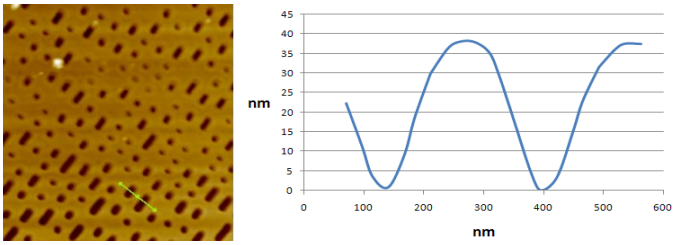
(1. Rezonans Faz Kayması)



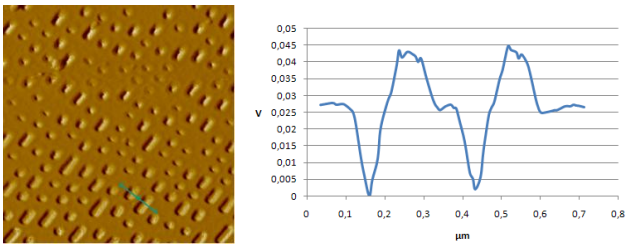
(2. Rezonans Faz Kayması)

Şekil 5.6: Blu-Ray Disk Genlik Modülasyonu ÇF-AKM Görüntüleri

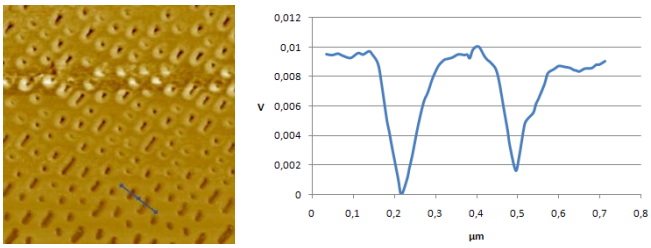
Aynı örnek üzerinde yapılan Çoklu Frekanslı AKM çalışmaları da bize farklı bilgiler sunmaktadır. Şekil 5.6' da Çoklu Frekanslı GM-AKM ile elde edilmiş sonuçlar bulunmaktadır. Burada yayın serbest titreşim genliği 1300 mV, ilk rezonans frekansı 90 kHz ve etkileşim halinde yay titreşim genliği 700 mV olacak şekilde ayarlanmıştır.



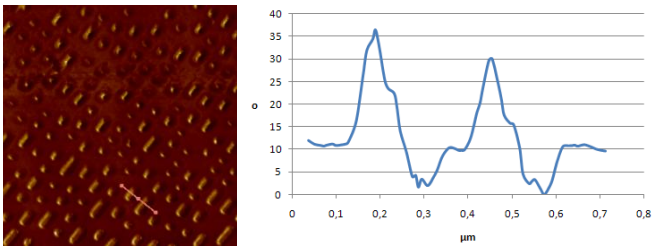
(Topografi)



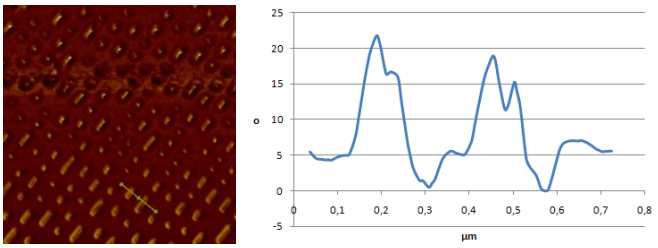
(1. Rezonans Rms)



(2. Rezonans Rms)



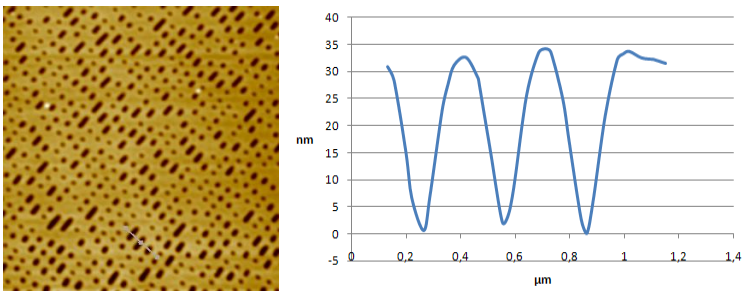
(1. Rezonans Faz)



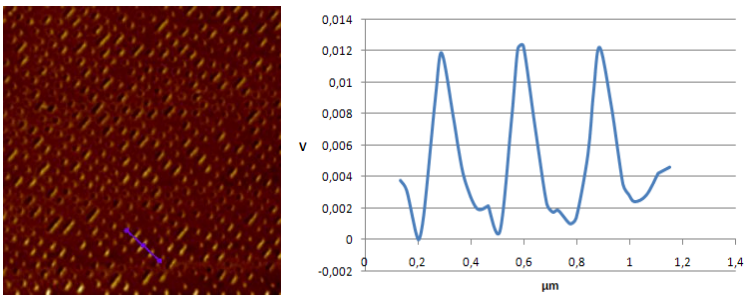
(2. Rezonans Faz)

Şekil 5.7: Blu-Ray Disk Genlik Modülasyonu ÇF-AKM Görüntüleri (2)

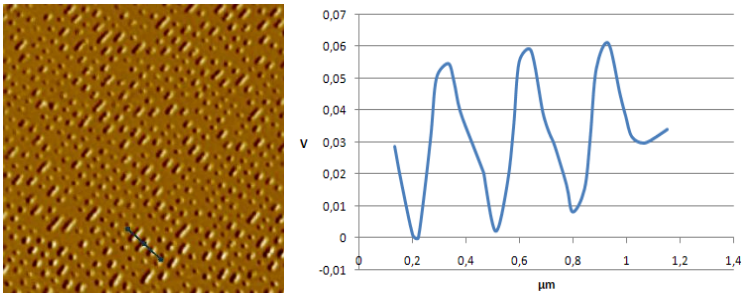
Etkileşim anındaki titreşim genliğini 1000 mV yaparak aynı bölge üzerinde aldığımız sonuçlara göre itici-kuvvet bölgesinden çekici-kuvvet bölgesine doğru yaklaştığımızda ikinci rezonans frekansına ait faz kaymasının arttığını gördük.



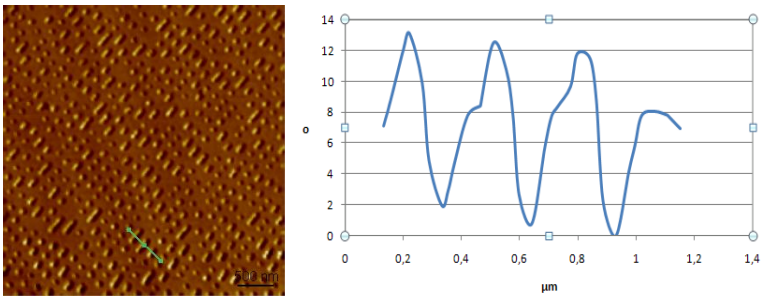
(Topografi)



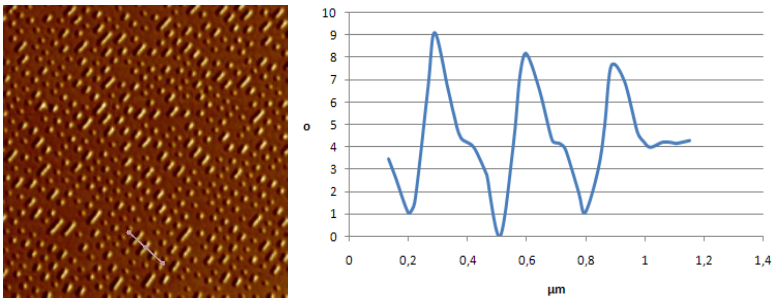
(1. Rezonans Rms Genlik)



(2. Rezonans Rms Genlik)



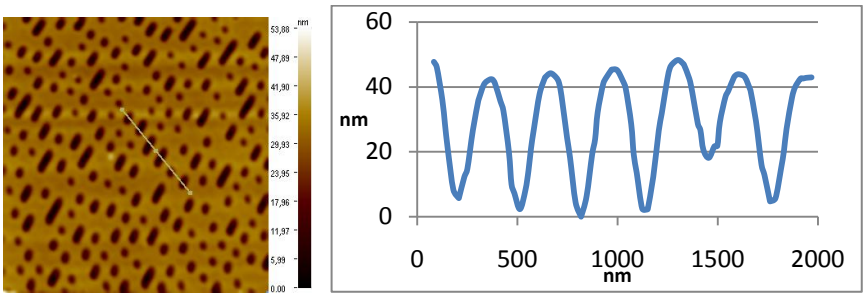
(1. Rezonans Faz)



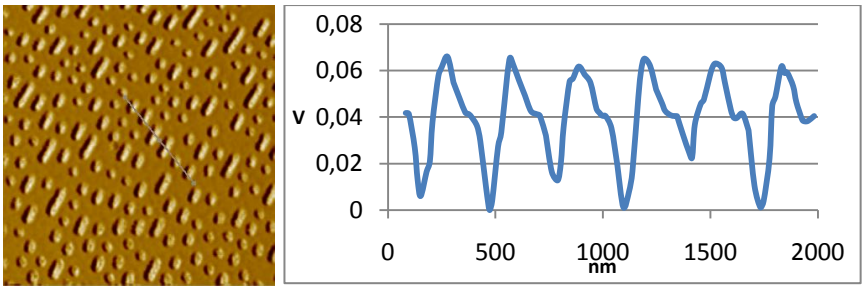
(2. Rezonans Faz)

Şekil 5.8: Blu-Ray Disk Genlik Modülasyonu ÇF-AKM Görüntüleri (3)

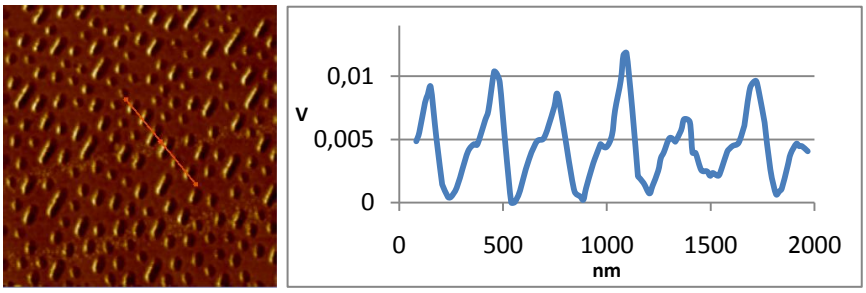
Aynı bölgenin aynı ölçüm değerleri ile alınan görüntüsü de bize faz kaymalarının birbirine yaklaştığını göstermektedir.



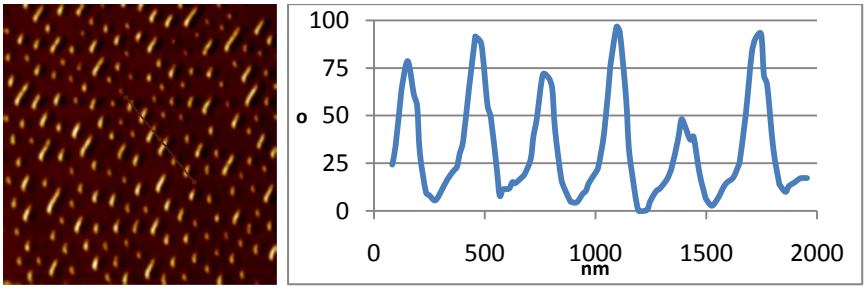
(Topografi)



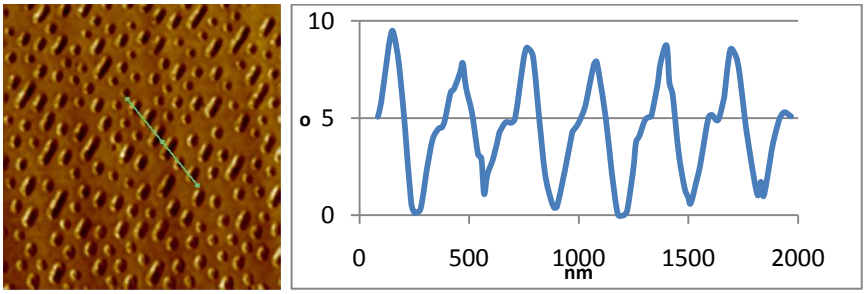
(1. Rez Rms)



(2. Rez Rms)



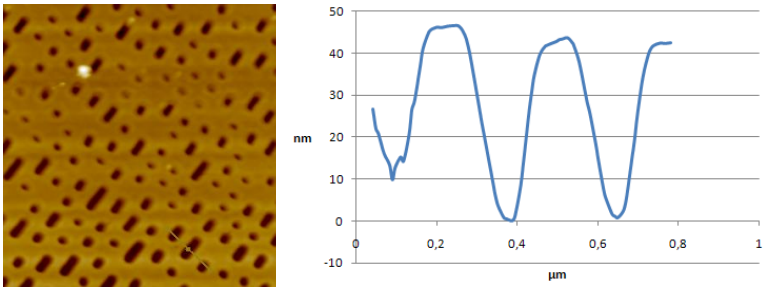
(1. Rez Faz)



