

166002

STM/AFM İLE YÜZEY KARAKTERİZASYONU

Demet USANMAZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

FİZİK

GAZİ ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

HAZİRAN 2005

ANKARA

Demet USANMAZ tarafından hazırlanan STM/AFM İLE YÜZEY KARAKTERİZASYONUANKARA adlı bu tezin yüksek lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Doç.Dr. Mehmet Çabırak

Tez Yöneticisi

M. Çabırak

Bu çalışma, jürimiz tarafından FİZİK Anabilim Dalında Yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan:

: *Prof. Dr. Bora ALKAN*

Üye

: *Doç. Dr. Mehmet Çabırak*

Üye

: *Yrd. Doç. Dr. Gökay Uğur*

Üye

: _____

Üye

: _____

Bu tez, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygundur.

Ayhan Güler

STM/AFM İLE YÜZEY KARAKTERİZASYONU
(Yüksek Lisans Tezi)

Demet USANMAZ

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
Haziran 2005

ÖZET

Bu çalışmada, Si ve AlGaAs yüzeylerinin STM/AFM yardımıyla görüntülendi. Si(111) yüzeyinin 7x7' lik bir yeniden yapılanmaya sahip olduğu bulundu. MBE laboratuvarında büyütülen AlGaAs yarıiletkeninin AFM sonuçlarına bakıldı. İlk olarak numune $\text{NH}_4\text{OH}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{H}_2\text{O}$ (1:1:50) kimyasal çözeltisinde bekletildi. Daha sonra $\text{HF}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{H}_2\text{O}$ (1:1:30) kimyasal çözeltisinde farklı zaman aralıklarında bekletildi. AlGaAs yarıiletkenin AFM görüntüleri ve yüzey pürüzlülük sonuçları elde edildi.

Bilim Kodu :223.23
Anahtar Kelimeler : STM, AFM, AlGaAs, Si, yarıiletken
Sayfa Adedi : 72
Tez Yöneticisi : Doç.Dr.Mehmet Çakmak

THE SURFACE CHARACTERIZATION WITH STM/AFM**(M.Sc. Thesis)****Demet USANMAZ****GAZI UNIVERSITY****INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY****JUNE 2005****ABSTRACT**

In this work, we present the results of STM/AFM on the Si and AlGaAs surfaces. For Si(111), we find the (7x7) surface reconstruction by analyzing the STM images. We also present the AFM results on the AlGaAs semiconductor material grown in our MBE laboratory. We have first etched this material by the chemical solution of $\text{NH}_4\text{OH}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{H}_2\text{O}$ (1:1:50). After that, we applied chemical solution of $\text{HF}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{H}_2\text{O}$ (1:1:30) in the different time period. We determine the AFM images and surface roughness on this etched AlGaAs.

Science Code : 223.23**Key Words : STM, AFM, AlGaAs, Si, Semiconductor****Page Number: 72****Adviser : Assoc. Prof. Dr. Mehmet ÇAKMAK**

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım sırasında desteği ve yardımlarıyla beni yönlendiren, bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım kıymetli danışman hocam Doç. Dr. Mehmet ÇAKMAK' a ve desteğini benden esirgemeyen sevgili hocalarım Prof. Dr.Tofig MAMMEDOV ve Dr. Barış AKAOĞLU' na teşekkürü bir borç bilirim. Maddi ve manevi her türlü destekleriyle yanımda olan aileme ve iki yıllık Yüksek Lisans öğrenimim boyunca sağladığı burstan dolayı Kuzey Kıbrıs Türk Cumhuriyeti Milli Eğitim Bakanlığı' na teşekkür ederim.



