

Nanomalzemelerin karakterizasyonu

Prof. Dr. Atilla EVCİN

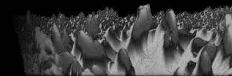
- Nanomalzemelere ve Nanoteknolojiye Giriş,
- Doğadan nanoteknoloji örnekleri,
- Nanomalzemelerin üretim süreci:
- Sol-jel yöntemi, jel şekillendirme.
- Nanomalzemelerin özellikleri: elektrik ve optik, süper iletkenlik, manyetik, mekanik özellikler.
- **Nanomalzemelerin karakterizasyonu.**
- Nanopartikül üretim yöntemleri. Partikül sentezi.
- Nanomalzemelerin uygulamaları. Özel nanomalzemeler: poroz silisyum nano yapılar, biyolojik Nanomalzemeler,
- Nanomalzemelerin Geleceği

YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN TAYİNİ

- STM (Scanning Tunnel Microscopy)
- AFM (Atomic Force Microscopy)
- EBL (Electron Beam Litography)
- XRD (X-Ray Diffraction)
- TEM (Transmission Electron Microscopy)
- SEM (Scanning Electron Microscopy)

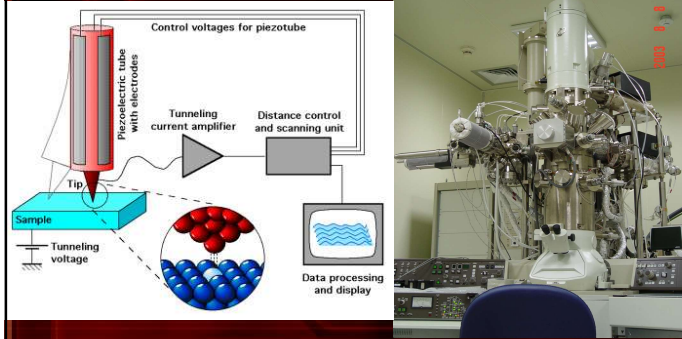
Taramalı Tünel Mikroskop

Scanning Probe
Microscopy



STM

STM cihazı

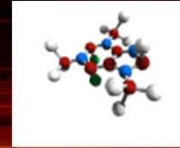


STM cihazının basit görüntüsü

STM cihazı gerçek görüntüsü

Giriş

- Nanoteknoloji (NT) ile ilgili ilk teorik bilgi, 1959 yılında fizik ödüllü Richard Feynman'ın bir konuşmasına dayanmaktadır. Daha sonraki yıllarda bu konuda araştırmalar hızlanmış, 1981 yılında Taramalı Tünel Mikroskobu (Scanning Tunneling Microscope)'nun geliştirilmesi sonucunda atomların tek tek görüntülenmesi mümkün olmuş ve bu sayede Nanoteknoloji üzerinde yürütülen araştırmalar hız kazanmıştır.

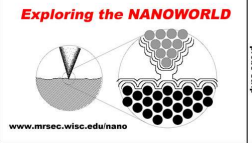
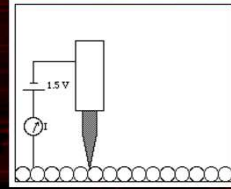


- Bu yöntem 'Atomik Güç Mikroskobu'na benzemektedir. Taramalı tünel mikroskobu (TTM), nano ölçekte örnek yüzeyleri incelemek amacıyla kullanılır. Yaklaşık 2×10^{-10} m çözünürlüğe sahiptir
- Modern bir mikroskop olan taramalı tünel mikroskobu, malzemelerin yüzeyini kusursuzca göstermektedir
- Büyültme oranı çok yüksektir, atomları bireysel olarak gösterebilmektedir.

- Elektrik akımları sağlanarak bir STM ile malzemelerin davranışları gösterilebilir.
- STM ile günümüz teknolojinin de iletken malzemede ki değişiklikler resimlendirilebilir.
- nanometre boyutlarında incelenme yapmamızı ve görüntülememizi sağlar

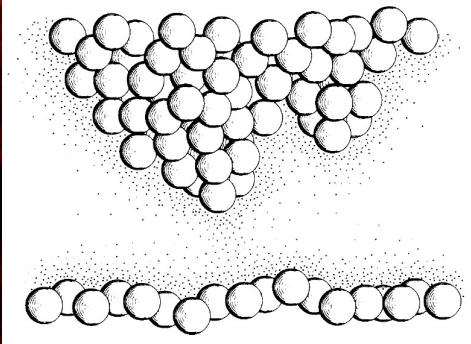
STM ÇALIŞMA PRENSİBİ

- Ucunda keskin sivri iğne olan cihaz , numune üzerinde gezdirilmektedir
- Fakat STM 'in sivri ucu , numuneye dokunmamaktadır. STM ile yüzey arasında 0,5-1,0 nm. aşırı derecede kısa mesafe bulunmaktadır. Bu mesafede, elektronlar STM'in sivri ucundan numuneye geçiş yapabilirler.
- Keskin bir uç, incelenen numunenin üzerinde gezdirilirken uç ile numune arasında bir potansiyel yaratılır. Uygulanan bu potansiyel farkı sayesinde uçtan numuneye doğru hareket edecektir. Buna **Tünelleme** denir. Tünelleme sonucu zayıf bir elektrik akımı elde edilecektir. Bu akım, doğrudan gezici uç ile numune arasında ki mesafeye bağlıdır.

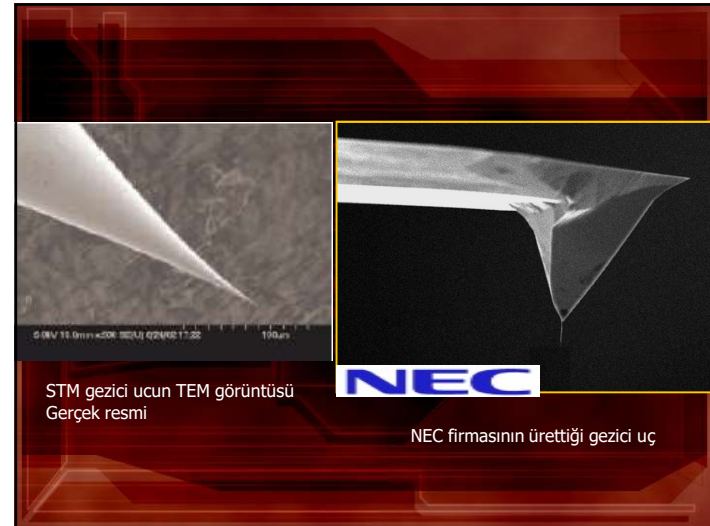


STM ÇALIŞMA PRENSİBİ

- STM, birkaç nano-Amper (nA) ve picoAmper (pA) arasında tünel akımıyla çalışmaktadır
- Tünel de oluşan akım, gezici uçtaki son atomun ve numune yüzeyinde ki atomun oluşturduğu kritik aralıklara bağlıdır.
- Kontrol çubuğu (Prob) olarak kullanılan sivri uç, iletken malzemeden yapılmıştır (ör; tungsten) ve aşırı derecede keskin, sivri uçludur. Sivri ucun sonunda tam olarak en uçta bir tane atom bulunmaktadır



STM'in ucunda tek bir atom vardır

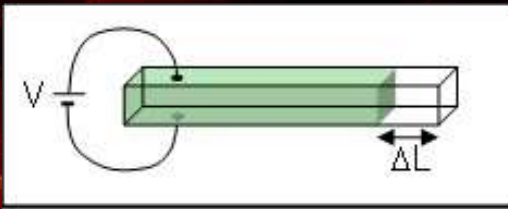


STM gezici ucun TEM görüntüsü
Gerçek resmi

NEC

NEC firmasının ürettiği gezici uç

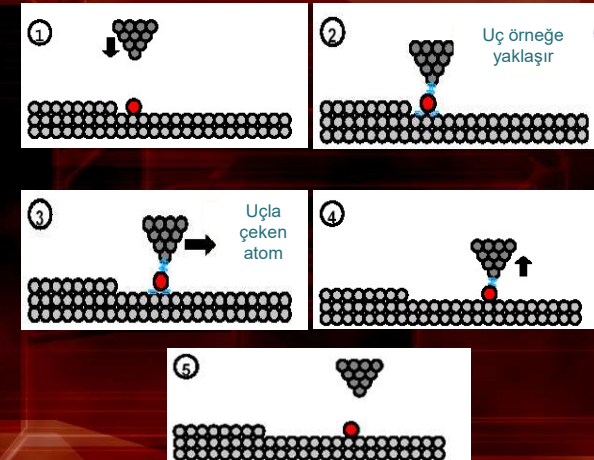
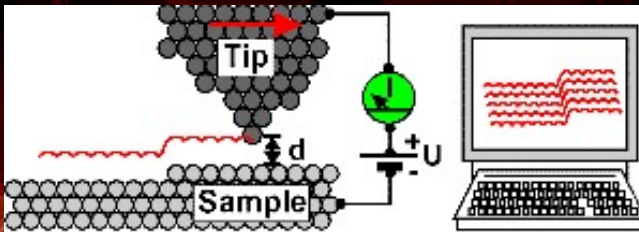
- Numune yüzeyinin temiz olması gerekir.
- STM ucuna piezo elektriksel element eklenmiştir. Bir elektrik voltajı altına konulduğunda piezo elektriksel özelliğinden dolayı uzunluğunu değiştirilebilir.
- Piezo element üzerinde voltaj ayarlanır, gezici uç ile numune yüzeyi arasında ki mesafe düzenlenebilmektedir. En çok STM de kullanılan piezo elektriksel özelliğinde ki malzeme üzerinde voltaj ayarlanabilir