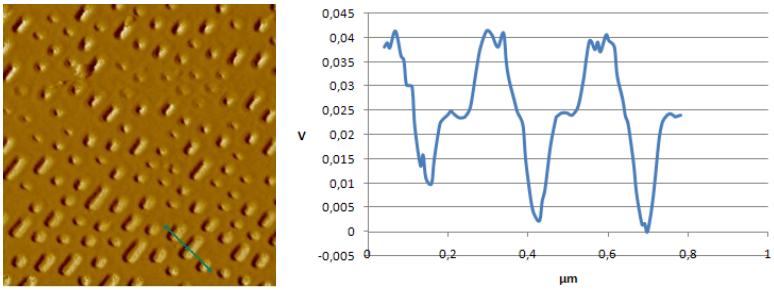
(2. Rez Faz)

Şekil 5.9: Blu-Ray Disk Genlik Modülasyonu ÇF-AKM Görüntüleri (4)

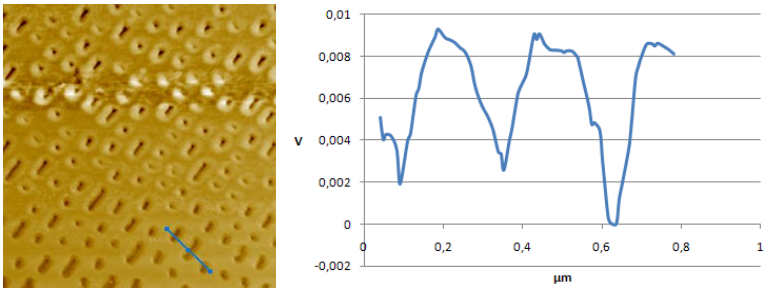
Bulduğumuz sonuçları desteklemek için serbest titreşim genliğini 1500 mV yapıp, etkileşim varken yayın osilasyon genliğini 900 mV yaparak Şekil 5.9' da bulunan sonuçları elde ettik.



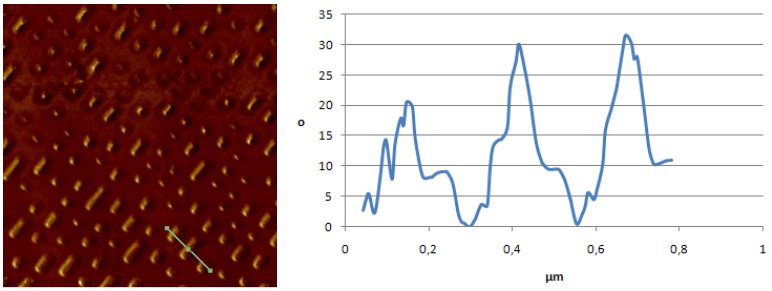
(Topografi)



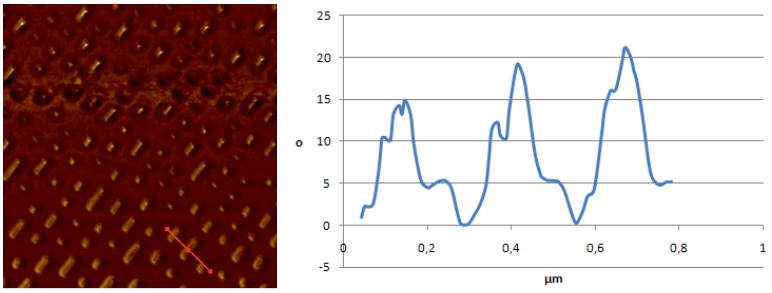
(1. Rez Rms)



(2. Rez Rms)



(1. Rez Faz)



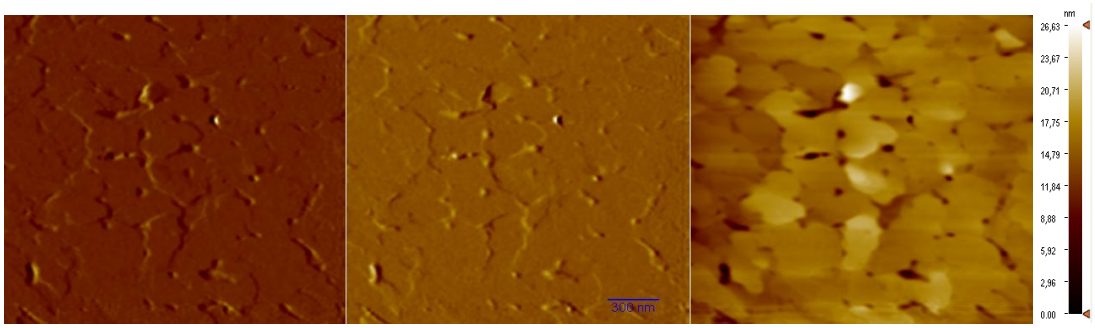
(2. Rez Faz)

Şekil 5.10: Blu-Ray Disk Genlik Modülasyonu ÇF-AKM Görüntüleri (5)

Bizim belirlediğimiz ve geri besleme mekanizması tarafından kontrol edilen titreşim genliğini serbest titreşim genliğine yaklaştırdığımızda ilk iki rezonans frekansına ait faz kaymalarının birbirine eşitlendiğini gördük. Şekil 5.10' da serbest titreşim genliği 1500 mV, etkileşim anındaki genlik ise 1100 mV' dur. Şekil 5.9 ve 5.10 incelendiğinde itici kuvvet alanından uzaklaştıkça ikinci rezonans frekansına ait faz kaymasının baskınlaştığı belli olmaktadır. Bu sonuç bize ikinci rezonans frekansının uzun menzilli kuvvetlere yani çekici kuvvet alanı bölgesinde daha duyarlı olduğunu göstermektedir.

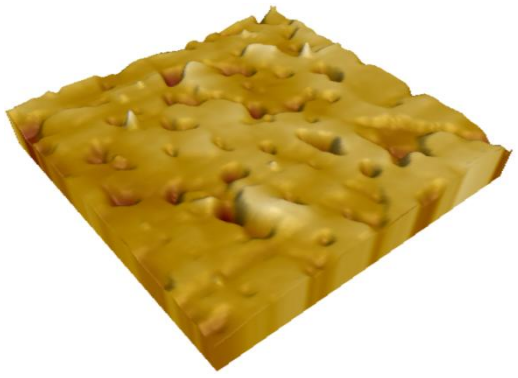
Değişik örneklerle yapılan çalışmalar arasında temiz altın [Au(111)] yüzeyi de bulunmaktadır.

(Faz Kayması) (Rms Genlik) (Topografi)



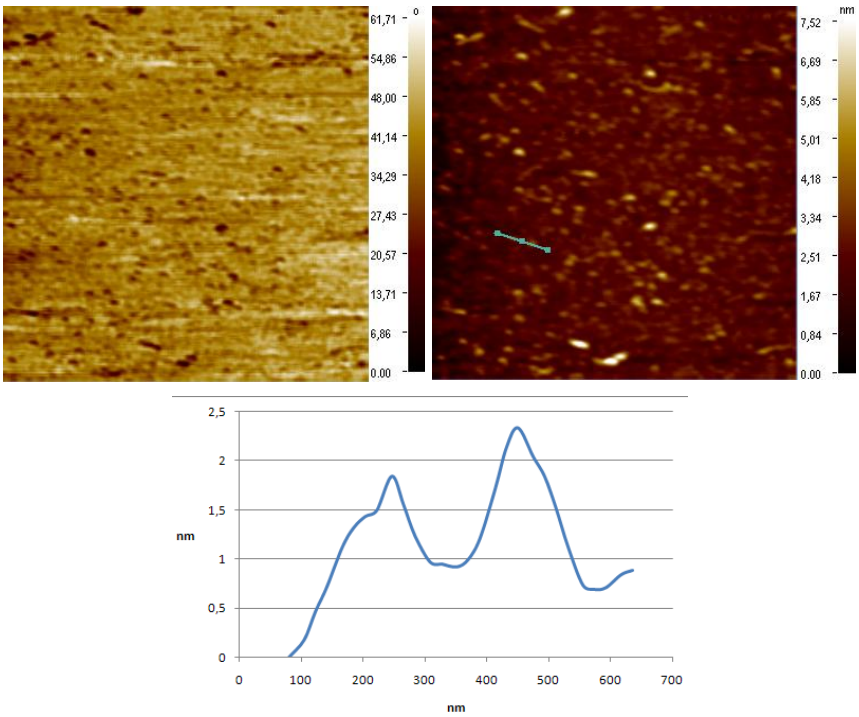
Şekil 5.11: Temiz Au(111) Yüzeyi

Şekilde temiz Au(111) yüzeyinin sırasıyla Faz Kayması, Rms Genlik ve Topografi görüntüsü bulunmaktadır. Yüzey tarama alanı 3x3 μm^2 , serbest titreşim genliği 1830 mV ve iğne-yüzey etkileşimi halindeyken titreşim genliği ise 1000 mV olarak ayarlanmıştır. Bu görüntü GM-AKM modunda ve ilk rezonans frekansı 164 kHz olan yay ile elde edilmiştir.



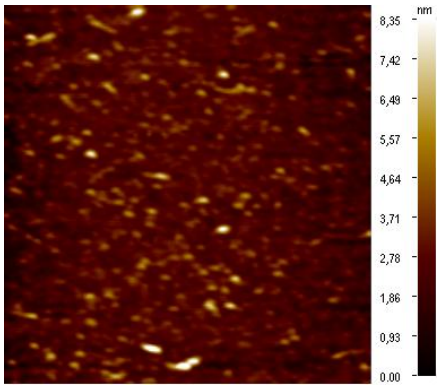
Şekil 5.12: Au(111) Yüzey 3-D Görüntüsü

AKM yüzey özelliklerini belirlemenin yanı sıra yüzeyin 3 boyutta görüntüsünü de elde edebilmektedir. Şekil 5.12 de Au(111) yüzeyinin yüksek çözünürlüklü 3-d görüntüsü bulunmaktadır.



Şekil 5.13: Mika Yüzeyindeki Fibriller

Şekil 5.13' de temiz mika yüzeyine tutturulmuş fibrillerin GM-AKM ile elde edilmiş faz ve topografi görüntüsü bulunmaktadır. Boyutları 2-3 nm civarında olan bu özel proteinler bir araya gelerek uzunlukları 20 nm' den 200 nm' ye kadar ulaşan ipliksi şekilde bulunabilirler. Yüzeyin faz kayması görüntüsünden farklı kimyasal yapıdaki bölgeler kolayca ayırt edilebilmektedir. Yüzeydeki fibril konsantrasyonunu değiştirerek yeni bir örnek hazırlandı ve topografisi GM-AKM ile elde edildi.

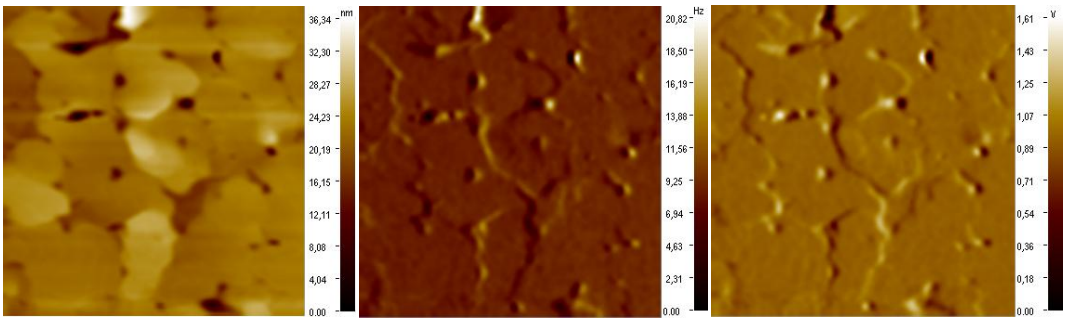


Şekil 5.14: Mika Yüzeyindeki Fibriller (2)

Yüzeyde yer alan fibrillerin, konsantrasyonu değiştirdiğimizde belirginliğini artırmıştır. Burada tarama alanları eşit ve 5x5 μm^2 ‘ dir.

Genlik Modülasyonu ile yeterince deneme yapıldıktan sonra görüntülemeyi Frekans Modülasyonu AKM üzerine yoğunlaştırdık.