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	I
ABSTRACT.....	II
TEŞEKKÜR.....	III
İÇİNDEKİLER.....	IV
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	VII
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	VIII
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	X
1.GİRİŞ.....	1
2.YARIİLETKEN BULK VE YÜZEYLERİ.....	3
2.1. Giriş.....	3
2.2. Yarıiletkenler.....	4
2.3. Yarıiletken Çeşitleri.....	7
2.3.1 Hakiki Yarıiletkenler.....	7
2.3.2 Katkılı Yarıiletkenler.....	7
2.4. Temiz Yüzeylerin Atomik Yapısı.....	10
2.4.1. Bulk ve Yüzey.....	10
2.4.2. Durulma ve Yeniden Yapılanma.....	11
3.YÜZEY ANALİZİNDE KULLANILAN DENEYSEL TEKNİKLER.....	16
3.1. Giriş.....	16
3.2.Neden UHV?.....	16
3.2.1.UHV Teknolojisi.....	18
3.2.2. UHV Malzemeleri.....	18

sayfa

3.2.3. UHV Pompalama Sistemi.....	19
3.3. Yüzey Analizinde Kullanılan Deneysel Teknikler.....	20
3.4. Taramalı Elektron Mikroskobu.....	21
3.5. Taramalı Tünelleme Mikroskobu.....	21
3.5.1. STM in Ana Elmanları.....	23
3.5.2. Elektron Tünelleme Teorisi.....	27
3.5.3. STM Modları.....	31
3.5.4. Taramalı Tünelleme Spektroskopisi.....	33
3.6. Atomik Kuvvet Mikroskobu.....	34
3.6.1. Temel Prensibler.....	35
3.6.2. Tip-Örnek Etkileşim Kuvvetleri.....	39
3.6.3. AFM Görüntü Kusurları.....	43
3.6.3.1. Tip/Cantilever Kusurları.....	43
3.6.3.2. Tarama Kusurları.....	46
4. Si(111)-(7x7) ve AlGaAs(001) YÜZEYİ.....	48
4.1. Giriş.....	48
4.2. Si(111)-(7x7) Yüzeyi.....	49
4.2.1. Numune Hazırlama.....	50
4.2.2. Sonuç ve Tartışma.....	51
4.3. AlGaAs.....	52
4.3.1. Numune Oluşumu.....	53
4.3.2. Kimyasal Temizleme Metodları.....	55
4.3.3. Numune Hazırlama.....	61

sayfa

4.3.4.Sonuç ve Tartışma.....	62
4. SONUÇ VE GELECEK ÇALIŞMALAR.....	67
5. KAYNAKLAR.....	68



ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. n moleküler yoğunluk, I akı, λ serbest yol ve τ oda sıcaklığında nitrojen molekülleri için zaman sabitidir. Tek tür atomdan oluşan bir tabakanın yoğunluğu $n_0=10^{15} \text{ cm}^{-2}$ ile verilir.....	17
Çizelge 4.1. Kuantum Kuyulu $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ (QW) Lazer Diyot Yapımı.....	54
Çizelge 4.2. Bu çalışmada kullanılan Islak kimyasal temizleme (WCP) süreçleri.....	59
Çizelge 4.3. Farklı ıslak kimyasal süreçlere göre Toplam görüntü X-ışın flüoresans spektroskopisi (TXRF) ile yüzeyde ölçülen metal safsızlıklar.....	58
Çizelge 4.4. Farklı ıslak kimyasal süreçlere göre X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) ve AFM ile ölçülen yüzey pürüzlülüğü ve kimyasal oranlar.....	61
Çizelge 4.5. Isıl ve kimyasal etch süresine göre RMS değerinin değişimi.....	63

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. (a) Bir ZnS yapısı (b) fcc yapısı.....	4
Şekil 2.2. Tetrahedral bağlar.....	5
Şekil 2.3. Sıkı paket yapısı.....	9
Şekil 2.4. Kübik sıkı paket ve yüzey merkezli kübik yapısı.....	10
Şekil 2.5. Gevşeme olayı.....	12
Şekil 2.6. Durulma olayı.....	12
Şekil 2.7. Yeniden yapılanma.....	14
Şekil 2.8. Yeniden yapılanmamış Si(100)-(1x1) yüzeyi.....	15
Şekil 2.9. Yeniden yapılanmış Si(100)-(2x1) yüzeyi.....	15
Şekil 3.1. STM cihazının şematik diyagramı.....	23
Şekil 3.2. Tarama mekanizmasının şematik diyagramı.....	23
Şekil 3.3. Elektrokimyasal kesme mekanizması.....	24
Şekil 3.4. Bir tipin şematik gösterimi.....	25
Şekil 3.5. Tip ve mini tipin numune ile arasındaki tünelleme akımı.....	25
Şekil 3.6. Tipler.....	26
Şekil 3.7. U yükseklikli bir engel üzerine soldan gelen bir tanecik için dalga fonksiyonu I ve III bölgelerinde sinüzoidal, II bölgesinde de üstel olarak azalmaktadır.....	28
Şekil 3.8. Tip ile numune arasındaki tünelleme.....	29
Şekil 3.9. Sabit yükseklikli moda tünelleme.....	30
Şekil 3.10. İçi dolu semboller atomları, taralı bölgeler elektron yoğunluğunu göstermektedir.....	31
Şekil 3.11. Sabit akım ve sabit yükseklik modu.....	33
Şekil 3.12. AFM in şematik diyagramı.....	36