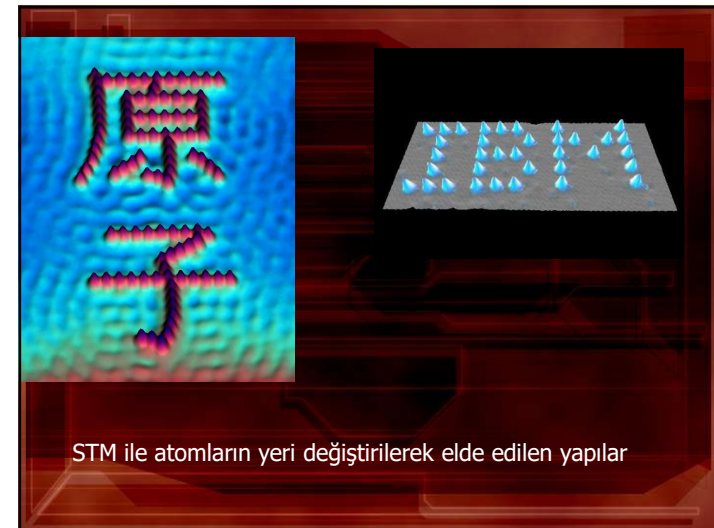
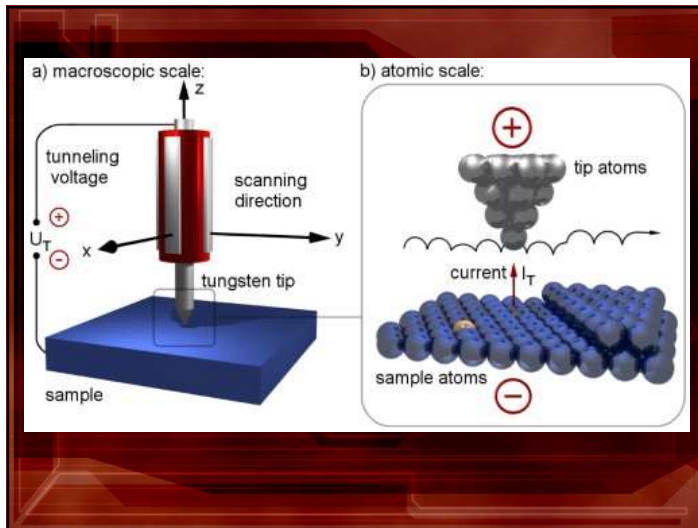


- Gezici uç ile numune arasında bir elektrik akımı oluşabilmesi için numunenin iletken olması gerekir.
- Yalıtkan malzemeler incelenemez. Ayrıca yüzey temizliğinin önemli olduğu durumlarda kirlenme ve oksitlenmeyi engellemek için işlemin vakum ortamında yapılması gerekir.
- Yüksek çözünürlük elde etmek için STM' in titreşime sebep olabilecek çevresel etkenlerden izole edilmesi gerekir.

UYGULAMA

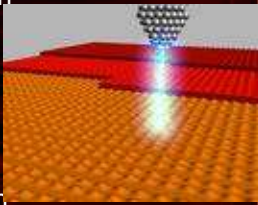
- Gezici uç kullanılarak numune yüzeyinden istenilen atom kopartılarak başka bir yere yerleştirilebilir. Bu sayede istenilen düzene sahip bir yüzey elde edilebilir



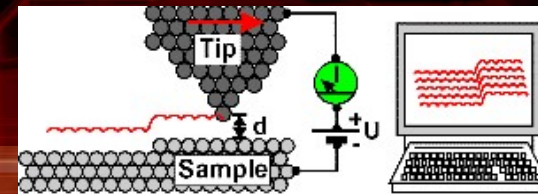


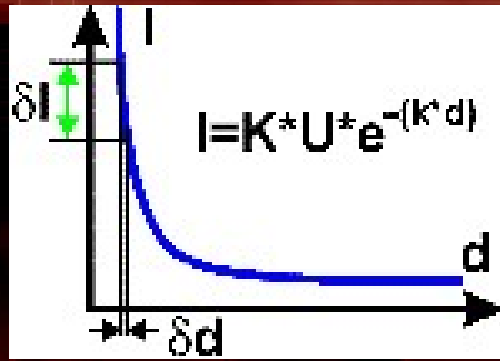
TÜNEL ETKİSİ

- Klasik elektrik kanunları, iki iletken arasında devamlı bir akımın akabilmesi için iletkenlerin temas ediyor olması gerektiğini söyler.
- Ancak kuantum fiziğinde durum biraz farklıdır. Atomik boyutta, yüklü bir yüzeye, çok yaklaşabilen, ancak değmeyen bir atomik nokta ile yüzey arasında **tünel akımı** adı verilen bir elektron akışı gözlenir.



- Şekilde, örnek yüzeyi ile atomik sivri uç arasında d mesafesi olmasına rağmen akan tünel akımı görülüyor. Tünel akımı şiddetinin buradaki en önemli özelliği d mesafesine bağlı olmasıdır

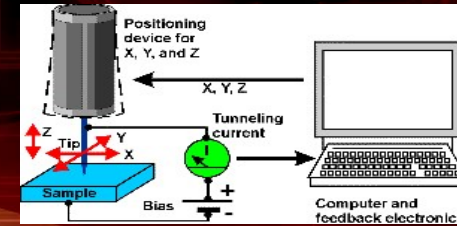




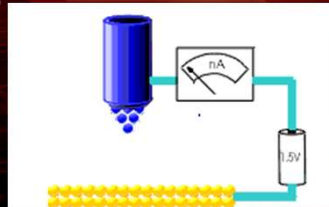
- d mesafesi ve I akım şiddeti arasındaki bağıntı üsteldir. Yani, d mesafesinde oluşacak küçük bir değişim, I akımında büyük bir değişime yol açabilir.

Piezo Elektrik Tarama

- Bir piezoelektrik malzeme, elektrik akımı ile eğrilme (belirli frekanslarda titreşme) özelliği gösterebilir.



- Ucu atomik sivri olan "Tip" parçacığı, piezo bükülür malzemeye monte edilir.
- Piezo malzeme, XYZ, koordinatlarında atomik boyutta bükülebilir.
- Dolayısıyla Tip, piezo malzeme ile yüzeyde atomik boyutlarda gezdirilebilir.
- Tünel etkisi sayesinde, yüzey ile Tip arasındaki d mesafesine bağlı olarak I akımı değişecektir.



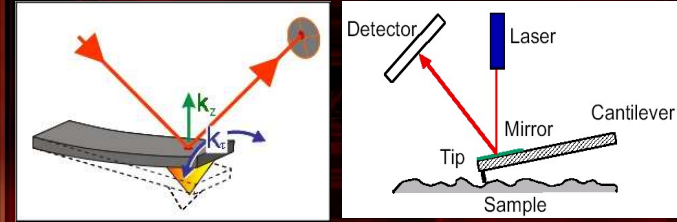
Atomik Güç Mikroskobu (AFM)

- Atomik Güç Mikroskobu (AFM), STM 'den sonra geliştirilmiş ikinci taramalı mikroskoptur. AFM ile STM arasındaki önemli farklılık yüzeyle uç arasındaki mesafedir. AFM ucu numuneye hafifçe değdiriliyor. Taramalı Güç Mikroskobu olarak ta bilinen AFM, Taramalı tünel mikroskobun (STM) benzeridir. Yüzeysel olarak 3 boyutlu görüntü elde etmemizi sağlar. AFM ve STM cihazının her ikisinin de ortak yönleri, **yüzeyleri taramak için ince gezici uca sahip olmalarıdır.**

Atomik Güç Mikroskobu (AFM)

- STM ucu, yüzeyden birkaç angstrom mesafedir.
- Yüzey ile gezici uç arasında belirli bir mesafe vardır, numuneye değmemektedir. Böylece, STM genellikle yüzey davranışlarında sınırlandırılmıştır.
- Diğer taraftan AFM ucu, numune üzerindeyken yüzey ile fiziksel temas halindedir. Çünkü, AFM herhangi bir yüzey üzerinde kullanılabilir.
- AFM polimer yüzeylerin analizinde kullanımı daha uygundur.