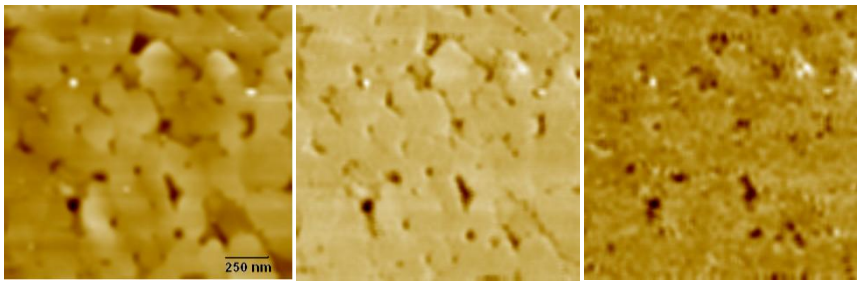
(Topografi) (Δf Görüntüsü) (Rms Genlik)



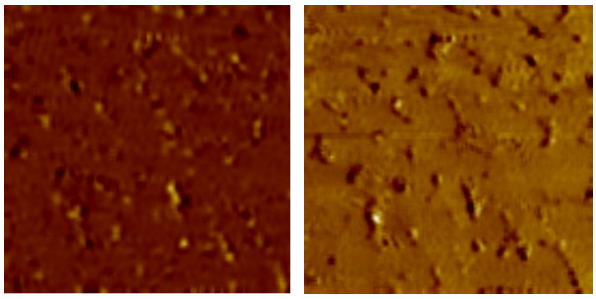
Şekil 5.15: Temiz Au(111) yüzeyi

Şekil 5.15’ da temiz Au(111) yüzeyinin FM-AKM ile elde edilmiş görüntüsü bulunmaktadır. 3x3 μm^2 ‘ lik alana karşılık gelen yüzey topografisi, frekanstaki kayma ve genlikteki değişimi gösteren yüzey görüntüleri yüksek çözünürlükle elde edilmiştir.

Topografi 1^{st} Rezonans Rms 2^{nd} Rezonans Rms



Hata Sinyali 2^{nd} Rezonans Δf

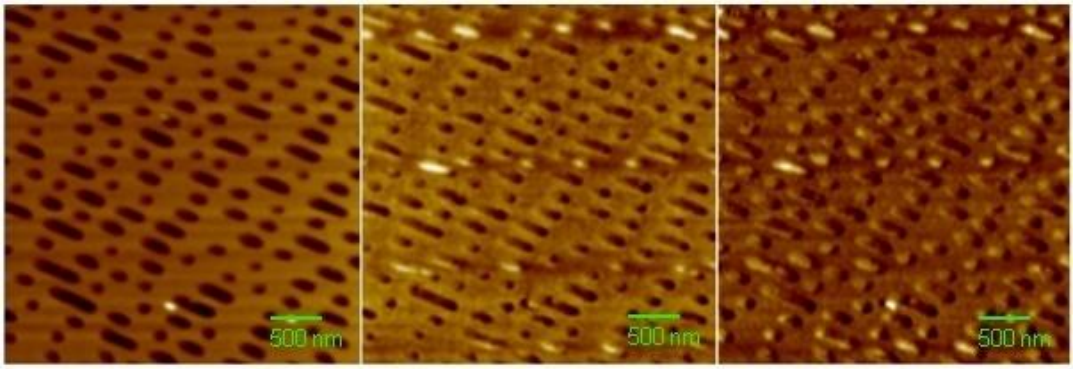


Şekil 5.16: Temiz Au(111) Yüzeyi

Şekil 5.16’ da Çoklu Frekanslı FM-AKM ile elde edilmiş yüksek çözünürlükte temiz altın yüzeyi görüntüsü bulunmaktadır. Çoklu frekanslı AKM’ nin kuvvet ölçümündeki hassasiyet artırımı yanında, alınan görüntülerin karşılaştırılması ve yüzeyden eş zamanlı toplanan bilginin arttırılması konusunda avantajları vardır. Bilindiği gibi kuvvetin mesafeyle değişimini ölçmek istediğimizde sabit bir nokta üzerinde yüzeye yaklaşıp uzaklaşır ve F-d eğrisi elde ederiz. F-d eğrisi iğne yüzeye yaklaşıp uzaklaşırken yaydaki sapmalar ölçülerek elde edilir. Fakat bu yöntem sabit bir yerde ve o anlık bir sonuç vermektedir. Tüm yüzeyin kuvvet spektroskopisini çıkarmak mümkündür fakat yüksek çözünürlük istendiğinde bu çok vakit alacak bir iştir. Yay geometrisini değiştirerek eş zamanlı olarak yüzey topografisi alırken kuvvet spektroskopisi yapmak mümkündür [29]. Yapılan çalışmada T şeklinde yaylar kullanılarak düşey yöndeki sapmalar sayesinde topografi, yayın yanal sapmalarından da faydalanıp torsiyonal kuvvetlerden yüzeyin kuvvet spektroskopisi elde edilmiştir. Kuvvet spektroskopisi yapabilmenin bir diğer yolu da Çoklu Frekanslı FM-AKM ile ölçüm almaktır. Daha önce bahsedildiği gibi Frekans Modülasyonu modunda küçük salınım genliği ile çalışıldığında frekanstaki kayma değerleri direkt olarak kuvvetin türeviyle orantılı olacaktır.

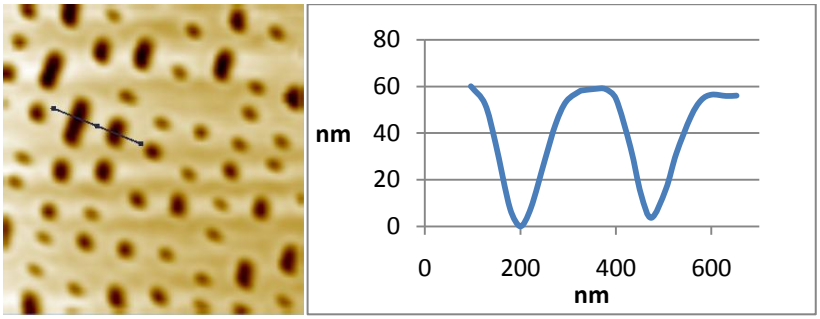
Dolayısıyla eğer ilk rezonans frekansı ile yüzey topografisini elde ederken ikinci rezonans frekansı ile yayın ikinci rezonans frekansındaki sapmaları ölçebilirsek sadece integral yardımıyla kuvvetin kendisini bulabiliriz. Burada yay iğne arası mesafe sonsuz olduğunda etkileşim kuvvetinin sıfır olacağı sınır koşulu olarak alınmalıdır. Santiago D. Solares 2008 yılında yaptığı ilk çalışmasında seri bağlı ve yay sabitleri farklı iki yay kullanarak kuvvet spektroskopisi ve yüzey topografisi almayı simülasyon olarak yapmıştır. Seri bağlı yayı her bir yayın rezonans frekansını içermek üzere iki frekansın karışımı ile uyarmıştır [30]. 2009 yılında yaptığı ikinci çalışmasında ise tek yay kullanıp bu defa yayı ilk iki rezonans durumu yerine ilk iki bükülgen modunda uyararak aynı çalışmanın simülasyonunu gerçekleştirmiştir [31]. Ayrıca Çoklu frekanslı FM-AKM ile yüzeyin elastisite bilgisi de elde edilebilir. Yüzeyin sertliğinin bir anlamda haritasını çıkarmayı ikinci rezonans frekansındaki kaymaları gözlemleyerek elde edebiliriz.

(a) Topografi (b) 2. Rezonans Rms Genlik (c) 2. Rezonans Delta-f

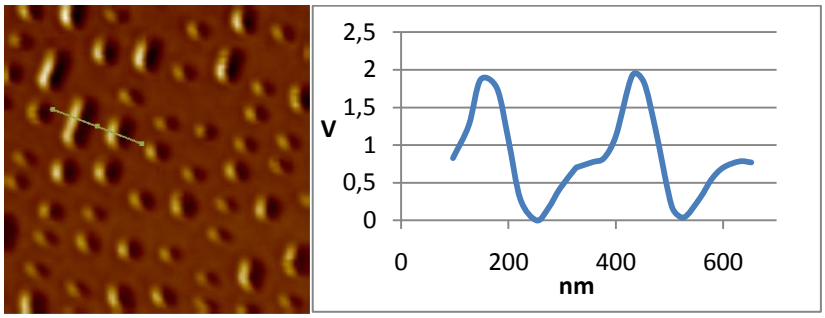


Şekil 5.17: Çoklu-frekanslı NC-AFM Görüntüsü

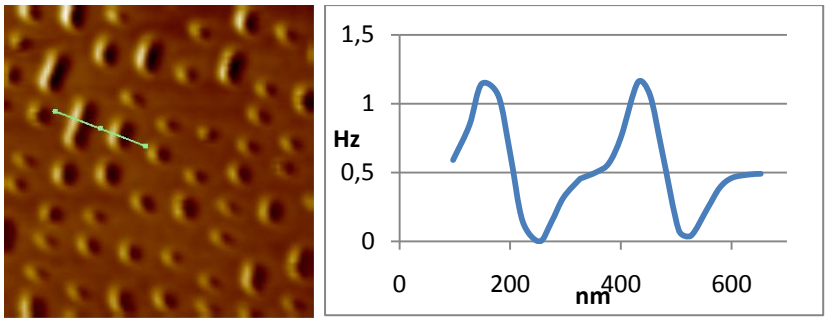
Birinci rezonans frekansı: 86546 Hz**,** İkinci rezonans frekansı: 460180 Hz. (a) Topografi görüntüsü, (b) İkinci rezonansın RMS genlik görüntüsü, (c) İkinci rezonans frekansının Delta-F görüntüsü. Şekilde Blu-Ray diske ait Çoklu Frekanslı AKM görüntüleri görülmektedir. Bu görüntüler FM-AKM modunda alınmıştır. Şeklin (b) ve (c) kısımları iğne yüzeyle etkileşim halindeyken birinci rezonans frekansına ait geri besleme mekanizmasının hata sinyali ve ikinci rezonans frekanslarındaki kaymaların haritasını göstermektedir. İkinci rezonans frekansındaki kaymalar etkileşim kuvvetinin gradyeniyle orantılıdır. Kuvvet gradyeninin, sonsuzda etkileşim kuvvetinin sıfır olacağı koşulu altında integrali bize yüzey kuvvet haritasını verecektir.



(Topografi)



(Rms Genlik)

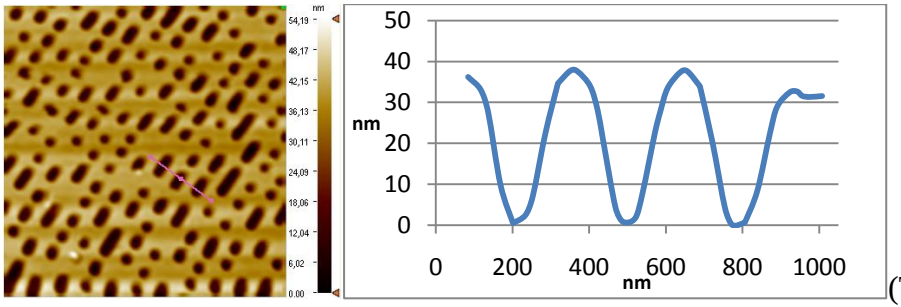


(Hata Sinyali)

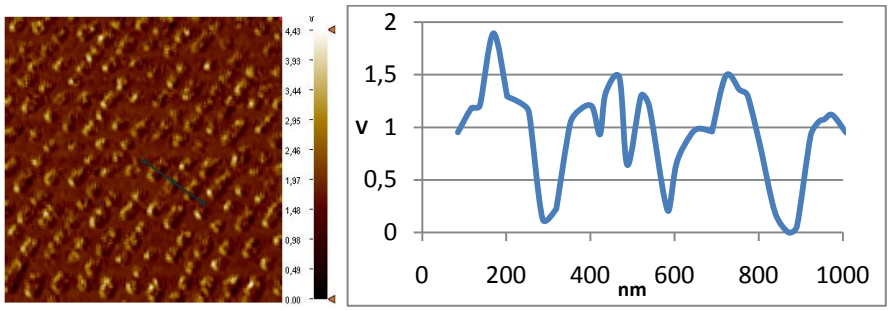
Şekil 5.18: Blu-Ray Disk FM-AKM Görüntüsü

Şekil 5.18' de sırasıyla Blu-Ray disk yüzey topografisi, Rms genlikteki değişim miktarları ve hata sinyali görüntüsü görülmektedir.