Sayfa

Şekil 3.13. Ayrılma uzaklığının bir fonksiyonu olarak tip ve örnek arasındaki kuvvetlerin oluşması.....	40
Şekil 3.14. Keskin tip keskin olmayan tipe göre ıslak yüzeye daha küçük bir capillary kuvvet uygular.....	41
Şekil 3.15. Tipik cantilever sapma eğrisi tipin örneğe yaklaşırken (a eğrisi) ve geri çekilirkenki (b eğrisi) eğrilerini tanımlar.....	41
Şekil 3.16. Örneğe doğru hareket ederken cantilever ve kuvvetlerin etkisi.....	43
Şekil 3.17. Üç farklı durum için tipin biçiminin AFM sonuçlarına etkisi.....	45
Şekil 3.18. AFM de cantilever' in sapmasını izlemek için kullanılan çeşitli teknikler.....	47
Şekil 4.1. Si(111) bulk.....	49
Şekil 4.2. Tepeden (a) ideal Si (111) 1x1 yüzeyin ve (b) Si (111)-2x1 yüzeyi şematik gösterimi.....	50
Şekil 4.3. Si(111)-7x7 için tepeden ve yandan şematik gösterim.....	52
Şekil 4.4. 7x7 modelinin üstten görünüşünü. Ölçümler 10 nm x 10 nm boyutlarında ve cc mA gap voltajı ile alınmıştır.....	52
Şekil 4.5. 20 s kimyasal etchden (HF+H ₂ O ₂ +H ₂ O (1:1:30)) sonra 370 °C'de ısıtıldıktan sonra.....	64
Şekil 4.6. 20 s kimyasal etchden (HF+H ₂ O ₂ +H ₂ O (1:1:30)) sonra 540 °C'de ısıtıldıktan sonra.....	64
Şekil 4.7. 40 s kimyasal etchden (HF+H ₂ O ₂ +H ₂ O (1:1:30)) sonra 370 °C'de ısıtıldıktan sonra.....	65
Şekil 4.8. 40 s kimyasal etchden (HF+H ₂ O ₂ +H ₂ O (1:1:30)) sonra 540 °C'de ısıtıldıktan sonra.....	65
Şekil 4.9. 90 s kimyasal etchden (HF+H ₂ O ₂ +H ₂ O (1:1:30)) sonra 370 °C'de ısıtıldıktan sonra.....	66
Şekil 4.10. 90 s kimyasal etchden (HF+H ₂ O ₂ +H ₂ O (1:1:30)) sonra 540 °C'ye ısıtıldıktan sonra.....	66

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur

Simgeler	Açıklama
AlGaAs	Aleminyum galyum arsenik
Al(OH) ₃	Aleminyum hidroksit
As ₂ O ₃	Di arsenik tri oksit
Au	Altın
Å	Angstrom
C	Karbon
Ccp	Kübik sıkı paket yapı
CdS	Kadmiyum sülfür
CH ₃ OH	Metil alkol
CO	Karbonmonoksit
CO ₂	Karbondioksit
Fcc	Yüzey merkezli kübik yapı
Fe(OH) ₃	Demir III hidroksit
GaAs	Galyum arsenayt
GaP	Galyum fosfat
GaSb	Galyum antimoni
Ga ₂ O ₃	Di glyum tri oksit
Ge	Germanyum
HCl	Hidroklorür
HF	Hidroflorür