Atomik Güç Mikroskobu (AFM)



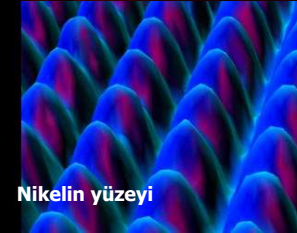
Atomik Güç Mikroskobu ile Taramalı Tünel Mikroskobun karşılaştırılması

- STM tünel akımı-mesafe prensibiyle çalışır AFM kuvvet-mesafe prensibiyle çalışır.
- STM 'nin yatay ve düşey çözünürlüğü AFM'den çok daha yüksektir.
- STM 'de incelenen numune iletken olmak zorundadır, AFM' de numune iletken olmak zorunda değildir.
- STM 'de numune yüzeyi atomistik seviyede modifiye edilebilir, AFM' de böyle bir işlem yapılmaz.

STM görüntülerinin oluşturulması

- XY taramasında, gezici uçtaki atomun yüzey üzerinde gezdirilmesi için **numuneye çok yakın olmalı**, her zaman gezici ucun sonunda ki atom kesinlikle bir cismin yüzey atomu üzerindedir.
- Böylece gezici uç otomatik olarak inişli çıkışlı yörüngede, yüzeydeki atomik dalgalanma hareketlerine göre gezinmektedir.
- XY taramasında, piezo element sayesinde elektronik geri besleme ile uygulama yapılarak voltaj değişikliği durumuna göre bu yörünge hakkındaki bilgi elde edilebilir.

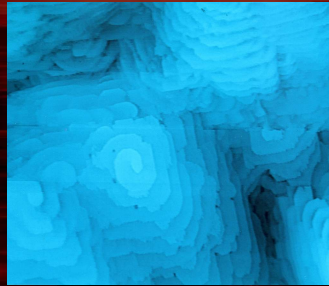
- Son adım olarak gezici ucun yönleri canlandırılmıştır. Bunu yapmak için birkaç yön bulunmaktadır, örneğin; yüksekliğin çizdiği bireysel yerde toplanmalar gösterilmektedir veya gri ölçekle renk ölçümü ile 3 boyutlu perspektifler gösterilmektedir.
- STM üzerinde ki kör renkleri ayırt etmek için önemlidir ve bütün gri ve renkli ölçekler yükseltileri temsil etmektedir. Ayrıca yükselti perspektif üzerinde gösterilmektedir



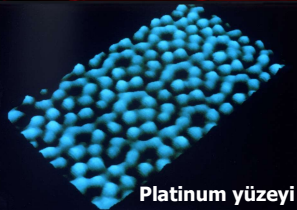
Nikelin yüzeyi



Silisyum yüzeyi

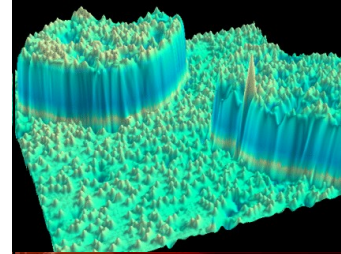


Bir süper iletken seramik yüzeyi

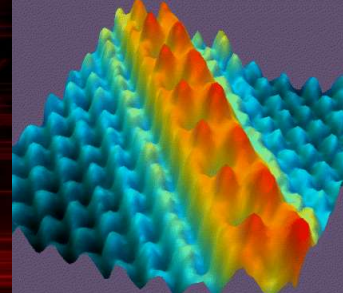


Platinum yüzeyi

Fe (001) yüzeyi üzerinde Cr empüriteleri



GaAs(110) yüzeyinde Cs atomları (7nm x 7nm)



ATOMİK GÜÇ MİKROSKOBU (AFM) (Atomic Force Microscopy) TEKNİK VE UYGULAMA ALANLARI

1 - ATOMİK GÜÇ MİKROSKOBUNA (AFM) GİRİŞ

Gerd Binning ve Heinrich Rohrer tarafından STM 'nin geliştirilmesi fizik alanında gerçekten büyük bir başarıdır. Onlar STM 'nin icadı ile 1986 yılında fizik alanında Nobel Ödülü ile ödüllendirildi ve Ernst Ruska (ilk geleneksel electron mikroskopunun tasarımcısı) ile ödülü paylaştı.

STM (Scanning Tunneling Microscopy) tasarımları alabilmek için akım geçişlerini kullanmaktadır. Numunelerin geçit akımlarına sahip olmak için, açıkcası bazı kısıtlamalara sebep olan iletkenliği olmalıdır. AFM daha sonradan gelişen bir tekniktir.ve bu teknikte iletken olmayan numunelerle ilgili sınırlamalar yoktur.

- AFM ile çalışma avantajlarından biri DNA ve proteinler gibi biyolojik numunelerle ilgili uygulamadır.
- Analiz edilen diğer numune özellikleri; sürtünme, elektrostatik, kimyasal ve magnetik özellikler, yapışkanlık,sertlik ve moleküller arasındaki kuvvetlerdir.
- AFM ile numune tasarlandığı zaman , angstromunda altında yeniden çözünmeye sahip yüksek bilgi sağlayabilir.
- AFM, yüksek SEM kararlılığına sahip, yüzey profilli ve tarama ucu konumu gibi özelliklere sahip, nadir bir cihazdır. Bu önemli özelliklerden dolayı nanobilim ve nanoteknoloji vb bilim ve teknolojinin birçok alanında kullanılmaktadır.

2- AFM CİHAZ ve PARÇALARI

Şekil 2.1'de bir AFM cihazı ve cihazı oluşturan parçalar basit olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.1. Fotoğrafta masa üzerinde AFM majör komponentleri görülmektedir. Onlar, mikroskop tabla bilgisayar elektronik kontrolcüsü, bilgisayar monitörü ve optik mikroskop monitörü.

•AFM cihazı nanometrik kararlılık ile görüntü ölçme yetenekli, önemli miktarda istenen, basit bir mühendislik yapısı olan cihazdır. AFM cihazının basit olarak parçaları; bilgisayar, Elektronik kontrol ve Stage (Tarayıcı ve optik mikroskobun olduğu parça) Trackball , örneği stagede X-Y ekseninde hareket ettirmek için kullanılır.

•AFM cihazlarının çoğu laboratuarlarda, masa üzerinde resimde gösterildiği gibi birarada bulundurularak kullanılır.

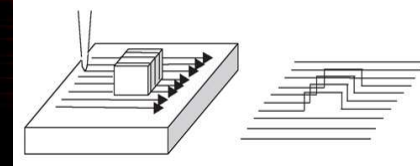
•Mikroskop parçalarının fonksiyonları şu şekildedir :

•**Bilgisayar** : Bilgisayarda, AFM görüntülerinin elde edilmesi ve gösterilmesi için bilgisayar yazılımı kullanılır. Bu yazılım ,AFM görüntüsünün proses ve analizi için kullanılır.

Elektronik kontrol : Elektronik kontrol, genel olarak z motoru ve XYZ tarayıcısı gibi stage parçalarını hareket ettirmek için gerekli olan elektronik sinyaldir. Burada rakamsal görüntüler ölçülür ve böylece onlar bilgisayarda gösterilebilir.

AFM Tablası : AFM tablası, bir görüntü ölçüldüğü zaman örneğin koyulduğu yerdir. Tipik olarak bir AFM tablası AFM tarayıcısı ve bir optik mikroskobu içerir. Optik mikroskobun ,tarayıcıyı hareket ettirmek için, hareket kontrol sistemi ,X-Y-Z eksenli numuneye bağlıdır.

AFM, keskin tarama ucu ile yüzeyin fiziksel özelliklerini topografyasını üç boyutlu olarak ölçen mekanik bir görüntü cihazıdır.



Şekil 2.3. AFM içinde keskin tarama ucu ile yüzey üzerinde bir taraftan diğer tarafa inceleme yapılır. Solda tarama ucunda izlenen hareket yüzey üzerinde bir 2D çizgi profili oluşturur. Sonra sağda ise yüzeyde üç boyutlu görüntü oluşması ile çizgi profilleri birleşir.

AFM, çok fazla büyütme yeteneğine rağmen büyük bir cihaz değildir. Bir kaç nanometre kadar küçük ölçümler yapabilen AFM cihazı parçalara ayrılabilme özelliği ile laboratuarda kolayca masa üzerine kurulabilir.