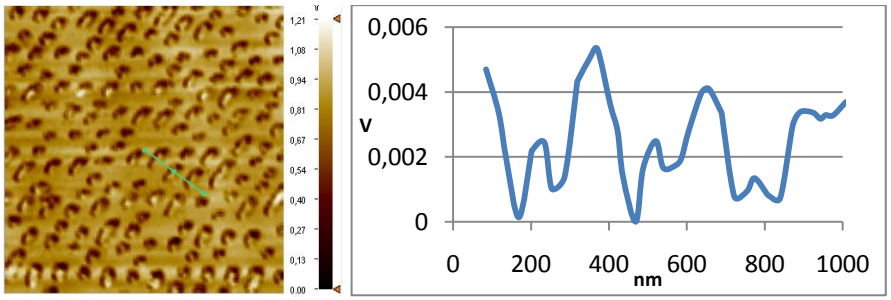
Çoklu Frekanslı Genlik Modülasyonu (Yarı Temas) AKM' nin kendi içinde iyi sonuçlar verdiği gözlenmiştir. Frekans Modülasyonu AKM' de literatürde bulunan birçok çalışmadan ve incelenen farklı örnekler üzerinde iyi sonuçlar verdiğinden çoklu sürücü frekansı ile dinamik modda FM-AKM yapmaya karar verdik çünkü çoklu frekanslı uyarma ile FM tekniğinin ikisi de kendi içlerinde iyi sonuçlar vermektedir. Ana fikir bu iki harika tekniği bir araya getirerek elde edilen sonuçların kalitesini artırmak ve yüzey hakkında eş zamanlı olarak elde edilen verinin sayısını arttırmaktı.



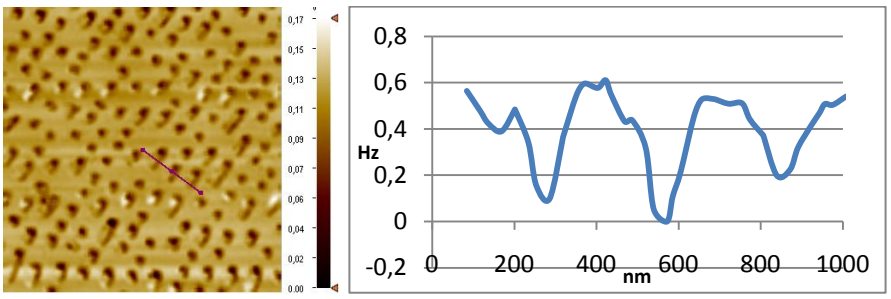
(Topografi)



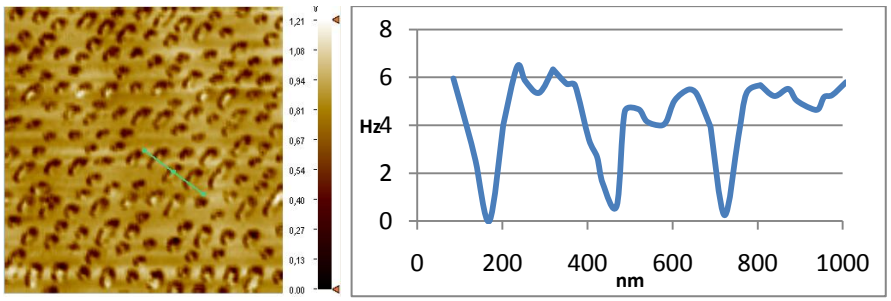
(1. Rez Rms)



(2. Rez Rms)



(1. Rez Hata)

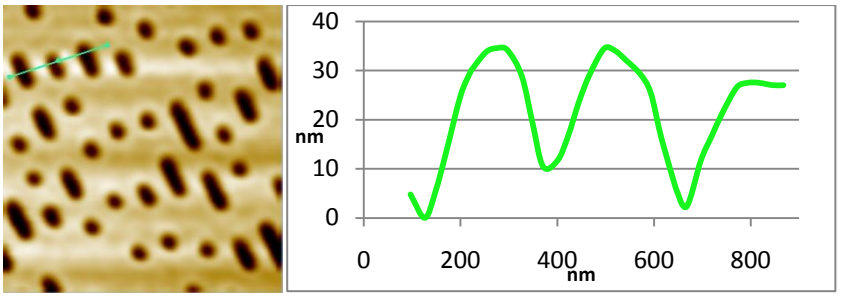


(2. Rez Δf)

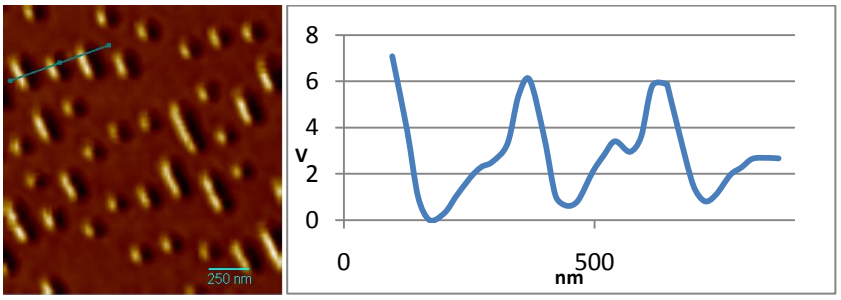
Şekil 5.19: Blu-Ray Çoklu Frekanslı FM-AKM Görüntüsü

Şekil 5.19' da Blu-Ray disk yüzeyine ait topografi, birinci ve ikinci rezonans frekansına ait RMS genlik görüntüleri ve birinci rezonans frekansına ait hata

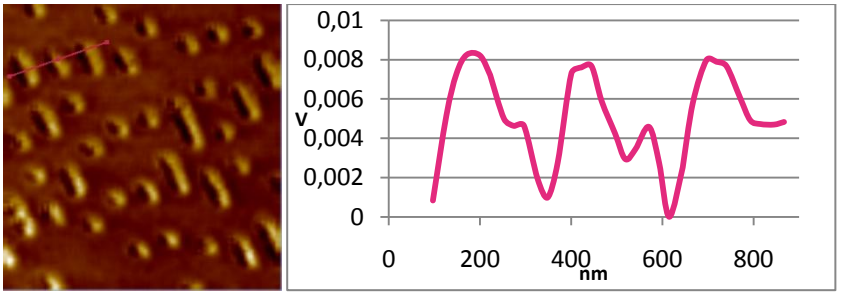
sinyaliyle ikinci rezonans frekansındaki kaymaları gösteren ifade bulunmaktadır. Geri besleme mekanizmasını ikinci rezonans frekansı ile kontrol etme imkanı olmasına rağmen her zamanki gibi ilk rezonans frekansını kullanarak geri besleme mekanizmamızı çalıştırdık.



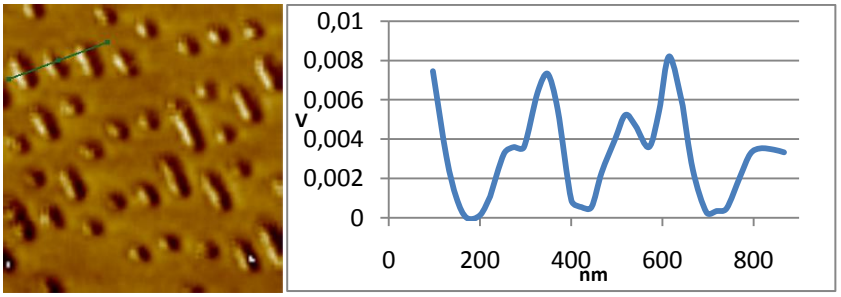
(Topografi)



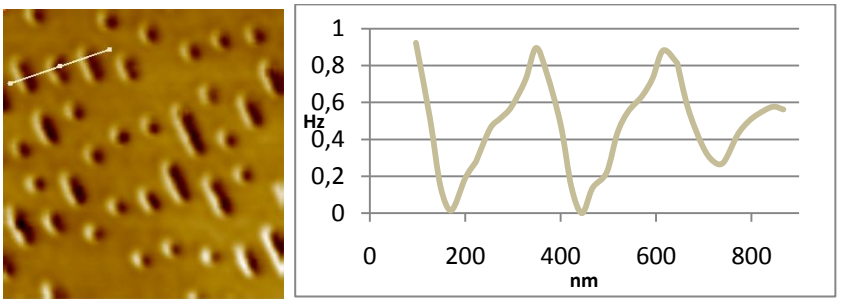
(1. Rez Rms)



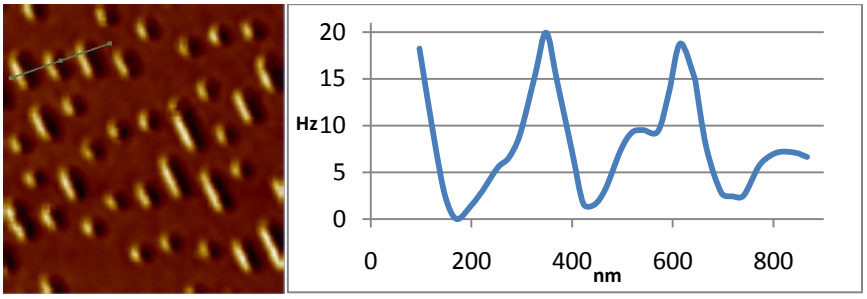
(2. Rez Rms)



(2. Rez Rms Tersi)



(Hata Sinyali)

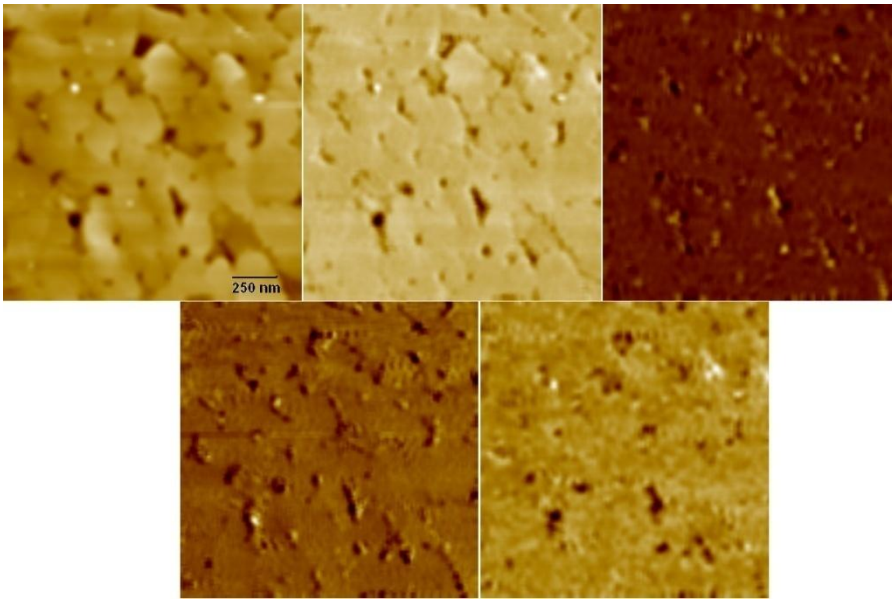


(2. Rez Δf)

Şekil 5.20: Blu-Ray Çoklu Frekanslı FM-AKM Görüntüsü(2)

Şekil 5.20' de sırasıyla Blu-Ray disk yüzeyine ait topografi, birinci rezonansa ait Rms genlik görüntüsü, ikinci rezonans frekansına ait Rms genlik görüntüsü ve Rms genliğin çarpmaya göre tersi, hata sinyali ve ikinci rezonans frekansındaki değişmeleri gösteren sonuçlar bulunmaktadır. Sonuçlar itici kuvvet bölgesi alanında elde edilmiştir. Ayrıca 2. Rezonans frekansına ait Rms değerinin tersini aldığımızda birincinin Rms görüntüsüne benzemektedir.

(Topografi) (1. Rez Rms) (Hata Sinyali)



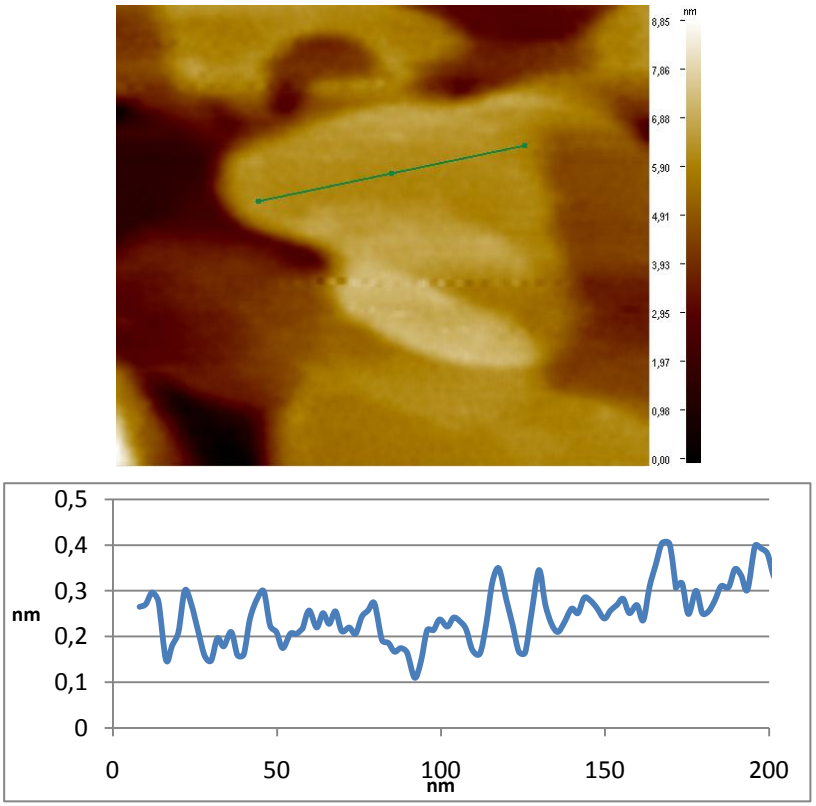
(2. Rez Rms) (2. Rez Δf)

Şekil 5.21: Au(111) Çoklu Frekanslı FM-AKM görüntüsü

Şekil 5.21' de çoklu frekanslı FM-AKM ile yüksek çözünürlükle elde edilmiş temiz altın yüzeyi bulunmaktadır. Atomik Kuvvet Mikroskobu biyolojik sistemlerin etkileşim mekanizmasını anlamada yaygın bir şekilde kullanılmaya başladığından örnek seçimimizi bu alana yönlendirerek incelemelerde bulunduk.