H_2O	Su
H_3PO_4	Fosforik asit
H_2O_2	Hidrojen peroksit
I	Akım
InAs	İndiyum arsenayt
Ir	İridyum
InSb	İndiyum antimoni
kV	Kilo volt
mm	Mili metre
$Mg(OH)_2$	Magnezyum hidroksit
mV	Milivolt
NaOH	Sodyum hidroksit
NH_4OH	Amonyum hidroksit
Pt	Platinyum
Si	Silisyum
SiN	Silisyum nitrat
SiO_2	Silisyum dioksit
V	Volt
$Zn(OH)_2$	Çinko II hidroksit
ZnS	Çinkosülfür yapı
μm	Mikrometre
Φ	İşfonksiyonu

Kısaltmalar**Açıklama**

AES	Auger elektron spektroskopisi
AFM	Atomik kuvvet mikroskobu
CITSS	Akım görüntü tünelleme spektroskopisi
LEED	Düşük enerjili elektron kırınımı
MBE	Moleküler demet yöntemiyle büyütme
MOVPE	Metal organik buhar fazında büyütme
PhD	Fotoelektron kırınımı
PS	Fotoyayım spektroskopisi
RHEED	Yansımali yüksek enerjili elektron kırınımı
RMS	Kare ortalamalarının kareöktü
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
STM	Taramalı tünelleme mikroskobu
STS	Taramalı tünelleme spektroskopisi
UHV	Çok yüksek vakum
UPS	Ultraviyole fotoelektron spektroskopisi
QW	Kuantum kuyusu
W	Tungsten
XSW	Duran dalgalı X-ışınları
XPS	X-ışınları fotoelektron spektroskopisi

1. GİRİŞ

Yüzey atomik yapısının belirlenmesi ve bu yapıyla ilişkili elektronik özelliklerin belirlenmesi modern yüzey biliminde ve teknolojiye önemlidir. Birçok deneysel teknik ve teorik metotlar yüzeyin atomik yapısını, elektronik yapısını ve kimyasal bağ yapısını belirlemek için kullanılmaktadır. Bu konularda şimdiye kadar binlerce makale yayımlanmıştır (1).

Deneysel teknikler çok başarılı bir şekilde yarıiletken yüzeylerine uygulanmakta ve aynı zamanda teorik birçok yöntemde başarılı olarak uygulanabilmektedir. Özellikle 1980' den sonra yüzey karakterizasyonu için birçok deneysel teknik geliştirilmiştir. Yapısal karakterizasyonu iki ana grup altında toplamak mümkün: *(i) Yeniden yapılanma izleri:* Düşük Enerjili Elektron Kırınımı (Low Energy Electron Diffraction: LEED), Yansımali Yüksek Enerjili Elektron Kırınımı (Reflection High Energy Electron Diffraction: RHEED), Taramalı Tünnelleme Mikroskobu (Scanning Tunneling Microscope: STM) ve *(ii) atomik bilgiler:* LEED, STM, Duran Dalgali X-ışınları (X-ray Standing wave: XSW), Fotoelektron Kırınımı (Photoelectron diffraction: PhD) teknikleri kullanılmaktadır. Yüzey elektronik seviyeleri ise Fotoyayım Spektroskopisi (Photoemission spectroscopy: PS) ve türevleri olan Ultraviyole PS (UPS), X-ışınları PS (XPS) yardımı ile elde edilebilir. Aynı zamanda STM elektronik seviyeleri belirlemekte kullanılmaktadır. Yüzey kimyasal bileşimleri ise Auger Elektron Spektroskopisi yardımı ile de bulunabilir (AES) (2).