AFM 'nin yüksek büyütmesinin en büyük dezavantajı, sık sık çevrede tarama ucundan kaynaklı istenmeyen titreşimlerin meydana gelmesidir.

Nanometrik skala özelliklerini ölçen şaşırtıcı bir cihaz olan AFM 'nin sahip olduğu onu eşsiz yapan karakteristik özellikler şu şekilde sıralanabilir.

Atomik – Skala duyarlılığı : AFM duyarlılığı ile nanometrik ve ya atomik skala oluşturulur.Böylece daha hassas bir cihaz meydana getirilir. AFM ile istenen hassaslık, nanometrik ve ya atomik skaladaki hassaslıktır

Fabrikasyon Teknoloji : Bir AFM cihazı ,nanometrik skaladaki yüzey yapısında yapılan hızlı değişikliklerde kullanılabilir.Bu değişiklikler geleneksel teknolojilerin (e – ışın ve ya fotolitografi vb) maliyetlerinin küçük bir miktarı ile yapılabilir.

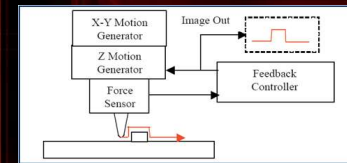
Hareket Kontrol : Nanometre skalasındaki AFM tarama ucu pozisyonu için, doğru bir şekilde inceleme ve kesin hareket kontrol teknolojisi istenir.Bu kesin hareket kontrol teknolojisi , diğer metodlarla yüzeyde elde edilemeyen etkili hareket kontrol maliyet değerini takip eder.

Bu üç önemli karakterik özellik ,data depolama , genetik mühendisliği ve nanorobot gibi diğer teknolojik ve bilimsel çalışmalarda uygulanabilir.

Keskin halde olan tarama ucu,yüzeye yakın yerleştirilir.yüzey güç alanından etkilenir.sonra tarama ucu yüzeyin bir tarafından bir tarafına tarama yapar. Yüzey sabit kalan uç ile güçler arasındadır. Tarama ucunda izlenen tam hareket yüzey üzerinde incelenir ve o zaman yüzey görüntüsü yeniden yapılır.

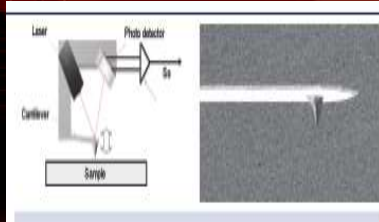
AFM tarama ucu çok keskindir. tipik olarak bir ucun çapı 50 nm ' den daha azdır.ve onun alanı, çapı 100 μm den daha az olan uç ile incelenir.Yüzeyin yükseklik özellikleri ,20 μm den daha az olan AFM ile taranır. İnceleme zamanı, incelenen boyuta bağlı olarak küçük dilimler olarak ayarlanabilir.ve yüzeyin topografik özellikleri incelenir.AFM büyütmesi 100 X ile 100 000 000 X arasında olabilir.

3- AFM TEMEL ÇALIŞMA PRENSİBİ



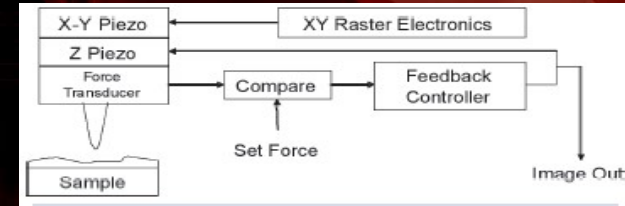
Şekil 3.1.AFM Temel Blok Diyagramı yatay ve düşey eksenlerde görülmektedir.

Mikroskopta güçler ile nanoskobik iğne ve yüzey,güç algılayıcıları ile ölçülür.Güç algılayıcıların ,bilgisayardan alınan bilgileri geri besleme ile kontrol birimine gönderilir.Geri besleme kontrolleri z hareket jeneratörünü yönlendirir.ve örnek ile tarama ucu arasındaki sabit mesafeyi ve güç sensor bilgilerini korur. yüzeyde X ve Y ekseninde tarama ucu hareketi olduğu zaman ,X-Y jeneratörleri çalışır. Şekil 3.1'de AFM blok diyagramı gösterilmektedir.



Şekil 3.2. Solda ışık çubuğu güç algılayıcısı, sağda kanal / tarayıcı uç kullanılan AFM güç algılayıcısındaki bir AFM. SEM görüntüsü görülmektedir.

AFM içindeki güç algılayıcısında ışık çubuğu bulunur. Şekil 3.2' de görülmektedir. Işık çubuğundaki laserden alınan bilgisayar bilgileri kanalın arkasında odaklanır, ve iki bölümlü foto- dedektörün içine yansıtılır. Her fotodedektör bölümündeki verim diferansiyel amplifikatörde karşılaştırılır. Tarayıcı uç kanalın son tarafında yüzey ile birbirini etkiler, kanal eğilir ve ışık yolu değişimi, iki fotodedektör bölümündeki ışık miktarının değişimine sebep olur. Böylece ışık çubuğundaki güç algılayıcısının elektronik verimi de tarayıcı uç ile örnek arasındaki güç ile orantılı olur.



Şekil 3.3. AFM parçaları blok diyagramda gösterilmiştir. Z piezoelektrik seramiğe yönelen voltajın izlenmesi yolu ile görüntü oluşmaktadır.

AFM cihazı piezoelektrik materyal kullanılarak yapılmıştır, bir güç transducer ve geri besleme kontrol şekil 3.3. de gösterilmiştir. Güç transducer güç ve tarayıcı uç ile yüzey arasında ölçülür. Geri besleme kontrolcüsü, z

piezoelektrik transducerdeki genişleme kontrolü ile sabit gücü korur. Yüzeyden geçen tarama ucunun incelenmesinde X-Y piezoelektrik seramikleri kullanılır, z seramik üzerinde voltajın izlenmesi yolu ile, yüzey üzerinde bir görüntü ölçülür.

Bir AFM cihazında birarada bulunması gerekli önemli özellikler şu şekilde sıralanabilir.

- Tarama ucu, yüksek kararlı bir görüntünün elde edilebilmesi için çok keskin yapılmalıdır.
- Tarama ucunun yüzeyde dizi taraması meydana getirmesi ve makroskobik çeviri mekanizmasının yapılması
- Güç transduceri, $n/N = 1$ iken ve ya daha az iken güç kararlılığına sahip olmalı ve tarama yaparken kırılmamalı.
- Bir geri besleme kontrolcüsü hızlı kontrole izin verir. Bu yüzden tarama ucu yüzeyde oluşturulması gereken topografyayı takip eder.

4 - AFM ve DiĞER MİKROSKOP ve ALETLERİN KARŞILAŞTIRILMASI

	SEM / TEM	AFM
•Örnek	İletken	Yalıtkan / İletken
•Büyütme	2 Boyut	3 Boyut
•Çevre	Vakum	Vakum / Hava / Sıvı
•Görüntü zamanı	0.1 - 1 dakika	1 - 5 dakika
•Yatay kararlılık	0.2 nm (TEM) 5 nm (FE-SEM)	0.2 nm
•Düşey kararlılık	n/a	.05 nm
• Görüş alanı	100 nm (TEM) 1 mm (SEM)	100 um
•Alan derinliği	İyi	Az
•Düz örnek karşılaştırması	Az	İyi

Şekil 4.1. AFM ile SEM Tekniklerinin Kıyaslanması.

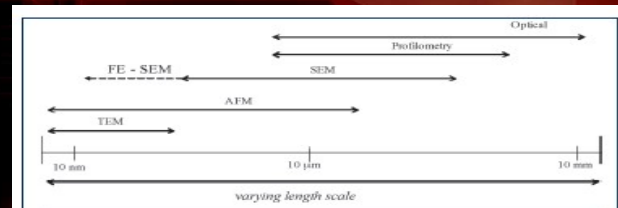
AFM, yatay düzlemde boyut ölçümü için kullanılan, geleneksel mikroskoplar ile (optik ya da tarama mikroskopları vb.) kıyaslanabilir. Yüzeyin düşey ekseninde profilli ölçülendirme yapmak için ,profil çiziminin kıyaslanabilmesine rağmen ,AFM ' nin en büyük avantajı X, Y ve Z eksenlerindeki büyütme yeteneğidir.

Optik ve elektron mikroskobu örneğin yüzeyindeki nesneyi iki boyutlu büyütmeyi kolayca sağlar ve büyütme optik mikroskobuna göre 1000 kez ve elektron mikroskobuna göre 100 000 kez fazladır. Bu etkili aletlere rağmen görüntü tipik olarak madde yüzeyinde ,yatay düzlemde sağlanır. Öyle mikroskoplar madde yüzeyindeki düşey boyutu kolayca okumayı sağlamaz.