Ayrıca çoğu biyolojik yapılar yumuşak ve hassas yapıya sahiptirler. Ortalama 10 nN mertebesindeki kuvvetler bile bu tür yapılar üzerinde kalıcı hasara yada biçimini bozmaya sebep olabilirler. Bu nedenle Genlik Modülasyonu AKM modu ile inceleme yapmak örnekleri incelerken zararlı olabilir. Bu nedenle hassas ve yumuşak olan biyolojik örnekleri incelemede Frekans Modülasyonu yani Temas Olmayan AKM modunu kullanmak daha güvenilir olmaktadır.

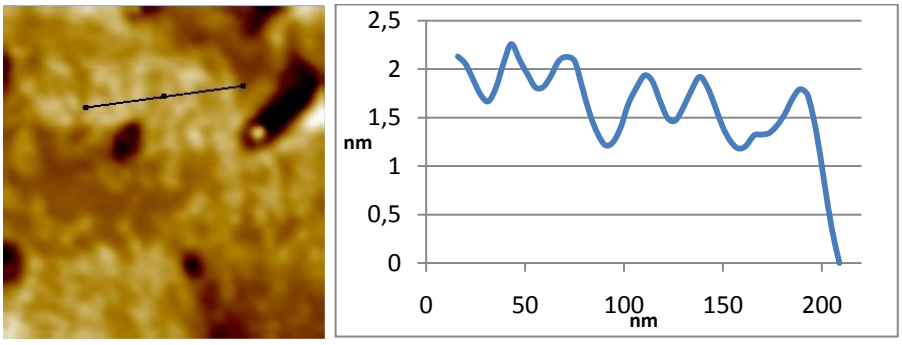
Proteinleri altın yüzeyinde görüntülemeden önce temiz Au(111) yüzeyinin atomik boyutta düz olduğunu belirlemek önemlidir. Yüzeyin pürüzlülüğünün protein boyutundan daha fazla olması yüzeyde proteinleri görmememize sebep olacaktır.



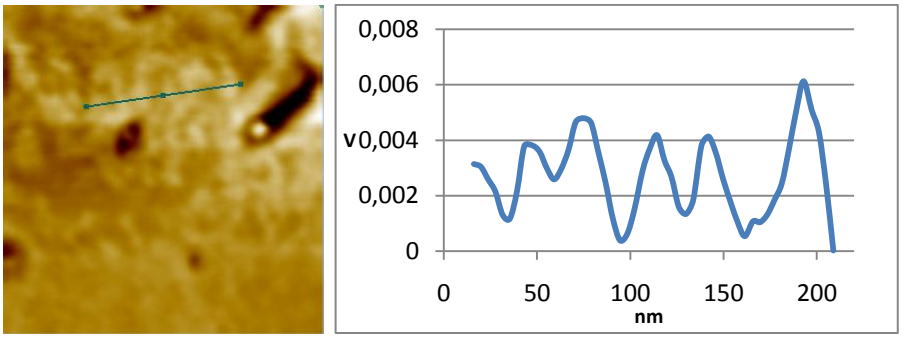
Şekil 5.22: Temiz Au(111) Yüzeyi

Şekil 5.22' de FM-AKM ile elde edilmiş temiz altın yüzey topografisi bulunmaktadır. Görüntü altın yüzeyinin 450x380 nm^2 ' lik bir bölgesinden elde edilmiştir. Yüzeyin pürüzlülüğü yaklaşık olarak 0.3 nm civarındadır. Bu yüzey proteinleri görüntülemede bizim için yeterli olacaktır. Çoklu frekanslı AKM tekniğinin yüzeye uzak yani çekici kuvvet bölgesinde daha hassas kuvvet ölçümü yapabildiğinden biyolojik örnekler açısından önemi büyüktür. Proteinlerin boyutları yaklaşık 2 nm' ye yakındır. Fakat yüzeyde tek tek bulunmak yerine adacıklar şeklinde kümeler oluşturmaktadır.

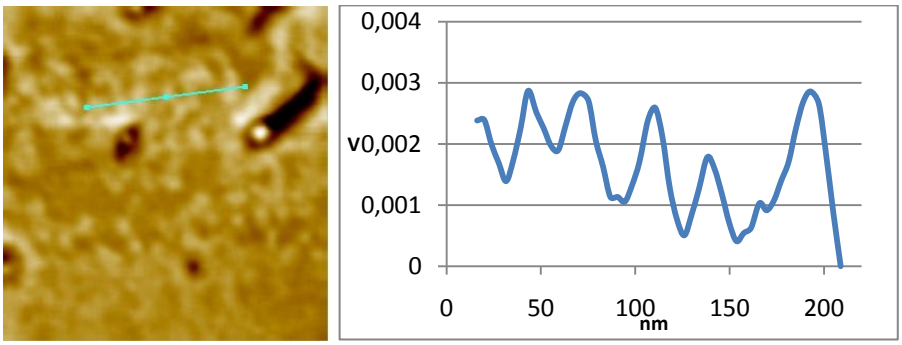
Yüzeyde bulunan adacıkları görüntülemede Kontak Dışı AKM modu kullanılmıştır.



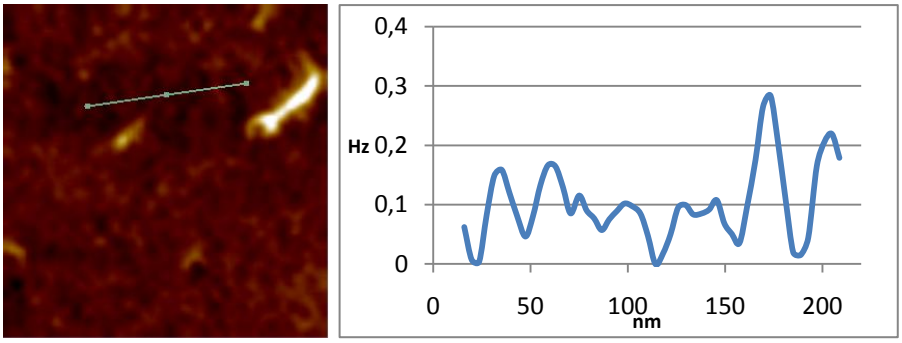
(Topografi)



(1. Rez Rms)



(2. Rez Rms)



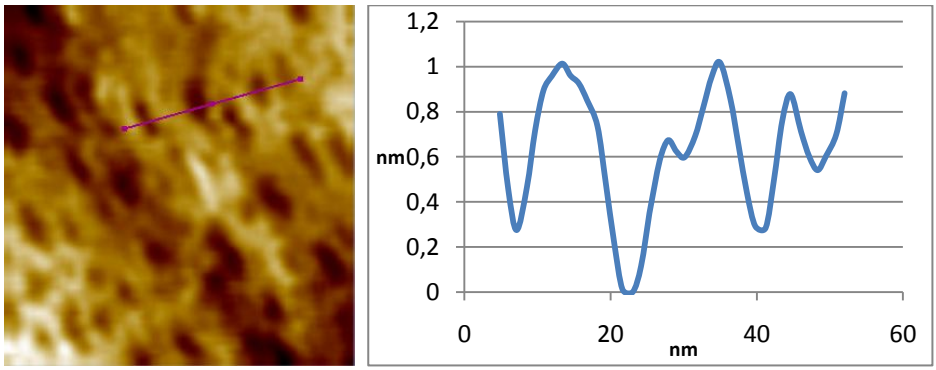
(2. Rez Δf)

Şekil 5.23: Au(111) Yüzeyinde Protein

Şekil 5.23' de Au yüzeyine bağlanabilmesi için genetik olarak dizayn edilmiş GBP1 adlı proteinin görüntüsü bulunmaktadır. Yüzeydeki proteinler bir solüsyonda hazırlanıp yüzeye damlatılarak yada menisküs kuvveti sayesinde altın yüzeyine bağlanması sağlamaktadır. Şekil 5.23' de 232 nM molariteye sahip ve yüzeye

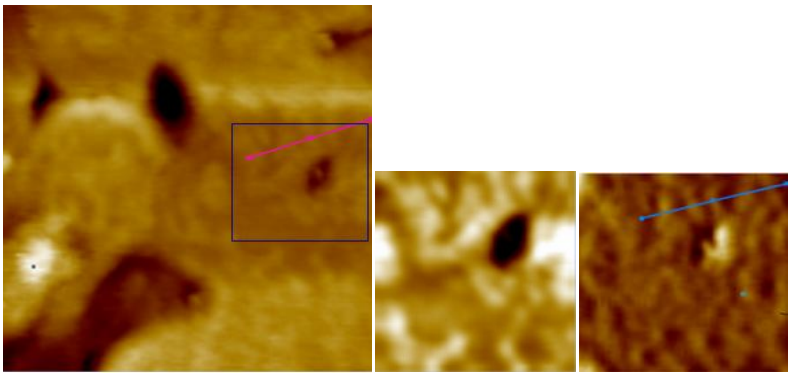
bağlanma süresi 1080 sn olarak ayarlanmış bir protein çözeltisine ait sonuçlar bulunmaktadır. Görüntüler sırasıyla yüzey topografisi, ilk iki rezonans frekansına ait Rms genlik değerlerini ve ikinci rezonans frekansındaki kaymaları veren görüntülerdir.

(Topografi)

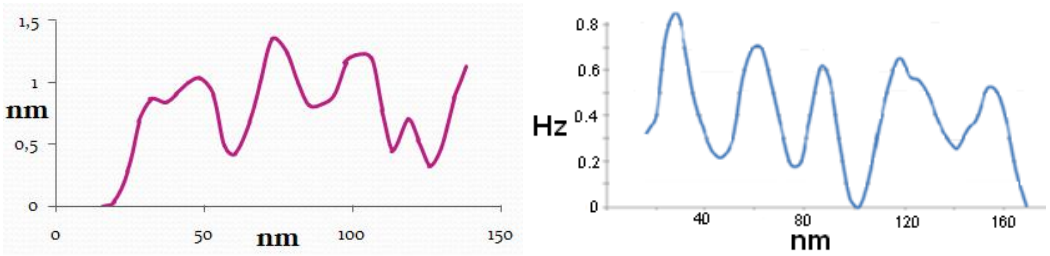


Şekil 5.24: Au(111) Yüzeyinde Protein (2)

Şekilde 1200 nM' lık protein çözeltisiyle yüzeye bağlanması için 60 saniye beklenerek hazırlanmış örneğe ait topografi görüntüsü bulunmaktadır. Görüntü 100x100 nm^2 ' lik bir alana karşılık gelmektedir.