Şekil 4.2.'de çeşitli tipteki mikroskopların ve profilmetrelerinin kıyaslanması gösterilmektedir. AFM 'nin sınırlayıcı özelliklerinden biri 100 μm ' den daha büyük alanlarda ölçülendirme yapmak için yeterince pratik olmamasıdır. Yüzey üzerinde tarayıcı uçta istenen mekanik tarama ölçüleri şu şekildedir.

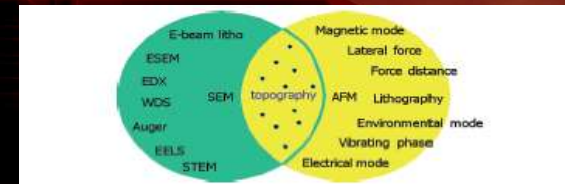
1000 X için (100 μm - 10 cm)

1 000 000 X için (100 nm – 10 cm) . aralıklarıdır.



Şekil 4.2. Çeşitli tiplerde 2-D ve 3-D profilli ve görüntülü cihazlardaki uzunluk görüntü ölçülerinin karşılaştırılması. AFM birkaç nanometre ile 100 μm arasındaki boyutlar içinde özellikleri ayrıştırma yeteneğine sahiptir.

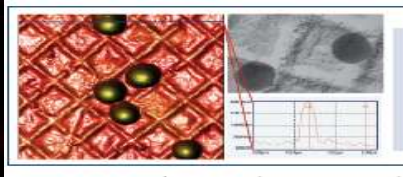
AFM çok sık SEM , TEM ve ya elektron ışın teknikleri vb. Tekniklerle kıyaslanır. Genelde AFM kullanımını öğrenmek, SEM kullanımını öğrenmekten ,AFM 'de örnek hazırlama işleminin daha az sürede olmasından dolayı daha kolaydır.



Şekil 4.3. AFM ve Ölçü Topografyaları . Her iki tip mikroskopta diğer yüzeylerin fiziksel özelliklerini ölçebilmelerine rağmen SEM yöntemi, kimyasal bileşimlerin ölçümleri için iyidir.ve AFM ise yüzeyin mekanik özelliklerinin ölçümü için iyidir.

SEM / TEM topografik ölçümlerde daha fazla yetenekli aletlerdir.Örneğin elektron ışın aleti EDX ölçüsü yapabilir elektro ışını litografik yöntemi başlatmıştır.Bunun gibi AFM diğer topografik ölçümleri yapabilir. Örneğin termal,magnetik ve elektrik alanlarda yüzey haritasını çıkarabilir.

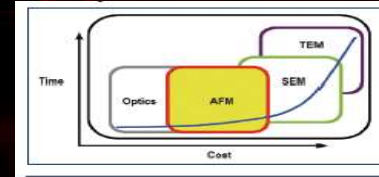
SEM / TEM gibi AFM de yüzey üzerinde litografik değişiklikleri başlatabilir.



Şekil 4.4. de bir nanopartikülün TEM görüntüsü ve bazı nanopartiküllerinin AFM görüntüsü arasındaki kıyaslama gösterilmektedir.

Şekil 4.4. de AFM görüntüsü , renk ve TEM skalaya bakıldığında çap 500 nm AFM çizgi profilinin görüntüsü partiküllerin yüksekliğini göstermektedir. Optik mikroskop , SEM / TEM ile AFM kıyaslanırsa AFM kullanımı optik mikroskoba göre daha zordur ve SEM / TEM kullanımına göre ise daha kolaydır. Ayrıca AFM tipik olarak optik mikroskoptan daha pahalıdır ve SEM / TEM 'den ise daha az maliyetlidir.

Şekil 4.5. de Optik ,AFM ve SEM / TEM arasındaki nispi zaman ve maliyet kıyaslaması gösterilmektedir.



Şekil 4.5. AFM , SEM / TEM ,Optikal cihazların maliyetleri ölçüm zamanları kıyaslamaları.

Ayrıca ,Optik mikroskop için gereken laboratuvar alanı en az iken SEM / TEM cihazları için gereken alan daha fazladır. AFM ise bu konuda ikisi arasındadır.

Optik mikroskop profilci kullanımına göre kıyaslamada, optik profilcinin ayarlamaya ihtiyaç duymaması yüzünden, AFM kullanımına göre daha kolaydır.AFM de tarama hızı ve geri besleme kontrol parametreleri için ayar yapılmasına gerek vardır.

5 - AFM 'NİN NANOTEKNOLOJİYE ETKİSİ

Ölçüm : AFM , yüzey üzerinde üç boyutlu yüksek büyütme meydana getirir.Büyüyen görüntü ile atomik keskin tarama ucunun yüzey üzerindeki taraması ile oluşan hareketin izlenmesi mümkün olur. AFM ile , yüzey üzerinde tek atom ve molekülü içeren birkaç nanometre boyutlu yüzeyin özellikleri direkt olarak izlenir.Bu ,yüzey özelliklerinin boyutlarının ölçümü ve nesnelerin nanometrik boyutları hakkında düşünebilme imkanı verir.AFM ile yüzey üzerinde tarayıcı ucun fiziksel etkileşiminden dolayı ,yüzeyin fiziksel boyutlarının ölçümünü daha iyi yapmak mümkündür

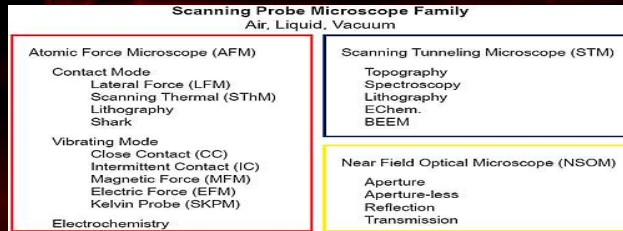
Tarayıcı uç yüzeye değecek şekilde hafifçe bastırıldığında ,yüzeyin ölçülmesi mümkündür.Tarayıcı ucun yüzeydeki hareketinin , yüzey sürtünmesinin bir ölçüsü olması yolu ile bu kolaydır.

Değişiklik : Kağıt yüzeyine yazı yazmak için dolma kalem kullanılır iken AFM ile yüzey üzerine yazı yazmak mümkündür.Bu yeni bir lithografik sonuçtur. Nanometre skalasındaki yüzey değişikliğinin yapımı için tamamen yeni bir metottur.

İşletme : AFM tarama ucu ile direkt olarak nesnelerin yüzeye doğru hareketi mümkündür.Nesneler bastırılabilir,aşağı yukarı oynatılabilir hatta tarama ucu ile kaldırılabilir.Böyle bir metod ile nanometre boyutunda bir nesne oluşturulabilir.

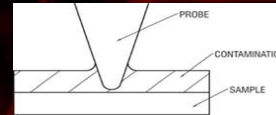
6 - AFM GÖRÜNTÜ BİÇİMLERİ

AFM, Tarama Uç mikroskopları ailesinin mikroskop geçit taraması (STM) ve yakın alan optik mikroskopunu (NSOM) içeren bir üyesidir. Şekil 6.1 de görülmektedir.



Şekil 6.1 SPM nin başlıca tipleri AFM, STM ve NSOM görüyor. SPM nin toplam sayısının yaklaşık % 80 lik kısmı AFM ile yapılır.

Bu mikroskoplardan her biri ,yüzey üzerinde hareket eden küçük tarama ucuna sahiptir ve bu ucun hareketinin izlenmesi ile yüzey topografyasını ölçer. STM ,tarama ucu ve yüzey arasındaki akım akışını izleyerek çalışır. AFM içinde güç, izlenen yüzey ve tarama ucu arasındadır. Son olarak NSOM içinde numune yüzeyinin optik özellikleri izlenir.



Şekil 6.2. Çevre havasında AFM tarama ucu numune yüzeyine bulaşmış olan kirli tabaka içine doğru geçirilir.

AFM ,parçaların çoğu için çevredeki havada çalıştırılır. Örnek yüzeyinde, çevre havasında bakım yapılır. Daima su ve hidrokarbondan oluşan kirlenici bir tabaka vardır. Böylece AFM nin tarama ucu tipik olarak bu kirli tabakaya batırılır. Şekil 6.2. de gösterilmiştir

AFM tarama ucu geometrisindeki değişiklikler kararsızlığa katkı da bulunur. Satıcı firmaların sağladığı tipik AFM tarama ucu 15 nm den küçük çapa sahiptir. Bu değer 15 , 5 ve ya 10 nm olabilir. Tarama ucu metalden ve ya diğer materyallerden oluşan ince film ile kaplandığında , bu kararsızlık artar. Sadece ucun kaplama kalınlığında olan değişimler değil, burada olan diğer değişimler de doğruluğu değiştirir, etkiler.