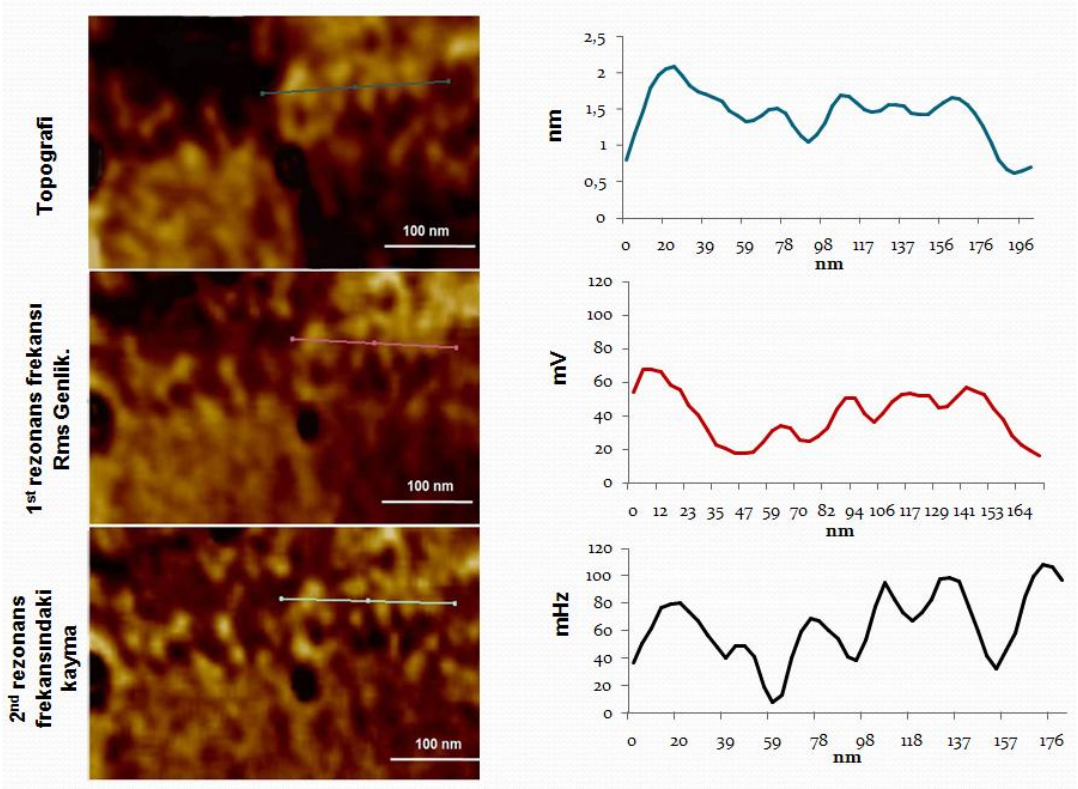


(Topografi) (Topografideki seçili bölge) (2. Rez Δf)



Şekil 5.25: Au(111) Yüzeyinde Protein (3)

Şekil 5.25’ de Çoklu frekanslı FM-AKM ile elde edilmiş Altın yüzeyine bağlanmış proteinlerin sırayla yüzey topografi görüntüsü, topografi üzerinde seçilmiş bölgenin yaklaştırılmış hali ve son olarak da ikinci rezonans frekansındaki kaymaları veren yüzey görüntüsü bulunmaktadır. Burada ikinci rezonansa ait grafikte yüzey hakkında daha ayrıntılı bilgiler olduğu kolayca görülmektedir. Kullanılan yayın ilk rezonans frekansı 89 kHz’ dir. A_{01}=900 mV, A_{02}=230 mV ve birinci rezonans frekansındaki kayma 90 Hz olacak şekilde ayarlanıp görüntü elde edilmiştir.



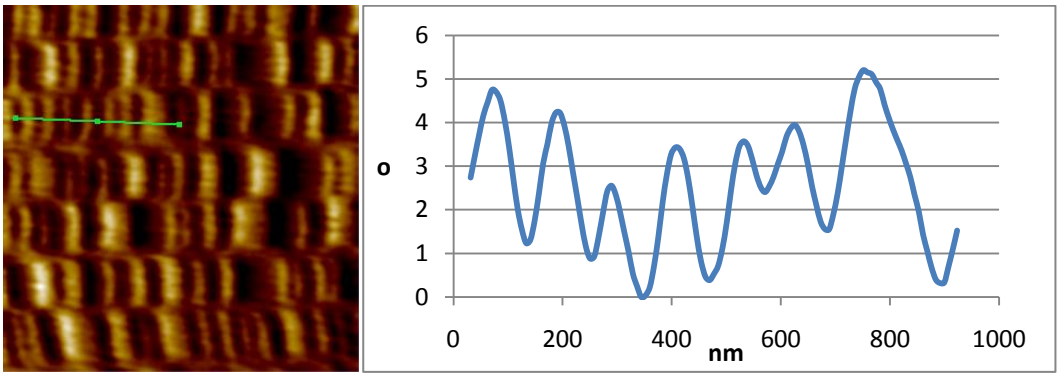
Şekil 5.26: Au(111) Yüzeyinde Protein (4)

Şekil 5.26’ de 232 nM’ lık protein çözeltisinin yüzeyle 1080 saniye etkileşmesine izin verilmiş ve yüzeye protein bağlanması sağlanmıştır. Kullanılan yayın rezonans frekansları sırasıyla; f_1=89 kHz, f_2=554 kHz, A_{01}=900 mV, A_{02}=320 mV ve birinci rezonans frekansındaki kayma 90 Hz olacak şekilde ayarlanıp görüntü elde edilmiştir.

Hosaka ve diğ. standart 2-pass adıyla anılan bir teknik kullanarak manyetik kuvvetleri yüzeyin topografik etkilerinden ayırarak görüntülemeyi başardılar. Bu teknikte ileri yöndeki taramada öncelikle topografi elde edilir daha sonra geri dönerken iğne ile yüzey arası lift-off adı verilen daha önceden belirlenmiş bir mesafeyle birbirinden ayrılır ve ileri taramada elde ettiği topografiyi izleyerek

manyetik kuvvetlerin fazdaki değişimlerine etkisi gözlenir. Çoklu Frekanslı AKM modunu uyguladığımız bir diğer mikroskopi şekli ise manyetik özelliklere sahip örnekleri incelemede kullanılan Manyetik Kuvvet Mikroskobudur. İkinci rezonans frekansının uzun menzilli kuvvetlere daha duyarlı olduğu iddiasını kanıtlamanın en iyi yolu MKM ile yapılabilir düşüncesi Çoklu Frekanslı Manyetik Kuvvet Mikroskobu yapmamıza sebep olmuştur.

(1. Rez Faz Kayması)



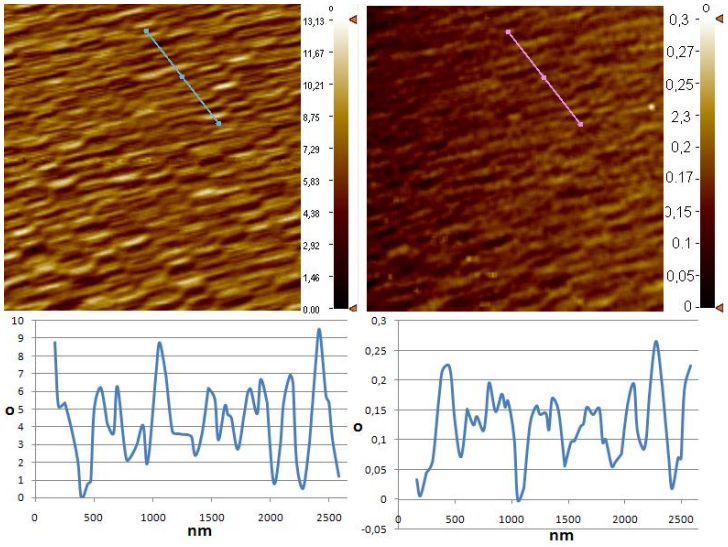
Şekil 5.27: 80 Gb HDD Görüntüsü (2x2 μm^2)

Şekil 5.27' te 80 Gb HDD yüzeyinin MKM ile alınmış manyetik haritası görünmektedir. Disk üzerindeki bit' ler ortalama olarak 40 nm civarındadır.

Rodriguez ve Garcia [17] yaptıkları çalışmayla ikinci rezonans frekansında bimodal (Yayın ilk iki rezonans frekansında eş zamanlı) olarak titreşen iğne-yay grubunun Van der Waals ve diğer uzun menzilli kuvvetlere daha hassas olduğunu göstermişlerdir. Fakat bunu Van der Waals kuvveti için göstermek oldukça zordur. Çünkü bu kuvvet iğne ve yüzeyin yapısı ve elektriksel polarizasyonuna bağlıdır. Kullanılan iğne için iğne-örnek yüzeyi arasındaki herhangi bir değişim örnek yüzeyinde değişik sonuçlar alınmasına sebep olacaktır [32]. MKM görüntüleme şekli standart bir tekniğe sahiptir. Bu teknikte kullanılan iğne-yay grubu manyetik bir malzeme ile kaplı olmalıdır.

Çoklu frekanslı AKM çalışmasını bu tekniğe uygulamamızın en büyük sebeplerinden birisi yayın ilk iki rezonansı arasındaki farkı daha iyi görebilmekti. İğne yüzeye yakın olduğunda lineer olmayan etkileşmelerden dolayı yayın hareketini anlamak ve çözümlemek kolay olmayabilir. Fakat iğne yüzeyden uzakta olduğunda baskın olan kuvvet Manyetik Kuvvet olacağından ilk iki rezonansın performansını kontrol etmek daha kolay olacaktır.

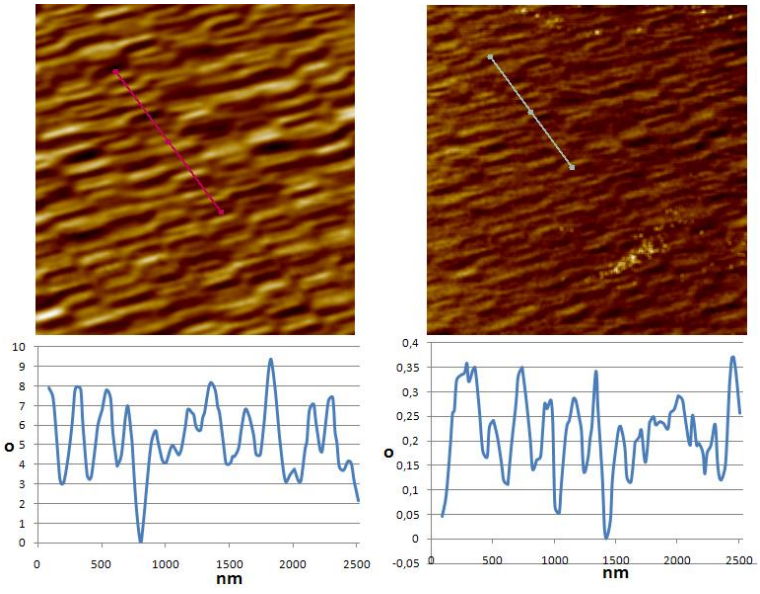
(1. Rez Faz Kayması) (2. Rez Faz Kayması)



Şekil 5.28: Çoklu Frekanslı MKM 80 Gb HDD Görüntüsü (1)

A_0=900 mV, A=500 mV ve Lift-off= 20 nm ayarlanarak yapılan Çf-MKM deneyinde elde edilen birinci ve ikinci rezonans frekansına ait faz kayması Şekil 5.28' de gösterilmiştir. A_0 serbest titreşim genliği, A ise yüzeyle etkileşim anındaki titreşim genliğini göstermektedir.

(1. Rez Faz Kayması) (2. Rez Faz Kayması)

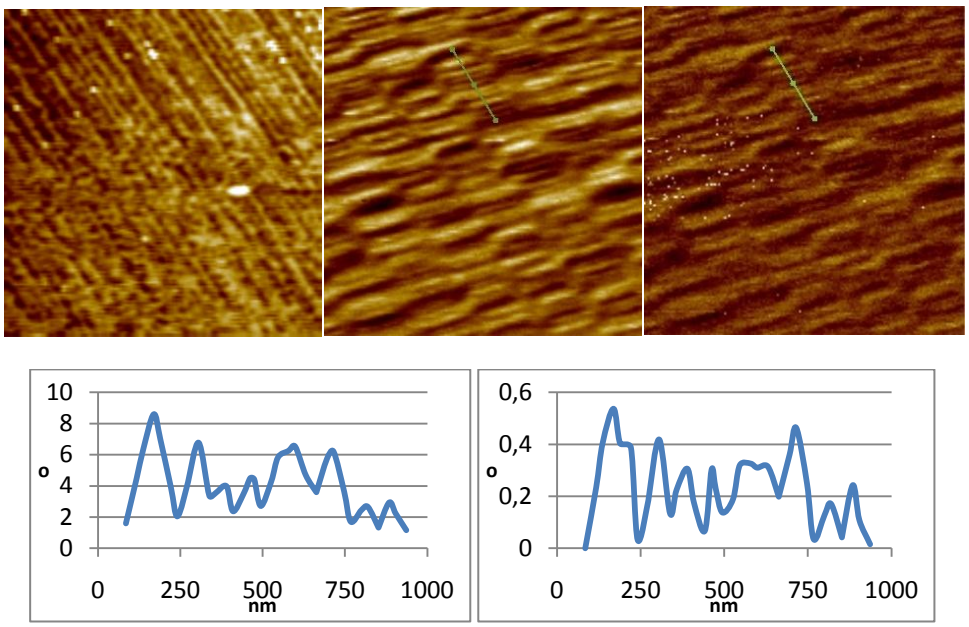


Şekil 5.29: Çoklu Frekanslı MKM 80 Gb HDD Görüntüsü (2)

Sadece A=600 mV değişikliği yaparak diğer parametreleri sabit tuttuğumuzda ikinci rezonans frekansındaki kaymanın çok az da olsa arttığını gözlemledik. İkinci

rezonans frekansına ait görüntülerin net olmamasının sebebi sistemdeki gürültü oranımızı iyi ayarlayamamamız olmasından kaynaklanmaktadır.