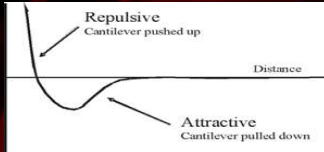
Örneğin AFM tarama ucu kaplaması çok küçük ağırlığa sahip olabilir. Şekil 6.3. de bu durum gösterilmektedir. Tipik bir AFM probu ve iletken elmas film ile kaplı olan AFM tarama ucunun SEM görüntüsü görülüyor.



Şekil 6.3. Solda standart AFM tarama ucunun SEM görüntüsü, sağda ise iletken elmas film ile kaplı AFM tarama ucunun SEM görüntüsü görülüyor.

Görüntü biçimlerinin bazıları aşağıda açıklanmıştır.

Topografik Biçim : Bir AFM güç sensörü sadece tarama ucu, yüzey ile birleşen güç alanı ile etkileşime girdiğinde çalışabilir. Çevre havasındaki, yüzey ile tarama ucu arasındaki potansiyel enerji Şekil 6.4 de gösterilmiştir



Şekil 6.4. Örnek ile tarama ucu arasındaki Potansiyel enerji diyagramı. Yüzey kirlenmesinde kapiler güçler etkili potansiyele sahip olur.

Kontak Biçim : Bu biçimde sabit saptırma yüzey üzeri taranır. Şekil 6.5 de gösterilmiştir. Eğer PID geri beslemesi iyi bir şekilde bağlanırsa, sabit güç tarama için yüzeyde toplanır. Eğer PID geri besleme parametresi iyi bir şekilde değilse, değişebilen güç tarama esnasında tarama ucu ile yüzey üzerinde güç sarfeder.



Şekil 6.5. Solda kontak biçimde tarama olurken tarama ucu bölgesinde potansiyel diyagramı görülmektedir. Sağda, kontak biçimde tarama ucunun yüzey üzerinde hareketi görülmektedir.

Şekil 6.6. da ise kontak biçimde bir kaç örneğin AFM görüntüleri gösterilmektedir.



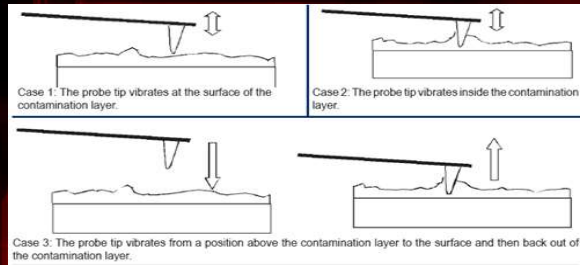
Şekil 6.6. Kontak mod görüntüleri. Solda küçük bir kompakt disk üzerindeki parçalar, ortada metal yüzey görüntüsü, sağda ise yüzey üzerinde nanopartiküller görülmektedir.

Titreşim Biçimi: Bilimsel cihazlarda, daha hassas ölçülendirme yapmak için daha iyi sinyal/ses oranı gerekmektedir. Burada ölçülmüş olan sinyalin ayarlanması önemlidir ve faz ve ya genişleme bulunan devreler kullanılır. Ayarlama tekniklerinin kullanılması, sesin $1/f$ den daha az olduğu yerde, daha yüksek frekanslı rejim ölçüsü değişir. AFM kullanımdan sonra, böyle teknikler geliştirilmiştir. Şekil 6.7 de vibrasyon biçimi gösteriliyor.



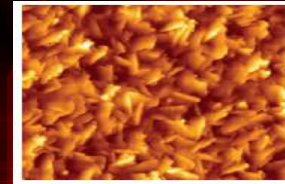
Şekil 6.7. Vibrasyon biçim ile tarama ucu hareketinin potansiyel Diyagramı. Sağda ise yüzey üzerinde tarama yapan ucun oluşturduğu titreşim görülmektedir.

Tarama ucu yüzey üzerinde tarama esnasında üç ayrı türde titreşim oluşturabilir. Bunlar Şekil 6.8 de görülmektedir



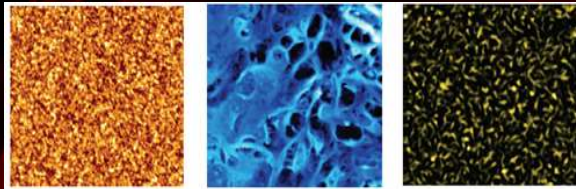
Şekil 6.8. Kirliliği tabaka ile yüzey arasındaki tarama ucu titreşimi ile bağlantılı 3 farklı durum görülmektedir.

- Titreşim biçimi , yüksek kararlılık gerektiği zaman ve ya çok yumuşak örnek taraması olduğunda kullanılır. Bu biçimde kullanılan tarama uçlarının sıklıkla çap değerleri 10 nm den daha azdır, yüksek kararlılıkta tarama esnasında tarama ucunun doğruluğu örneğin uç kontrolü ile izlenebilir. Şekilde denetçi bir örneğin AFM görüntüsü görülmüyor.



Şekil 6.9. 2 X 2 mikron denetçi örnek ucunun AFM görüntüsü.

Ortamdaki havada AFM ile ölçülen son derece yüksek kararlılıktaki görüntüler ,titreşim biçimi ile yapılır.Şekil 6.10 de titreşim biçimi ile ölçülen görüntüler görülmektedir.



Şekil 6.10. Titreşim biçimli AFM görüntüleri ; Solda ince silikon , ortada bir kanser hücresi , sağda ise proteinler görülmüyor.

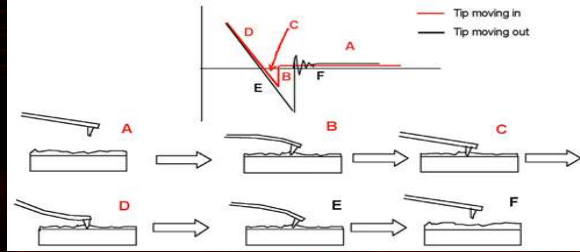
Mekanik Ölçülendirme:

AFM deki tarama ucu , yüzeydeki yoğun kuvvet ile birbirini etkiler

Bu etkileşimler yüzey üzerindeki nano-mekanik ölçülendirme yapmaya izin verir.Mekanik ölçülendirme yapmak için başlıca metod, güç / mesafe eğrisidir.Tarama ucu ,yüzey içine sıkı bir baskı yaptığı zaman bu, yüzey üzerinde nano boyutta çentik oluşmasına sebep olabilir.

Güç / Mesafe Eğrisi :

Güç / Mesafe Eğrisi örnek yüzeyindeki ucun mesafesinin bir fonksiyonu olarak ,tarayıcı ucun gücünü ölçer.Tipik olarak F/ D ölçüsü ,yüzey üzerindeki serbest boşluk daki uç ile başlatılır. O zaman uç , itici rejimde katı kuvvetler ile, etkileşime girene kadar,yüzeye doğru alçalır.Sonra tarama ucu tekrar serbest boşlukta olana kadar yüzeyden uzaklaştırılır. Güç / Mesafe eğrisi ve tarama ucuna bağlı olan durumlar şekil 6.11. de gösterilmiştir.



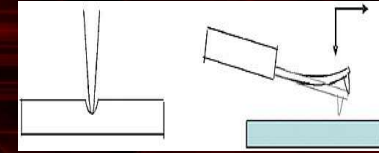
Şekil 6.11. Güç mesafe eğrisi tarama ucunun kanal sonundan yüzeye doğru hareketi ile ölçülür. (Üstte kırmızı ve siyah izler). Şekilde A ve F aralığında tarama ucunun yüzeydeki hareket pozisyonları görülmektedir.

Nano Çentikleme :

Bir nano çentiği yüzey üzerinde, yüzey içindeki uçtaki fiziksel kuvvet yolu ile oluşur. Bu materyal yüzeyinin bir kısmının yerinden çıkartılmasına sebep olur, ancak sabit sıçrama yapan AFM kanalı yeterince katı ise. Şekil 6.12 'de PMMA yüzeyi içindeki silikon tarama ucu ile oluşturulan bir nano çentik görülmektedir.



Şekil 6.12. PMMA yüzeyi içindeki AFM tarama ucu ile yapılan bir çentik.



6.13. Örnek tarama ucu açısının nano çentik proseslerdeki değişimi

Şekil 6.13. Solda, sürtünme katsayısı tanımlanmıştır. (Sürtünme kuvveti, normal kuvvete bölünerek). Sağda ise bir sürtünme eğrisi; soldan sağa, sağdan sola giden yan sinyallerin izlenmesi yolu ile ölçülür.

AFM ile nano çentikleme olduğu zaman, kantitatif data elde edilmesini zor yapan iki problem vardır. İlki tarama ucunun geometrisinin iyi bilinmemesi, ikincisi ise şekil 3.14. de görüldüğü gibi örnek tarama ucu açısının nano çentik proseslerdeki değişiminin sabit bir şekilde olmasıdır.

7- AFM PROSES, DİSPLAY, BİLGİSAYAR YAZILIMI ve ANALİZİ :

AFM görüntüleri, bilgisayarda sayı düzenlemesi ile üç boyutlu olarak depolanır. Sayıların düzenlenmesi prosesden geçmiş, gösterilmiş ve analiz edilmiş olabilir ve özel yazılım proses görüntüsü ile sonra rapor haline getirilir.

AFM görüntüsü proses yazılımı, tipik olarak display yazılımından az farklıdır. Display yazılım görüntüsü, optik ve tarama electron mikroskobu gibi geleneksel mikroskoplarda kullanılır. AFM görüntüsünün büyük farkı 3 boyutlu topografya içeriğinin olmasıdır. ve geleneksel mikroskoplarda bu özellik yoktur. Geleneksel mikroskoplarda yüksek bilgiye sahip değildir.

8- AFM GÖRÜNTÜ NESNELERİ :

Bilim adamları ve mühendisler için araştırma, geliştirme ve kalite kontrol de kullanılan bütün ölçü aletleri sonuç olarak bu nesneleri oluşturur.

AFM ile görüntü ölçülmesinde kullanılan nesneler başlıca 4 kaynakta gösterilebilir.

Bunlar şu şekildedir;

- Tarama ucu,
- görüntü prosesi ,
- tarayıcı,
- vibrasyon.

9- AFM UYGULAMA ALANLARI :

AFM, numune hazırlama olmadan ve ya çok az numune ile izole edilmiş yüzey tasarımlarını nanometer skalasında ölçüm yapma yeteneği olduğu için , AFM bilim ve teknolojinin pek çok alanında çok sayıda uygulamalara sahiptir.Bu uygulamalar şekil (resim) formatında sunulmaktadır.

AFM 'nin başlıca kullanım yöntemleri :

a) Hayal etme : AFM üç boyutlu yüzey tasarımlarını ölçmektedir ve yüzey topografisini canlandırmak için çok faydalıdır.

b) Uzaysal metrolog : Yüzey özellikleri nanometer boyutunda AFM ile ölçülebilir.

c) Haritaların fiziksel özellikleri :Pek çok modele sahip haritaların fiziksel özelliklerini yüzey ölçümü ile yapmak mümkündür.

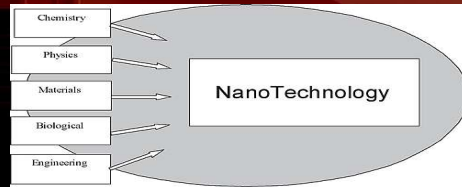
Pek çok parçalar için bu teknikler ayırtecdici özelliktedir.

1986 yılında AFM nin icadı başladıktan sonra AFM cihazlarının gelişmesi üzerine odaklanan büyük çalışmalar vardı.Bir kaç yıl içinde cihazlar ,doktora yapan kesimin cihazları olmaktan çıkıp ,teknisyenler tarafından kullanılabilen, üst düzey işlemlerde kullanılma durumuna

geldi.AFM için 1990 dan 2000 e uygulamaları temel fizikten, bütün dünyada kullanılan AFM nin yaklaşık 10 000 olacağı hesaplanmaktadır.

Temel araştırma için başlangıçtaki kullanımından sonra AFM ürün ve proses geliştirme için kullanılmaya başlandı.Bu tipdeki uygulamanın amacı ,daha iyi bir ürün yaratmaktır.Bu uygulamaların pek çoğu ,disket sürücü ve yarı iletken endüstriler gibi yüksek ve ileri teknoloji endüstrileridir.

Nanoteknoloji işlemleri ürünlerini üretmek için önemli olması beklendiği için AFM kalite ve proses kontrollerinde pek çok uygulamaları kapsayacaktır.Yeniden AFM için başlangıçtaki proses kontrol uygulamaları yarı iletken ve veri depolama endüstrilerinde kullanılacaktır.



Şekil 9.1. Şekilde gösterildiği gibi çeşitli geleneksel bilimsel ve mühendislik bölümlerinde nanoteknolojik çalışmalar, alana katkıda bulunmaktadır.

Yaklaşık 2000 yılı başlarında ,bütün dünyada nanoteknolojinin aciliyeti AFM için yeni uygulamalara sebep oldu. Şekil 9.1 geleneksel bilim ve teknoloji ile nanoteknoloji arasındaki ilişkiyi gösteriyor.

Bütün uygulamalar için AFM tasarımlarını başarılı bir şekilde ölçmek için anlatılması gereken şu üç önemli konu vardır. Bunlar ;

a) Uygulama için en uygun araştırmayı seçmek : araştırma tasarım özellikleri ile ilgili bilgi yeteri kadar net olmalıdır. ve eğer gerekirse böyle ölçümler kesin bir doğrulamaya sahip olmalıdır.

b) Doğru bir şekilde numune hazırlamak : Numune mikroskoba sıkı bir şekilde monte edilmelidir.ve yüzey üzerinde yer alan materyaller yüzeye sıkı bir şekilde yerleştirilebilmelidir.

c) Doğru modu ve uygulama için tarama parametrelerini kullanmak: Bunun için emin olmak gerekir. Topografi tasarımları temas ile ölçülebilir.ve ya numune sıkı bir şekilde titreşim moduna bağımlı olmalıdır ve yeniden çözünme gerektiğinde olur.

Elektron Demeti Desenlemesi (EBL)