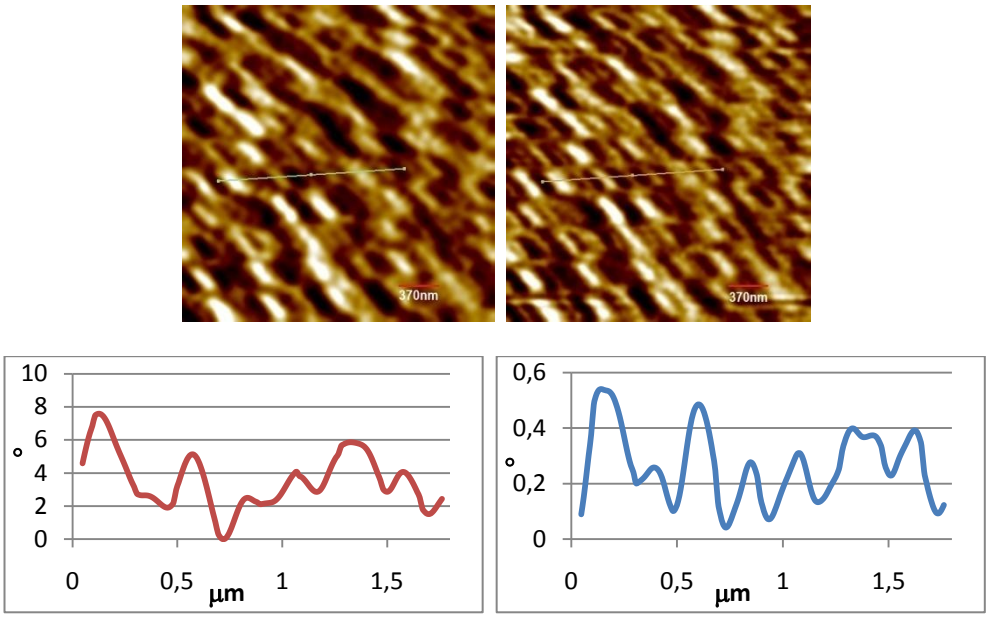
(Topografi) (1. Rez Faz Kayması) (2. Rez Faz Kayması)



Şekil 5.30: Çoklu Frekanslı MKM 80 Gb HDD Görüntüsü (3)

Şekil 5.30' de sırasıyla yüzey topografisi ve ilk iki rezonans frekansına ait faz kayması sonuçları bulunmaktadır. Tekrar bütün parametreleri sabit tutarak sadece ikinci rezonans frekansına ait salınım genliğini 900 mV yaparak yapılan deneyde, ikinci rezonans frekansına ait faz kayması değerinin arttığı gözlenmektedir. Şekil 5.28 ve Şekil 5.30' te bulunan ikinci rezonans frekanslarına ait faz kayması görüntülerinde ikinciye ait faz kaymasının arttığı görülmektedir.

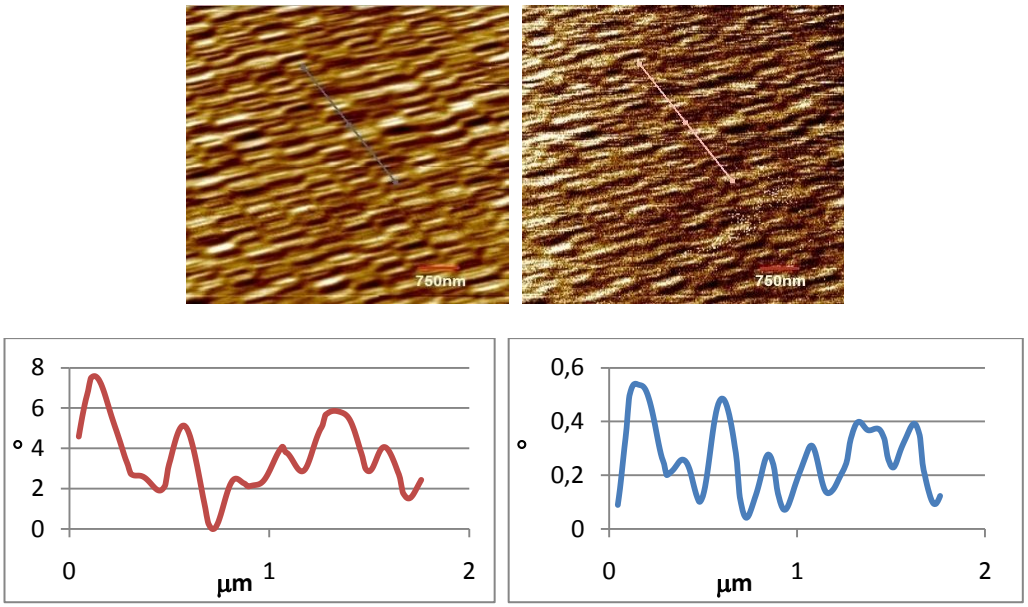
(1. Rez Faz Kayması) (2. Rez Faz Kayması)



Şekil 5.31: Çoklu Frekanslı MKM 80 Gb HDD Görüntüsü (4)

Şekil 5.31' de alınan sonuçlar A_1/A_2 oranı 0,2 yapılarak elde edildi. Şekilde sırasıyla birinci ve ikinci rezonans frekanslarına ait faz kayması bulunmaktadır.

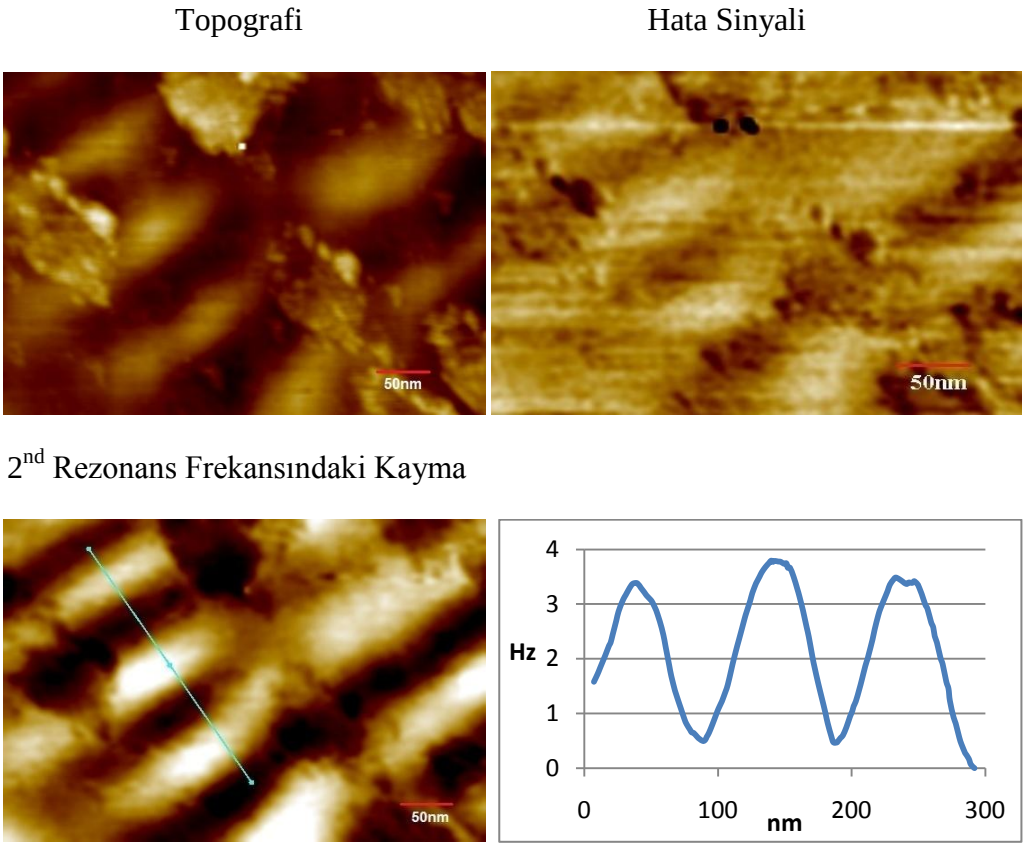
(1. Rez Faz Kayması) (2. Rez Faz Kayması)



Şekil 5.32: Çoklu Frekanslı MKM 80 Gb HDD Görüntüsü (5)

Şekil 5.32' de sırasıyla ilk iki rezonans frekansına ait faz kayması görüntüleri bulunmaktadır. Bu sonuç A_2/A_1 oranı 0,5 olduğunda elde edilmiştir. Genlik oranı

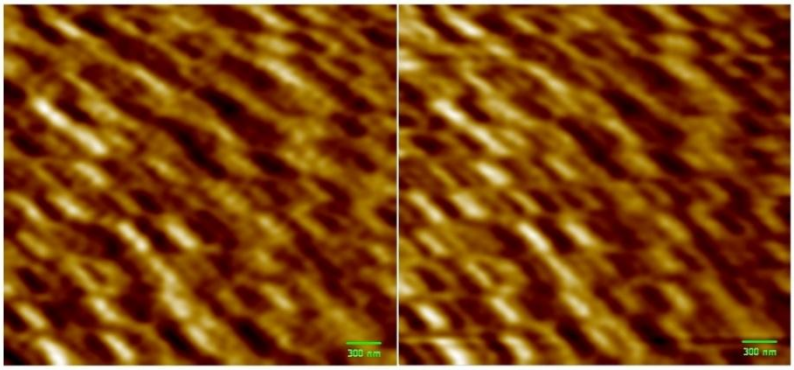
dışında hiçbir parametre değiştirilmeden yapılan son iki çalışmada, ilk iki rezonans frekansına ait salınım genliklerinin oranlarını 1' e yaklaştırdığımızda fazdaki kaymaların birbirine yaklaştığını görmekteyiz. İki genliği birbirine yaklaştırmak ve çekici kuvvet bölgesinde çalışmak ikinci rezonans frekansından daha iyi sonuçlar almamıza sebep olabilir. İkinci rezonans frekansındaki kaymaların birinci rezonansa göre net olmamasının sebebi ikincinin salınım genliğinin daha küçük olması yani sinyal genliğinin gürültüye oranının daha küçük olmasıdır. Kullandığımız Yay-İğne gurubunun özelliklerinden dolayı ilk iki rezonans frekansının genliklerini birbirine eşitleme fırsatımız olmasa da yapılan çalışmalarla itici kuvvet alanı bölgesinden uzaklaşmanın ve genlikleri birbirine yaklaştırmanın bize daha iyi sonuçlar getireceği anlaşılmaktadır. İkinci rezonans frekansının uzun menzilli kuvvetlere olan hassasiyetini göstermenin bir yolu olarak Temas Olmayan yani Frekans Modülasyonu AKM' yi kullanmak başka bir yöntem olabilir düşüncesi ile Çoklu Frekanslı FM-AKM ile 80 Gb HDD üzerinde bazı çalışmalar yaptık. Yapılan çalışmalarda manyetik görüntüleme yerine normal Çoklu Frekanslı FM-AKM tekniği kullandık.



Şekil 5.33: 80 Gb HDD Çoklu Frekanslı FM-AKM Görüntüsü

Şekil 5.33, 80 Gb HDD yüzeyinin Çoklu Frekanslı FM-AKM ile alınmış topografi, hata sinyali ve ikinci rezonans frekansındaki kaymaları gösteren sonuçları içermektedir. Geri besleme mekanizması ilk rezonans frekansı tarafından kontrol edilmiştir. Şekilde ikinci rezonans frekansına ait kaymaların sayısal değeri ve görüntü kalitesinin arttığı açıkça görülmektedir. Bu sonuç bize ikinci rezonans frekansının uzun menzilli kuvvetlere hassasiyetinin birinci rezonansa oranla daha fazla olduğunun bir göstergesidir. Ayrıca bu sonuç Çoklu frekanslı AKM kullanılarak uzun menzilli kuvvetlerin kısa menzilli topografik etkilerden ayrılabileceğini de göstermektedir. Dahası da standart Manyetik görüntülemede standart Two-Pass teknik yerine, sadece tek yönde taramayla yüzeyin hem topografisini hem de manyetik haritasını Çoklu Frekanslı MKM kullanarak elde edebiliriz.

(1. Rez Faz Kayması) (2. Rez Faz Kayması)



Şekil 5.34: 80 Gb HDD Çf-MKM Görüntüleri

Fakat bilindiği gibi yüzeyden uzaklaştığımızda baskın olan kuvvet sadece uzun menzilli manyetik kuvvet olacağından, kullanılan yay-iğne grubu lineer olmayan bu etkilerden yada diğer yüzey kuvvetlerinden etkilenmeyecektir. Şekilden de görüldüğü gibi ikinci rezonans frekansına ait görüntü daha net ve ayrıntıları daha iyi göstermektedir. Bu bize, kullanılan yayın ikinci rezonans frekansının yüzeyde gezerken daha küçük kuvvet ölçümleri yapabildiğini göstermektedir.