Elektron Demeti Desenlemesi

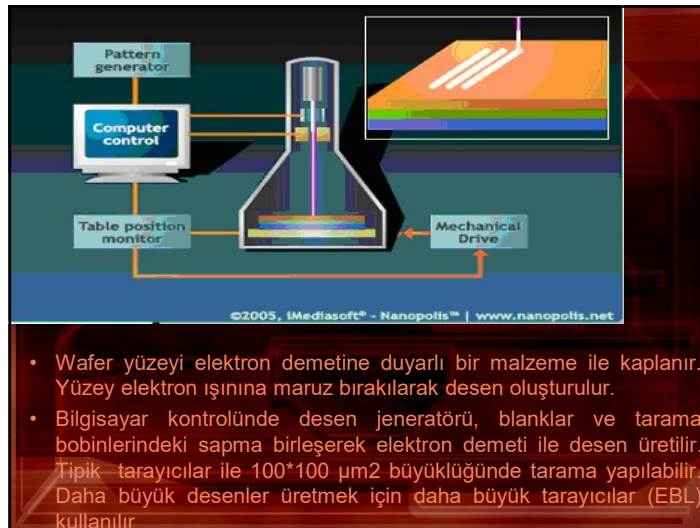
1.Genel Sunum

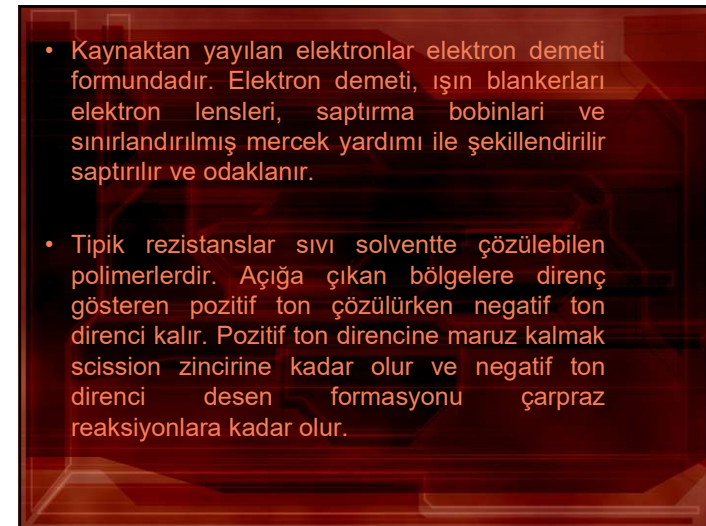
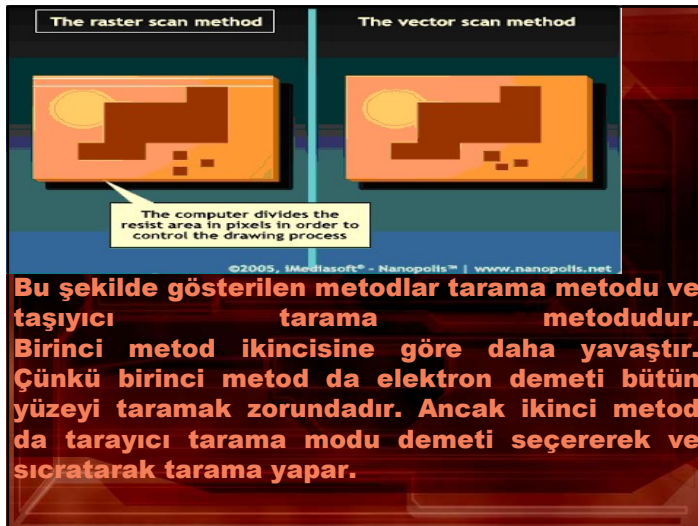
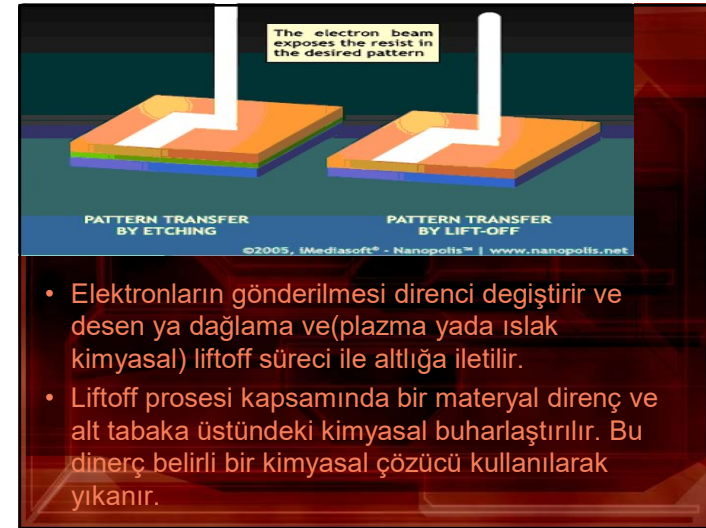
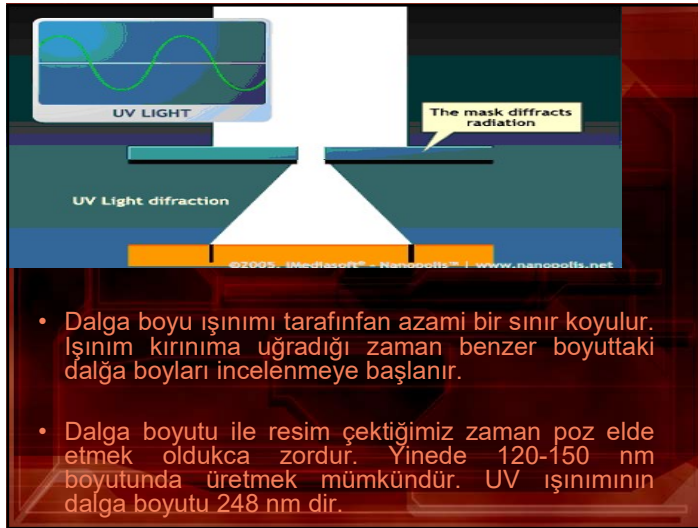
- Elektron demeti ile desenleme (EBL) modern elektrik devrelerin gereksinimi olan olağanüstü hoş desenleri üretmek için uzmanlaşmış bir tekniktir.
- Taramalı elektron mikroskoplardan türetilen bu teknik elektron dalgasıyla yüzeyi ortaya çıkarmayı sağlar. Yüzey elektronlara karşı duyarlı bir direnç filmle kaplıdır.
- Elektron demeti direnç altında, kimyasal değişikliklere uğrar.
- Likit solisyonun geliştirilmesinin ardından direncin bir kısmı halledilmiştir ve wafer metalizasyon prosedürü veya etching (asitle maden üzerine resim yapma) ile işlenebilmektedir.

- EBL kullanmanın avantajı 10-20 nm'de çok yüksek kesinliktedir ve esnekliktir. EBL değişik materyallerin üzerine gelişigüzel desen yazabilir.
- EBL'nin fotoğraf maskeleme ürünlerinde, (entegre olmuş devreler gibi) doğrudan yazma sistemlerinde ve çok küçük boyutlarda olan ileri araştırmalarda uygulamaları vardır.
- Modern elektron dalga projeksiyon sistemleri, şekilli spot sistemler, maske yazıcıları, SEM ve STEM gibi satışta olan farklı pek çok EBL tipi vardır.

2. Çekirdek İşlemi

- Elektronların dalgası duyarlı elektron direnç filmiyle kaplı yüzeyi tarar. Elektron dalgası üretilir ve elektron dalga sütununda şekillendirilir.
- Sütun elektron kaynağı, boşluklar, elektron lensleri, sken bobinleri, stigmatör ve dalga blankerından oluşur. Bir elektron dedektörü dalgayı odaklama ve düzene sokma ile wafer'daki referans özellikleri konumlandırmak için kullanılır.





3. Avantajlar

- Özellik hacmini 100 nm daha den küçük boyutlara düşürüp ve daha ileri gidersek diğer desenleme tekniklerinin konvansiyonel optik fotodesenleme (OPL) den daha çok kullanılması gerekir. İlerde mümkün olabilecek bu teknikler ileri ultraviyole desenlemesi (EUVL), x-ray desenlemesi ve elektron dalga desenlemesi içerir. Elektronlar x-ray veya UV ışını (3x10m) durumundan çok daha küçük teorik dalga boylarına ulaşabilirken, EBL dirençteki özel elektron katı interaksyon işlemlerinden dolayı yaklaşık 10-20 nm ile sınırlıdır.
- Desenlerin doğrudan yazımı, maske

- Direk yazım EBL'nin diğer avantajı ise dirençsiz kullanılabilmesidir. Bu durum direncin uzaklaştırılması ve uygulama için gerekli olan işlem evrelerinden kurtarır.
- Dezavantajı ise EBL sistemlerinin, doğrudan yazma işleminin doğasından dolayı OPL sistemleriyle karşılaştırıldığında düşük throughput'a sahip olmalarıdır. Ancak SCALPEL gibi daha karmaşık sistemler (paralel moda çalışabilen) ortaya çıkmaktadır, bunlar çözünme ve throughput arasındaki dengeyi optimize ederler.

4. Uygulamalar

- Son zamanlarda EBL büyük oranda entegre olmuş sanayi devrelerinde (IC) kullanılmaktadır. Tek bir CAT dosyasıyla tanımlanan hızlı ürünleri sağlayan esnekliğinden dolayı maske yapımında tercih edilen bir tekniktir.
- Maskeler gerekli olan deseni üretmek için geliştirilen ve ortaya çıkan elektron dalga duyarlı direnciyle krom giydirilmiş cam levhalardan yapılır. Üretilen maskeler çoğunlukla IC'nin fabrikasyonunda kullanılır ancak disk sürücü kafaları ve düz panel ekranları gibi diğer uygulamalar da böyle maskeler kullanırlar.

- X-ray maskeleri gibi gördüğümüz EBL'nin kullanışlılığını göstermek için 0.25 mm'den 0.1 nm'den daha az sıralanan özellikleri vardır ve 20 nm veya daha iyi bir yerleşim doğruluğu ister.
- Diğer bir uygulama IC'nin gelişmiş prototipi ve optik dalga kılavuzları gibi küçük hacimli ürünlerin üretimi için doğrudan yazımdır.
- EBL ayrıca ISC'nin limitleriyle ilgili araştırma ve quantum etkileri çalışmaları ile çok küçük boyutta (tek elektron transistor leri gibi) yeni çıkan fizik çalışmalarında kullanılır.

5. Tipler

- Büyük Paralel Dalga Sistemleri ile SCALPEL'den dönüşmüş SEM'lere throughput ve kesinliği iyileştirmek üzere farklı teknikler kullanan birkaç EBL tipi vardır.
- Litografi sistemleri düşük throughput ve küçük bir alan görünümüyle karakterize edilen dönüştürücü SEM'lerce kolayca gerçekleştirilebilir. Bu sistemler sözde raster sken metodunu kullanırlar. Üretkenliği artırmak için bu metot vektör sken metoduyla değiştirilmektedir.
- Daha fazla iyileştirme için şekilli dalga sistemleri geliştirilmiştir: dalga, değişik şekillerin oluşturulması için 1 veya 2 şekilli boşluktan geçer.

- Diğer projeksiyon sistemleri SCALPEL ve PREVAIL sistemlerdeki gibi absorbe eden ya da daha etkili bir şekilde elektronları yansıtan "işaretle maskeleri" kullanırlar.
- Sonuç olarak Büyük Paralel Dalga Sistemleri, pek çok küçük elektron tabancası veya minyatür lens ve boşluk sıralarıyla (Tek Çalga Çoklu Yol Sistemleri) var olurlar.