5.3 Karşılaştırma ve Yorumlar

Atomik Kuvvet Mikroskobu' nun birçok anabilim dalı ve araştırma alanı için ne kadar önemli olduğu yapılan araştırmalar ve deneyler sonucu anlaşıldı. Hava ortamında, sıvı ortamda hatta vakum ortamında da bize atomik ölçeğe kadar bilgi

verebilen bu mikroskobun dayandığı fiziksel temelleri öğrenmek, elde edilen sonuçları yorumlamak ve doğru bilgiler toplamak açısından oldukça önemlidir. Birçok sistemin etkileşme mekanizmasını anlamada yardımcı olan AKM' den eş zamanlı ve daha fazla bilgi toplama hava ortamında önemli olduğu kadar atomik boyutta ve Ultra Yüksek Vakum ortamında da önemlidir. Ayrıca başta biyolojik örnekler olmak üzere hassas ve nN mertebesindeki bir kuvvetle bile zarar görebilecek ve yapısı bozulabilecek mekanizmaları görüntülemedeki sıkıntılar en büyük kısıtlamalardandır. Yayın ilk rezonans frekansında dinamik olarak titreştirilen yay ile elde edilen sonuçlarla AKM' nin ne kadar etkin olduğu bilinmektedir. Fakat alınan sonuçların güvenilirliği, elde edilen sonuçların eş zamanlı olarak sayısının artırılması ve yüzeyden tamamlayıcı bilgilerin elde edilmesi yüzey bilimi ve sistemlerin nanomekaniksel etkileşimlerini anlama açısından önemlidir. Bu tezde Çoklu Frekanslı AKM ile şu ana kadar elde edilen sonuçlar verilmiştir. Literatürdeki yapılan çalışmaları incelediğimizde çekici kuvvet alanı bölgesinde ikinci rezonans frekansı ile elde edilen kuvvet ölçümlerinin daha hassas şekilde yapıldığını göstermektedir. Laboratuarımızda bulunan ve hava ortamında çalışan AKM' nin Yarı Temas Mod' da çekici kuvvet alanı bölgesinde çalışamadığından bu sonucu direk olarak görme şansımız olmadı. Bunun yerine itici kuvvet alanı bölgesinden uzaklaşıp çekici kuvvet alanı bölgesine yaklaşarak yaptığımız çalışmalarda, ikinci rezonans frekansının uzun menzilli kuvvetlere olan hassasiyetinin arttığını gördük. Temas Olmayan Mod ile kontrollü şekilde hem itici hem de çekici kuvvet alanı bölgesinde yaptığımız çalışmalarda hem itici hem de çekici kuvvet alanı bölgesinde güzel sonuçlar elde ettik. Yapılan çalışmalarda yüzeyden alınan bilginin arttırıldığı sonuçlarla desteklenmiştir. Aynı zamanda elde edilen bilgilerin yüzeyin başka fiziksel özellikleri ile ilişkilendirilmesi yapılmıştır. Örneğin ikinci rezonans frekansındaki kaymaları Kuvvet Spektroskopisi yaparken yada yüzey elastisitesi özellikleri incelenirken kullanılabileceği örneklerle açıklanmıştır. Manyetik Kuvvet Mikroskobu ile yapılan çalışmalarda şu ana kadar ikinci rezonans frekansı ile yapılan ölçümlerin birinci rezonans frekansından daha hassas olduğu sonucuna varamadık. Kullandığımız yayların özelliklerinden dolayı ilk iki rezonans frekansının salınım genliklerini eşitleme imkanımız olmamıştır. Kullanılan yay çeşidini değiştirerek bu konuda kesin bilgiler edinip ikinci rezonans frekansında yapılan ölçümlerin hassasiyeti konusunda kesin sonuçlar sunmak ilerisi için koyduğumuz hedeflerdendir. Şu ana kadar yapılan çalışmalarla Çoklu Frekanslı Atomik Kuvvet

Mikroskobu' nun daha hassas ölçümler aldığı ve yüzey hakkında farklı bilgileri eş zamanlı olarak verebileceği yapılan deneylerle ve literatürden örneklerle gösterilmiştir.

Genlik Modülasyonu modunda çekici kuvvet alanında çalışarak Çoklu Frekanslı AKM' nin ikinci rezonans frekansındaki faz kaymalarının birinciye göre daha fazla olduğunu göstermek, Çoklu Frekanslı FM-AKM ile yüzeyin kuvvet spektroskopisini topografi ile eş zamanlı ve hızlı bir biçimde deneysel olarak alabilmek, Çoklu Frekanslı MKM ile yapılan çalışmalarda eksik kalan ve ilk iki rezonans frekansına ait salınım genlikleri ve ölçüm almayı etkileyen tüm parametreleri ilk iki rezonans frekansı için aynı olmasını sağlayıp MKM' de Çoklu Frekans uygulamasının performansını tam olarak kontrol etmek, yüzeyden eş zamanlı olarak elde edilen veri sayısını artırmak tüm AKM çalışma modları için hedeflerdendir.

KAYNAKLAR

[1] **Binnig, G., Quate, C.F., Gerber**, **Ch.,** 1986. Atomic Force Microscope, *Phys. Rev. Lett.* **56**, 930.

[2] **Lozano, Jose R., ve Garcia, R.,** 2008. Theory of Multifrequency Atomic Force Microscopy *Phys. Rev. Lett.* **100**, 076102.

[3] **Martinez, N. F., Patil, S., Lozano, J. R. ve Garcia R.,** 2006. Enhanced compositional sensitivity in atomic force microscopy by the excitation of the first two flexural modes *Appl. Phys. Lett.* **89**, 153115.

[4] **Stark, R.W., Naujoks, N. ve Stemmer**, **A.,** 2007. Multifrequency electrostatic force microscopy in the repulsive regime, *Nanotechnology*, **18**, 065502.

[5] **Martin, Y., Williams, C. C. ve Wickramasinghe**, **H. K.,** 1987. Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Å scale, *J. Appl.Phys.* **61**, 4723.

[6] **Garcia, R. ve Perez, R.,** 2002. Dynamic atomic force microscopy methods, *Surface Science Reports* **47**,197-301.

[7] **Hembacher, S. ve diğ.,** 2003. Revealing the hidden atom in graphite by low-temperature atomic force microscopy, *Proc. Natl. Acad. Sci*. USA **100**, 12539.

[8] **Sader, J. E. ve Sader**, **R. C.,** 2003. Susceptibility of atomic force microscope cantilevers to lateral forces:experimental verification, *Applied Physics Letters* **83**, 15.

[9] **Senden, T. J. ve Ducker**, **W. A.,** 1994. Experimental-determination of spring constants in atomic force microscopy, *Langmuir* **10**, 1003.

[10] **Li, Y.Q., Tao, N. J., Pan, J. ve diğ.,** 1993. Direct measurement of interaction forces between colloidal particles using the scanning force microscope, *Langmuir* **9**, 637.

[11] **Hutter, J. L. ve Bechhoefer, J.,** 1993. Calibration of atomic force microscope tips, *Rev. Sci. Inst.* **64**, 1868.

[12] **Cleveland, J. P., Manne, S. ve diğ.,** 1993. A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy *Rev. Sci. Inst*. **64**, 403.

[13] **Sader, J. E., Larson, I. ve diğ.,** 1995. Method for the calibration of atomic force microscope cantilevers, *Rev. Sci. Inst*. **66**, 3789.

[14] **Giessibl**, **Franz J.,** 2006. Higher-harmonic atomic force microscopy, *Surface and Interface Analysis* **38.**

[15] **Şahin, Özgür., Quate Calvin F. ve diğ.,** 2004. Resonant harmonic response in tapping-mode atomic force misroscopy, *Physical Review B*, **69**, 165416.

[16] **San Paulo, A. ve Garcia, R.,** (2000). High-resolution imaging of antibodies by tapping-mode atomic force microscopy: Attractive and repulsive tip-sample interaction regimes, *Biophysical J.* **78**,1599.

[17] **Rodriguez, Tomas R. ve Garcia, Ricardo.,** 2004. Compositional mapping of surfaces in atomic force microscopy by excitation of the second normal mode of the microcantilever, *Applied Physics Letters*,**84.**

[18] **Sader, John., Uchihashi, Takayuki ve diğ.,** 2005. Quantitative force measurements using frequency modulation atomic force microscopy-theoretical foundations, *Nanotechnology* ,**16.**

[19] **Guggisberg, M. ve diğ.,** 2000. Seperation of interactions by noncontact force microscopy, *Physical Review B*, **61.**

[20] **Sader J. E. ve Jarvis S. P.,** 2004. Interpretation of frequency modulation atomic force microscopy in terms of fractional calculus. *Physical Review B* **70**, 012303.

[21] **Bostanci, Umut., Kurtuluş Abak M. ve diğ.,** 2008. Nanoscale charging hysteresis measurement by multifrequency electrostatic force spectroscopy, *Applied Physics Letters* **92**,093108.

[22] **Proksch, Roger.,** 2006. Multifrequency, repulsive-mode amplitude-modulated atomic force microscopy, *Applied Physics Letters* **89**, 113121.

[23] **Martinez, N. F., Patil, S., Lozano, J. R. ve Garcia R.,** (2006) *Applied Physics Letters*, **89**, 153115.

[24] **Lozano, J. R. ve Garcia, R.,** (2008) *Physical Rev. Letters* 076102 'Theory of Multifrequency Atomic Force Microscopy'.

[25] **Durig, U.,** 1999. Relations between interaction force and frequency shift in large-amplitude dynamic force microscopy, *Applied Physics Letters*, **75**.

[26] **Sahin, Ö., Quate, C.F., Solgaard, O. ve Atalar, A.,** 2004. Resonant harmonic response in tapping-mode atomic force microscopy, *Phys. Rev. B* **69**.

[27] **Martinez, N. F. ve diğ.,** 2008. Bimodal atomic force microscopy imaging of isolated antibodies in air and liquids, *Nanotechnology* **19**, 384011.

[28] **Nanomanyetik Bilimsel Cihazlar Ltd. Şti.**

[29] **Sahin, Özgür. ve diğ.,** 2007. An atomic force microscope tip designed to measure time-varying nanomechanical forces, *Nature Nanotechnol*. **2,** 507-14

[30] **Solares, Santiago D. ve Chawla, Gaurav.,** 2008. Dual frequency modulation with two cantilevers in series: a possible means to rapidly acquire tip-sample interaction force curves with dynamic AFM, *Meas. Sci. Technol*. **19**, 055502.

[31] **Solares, Santiago D. ve Chawla Gaurav.,** 2009. Single-cantilever dual-frequency-modulation atomic force microscopy, *Meas. Sci. Technol*. **20**, 015501.

[32] **Proksch, Roger ve diğ.,** 2009. Bimodal magnetic force microscopy: Seperation of short and long range forces, *Applied Physics Letters* **94**, 163118.

[33] **Url-1** <*http://www.wikipedia.org*>**,** alındığı tarih 13.04.2009

[34] **Balantekin M. ve Atalar A.,** 2005. Enhanced higher harmonic imaging in tapping mode atomic force microscopy, *Applied Physics Letters* **87**, 243513.

[35] **Chang Win-Jin,** 2002. Sensitivity of vibration modes of atomic force microscope cantilevers in continuous surface contact, *Nanotechnology* **13.**

[36] **Dürig U.,** 2000. Extracting interaction forces and complementary observables in dynamic probe microscopy, *Applied Physics Letters* **76.**

[37] **Fleming A. J., Wills A. G. ve diğ.,** 2008. Sensor fusion for improved control of piezoelectric tube scanners. *IEEE Transactions on Control Systems Technology* **16.**

[38] **Patil Shivprased, Martinez N. F. ve diğ.,** 2007. Force Microscopy imaging of individual protein molecules with sub-pico Newton force sensitivity. *Journal of Molecular Recognation* **20.**

[39] **Sader, J. E. ve Jarvis, S.P.,** 2004. Accurate formulas for interaction force and energy in frequency modulation force spectroscopy, *Applied Physics Letters*, **84.**

ÖZGEÇMİŞ

Ad Soyad: RAMAZAN ŞAHİN

Doğum Yeri ve Tarihi: ANTALYA 13.06.1984

Adres:

Lisans Üniversite: AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ FEN EDEBİYAT FAKÜLTESİ FİZİK BÖLÜMÜ

Yayın Listesi:

- **Şahin R**., Özer H.Ö. Atomik Kuvvet Mikroskopisi: Geliştirme ve Uygulamalar İstanbul Teknik Üniversitesi, Nano-Bilim ve Nano-Teknoloji Çalıştayı, 12-13 Şubat 2009
- Esat K., **Şahin R.,** Gürlü O. Cam ve Mika Yüzeylerinde Altın Nano Parçacıklarının Yapımı ve Karakterizasyonu, İstanbul Teknik Üniversitesi, Nano-Bilim ve Nano-Teknoloji Çalıştayı, 12-13 Şubat 2009