STM deneysel tekniği yüzey analizi için gerçektende çok iyi geliştirilmiş bir tekniktir (3). Özellikle doğrudan yüzey geometrisini, yapısını ve elektronik özelliğini ölçebilmektedir. Çok keskin bir tip (uç) yüzeye yakın olarak bir dış alan ile tutulduğunda numune yüzeyi ile uç arasında tünelleme oluşur. Bu tünellemenin büyüklüğü iğnenin numune yüzeyine olan uzaklığıyla ilgilidir. AFM ise iğne ile numune arasındaki kuvvetleri (basınçları) algılar. İğne ile numune yüzeyindeki atomlar arası atomik kuvvetler Cantilever' ı (tipin üzerinde bağlı olduğu kol) çevirmeye yarar. Teknik detaylar bir sonraki bölümde sunulacaktır.

Bu tezde, ileri teknolojide kullanılacak olan yüksek kalitede elektronik ve optoelektronik (ışık veren diyotlar vb.) cihazların yapımındaki temel elemanlar olan doğada saf olarak bulunması mümkün olmayan III-V yarıiletkenlerinden GaAs ve üçlü yarıiletkenlerden AlGaAs ve grup IV elementi olan Si' un STM/AFM yüzeylerinin incelenmesi üzerinde duracağız.



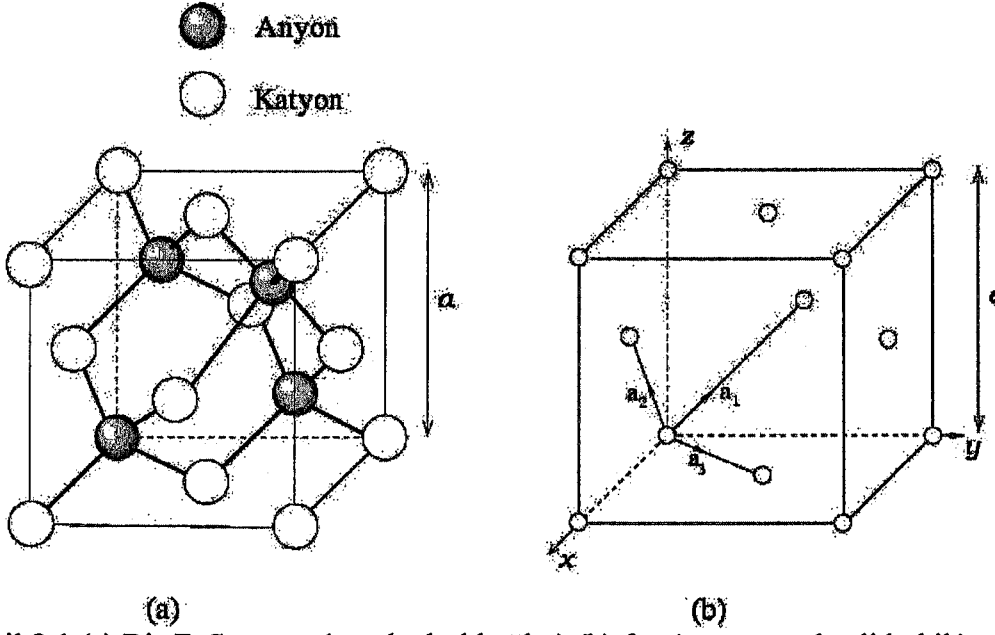
2. YARIİLETKEN BULK VE YÜZEYLERİ

2.1 Giriş

Yarıiletken, adından da anlaşılacağı gibi iletkenliği yalıtkan ile iletken arasında olan malzeme anlamındadır. Bu malzemeler, katıların en ilginç ve önemli sınıfını oluşturur. Bunlar, metallere yalıtkanlara uzanan bölgeyi kapsayan geniş bir olaylar zincirini sergilerler ve geniş uygulama alanlarına sahiptirler.

Yarıiletkenlerin öz dirençleri oda sıcaklığında 10^{-2} - 10^9 Ω -cm aralığına yayılır. Bu aralık iyi iletkenler (10^{-6} Ω -cm) ve yalıtkanlar (10^{14} - 10^{20} Ω -cm) arasındaki bölgeye düşer. Mutlak sıfır sıcaklığında yarıiletken maddelerin saf ve mükemmel kristalleri yalıtkan özelliği gösterir. Yarıiletken olma özelliği ise; termal uyarma, safsızlık atomları, örgü kusurları veya kimyasal düzende meydana gelen değişiklikler sonucu ortaya çıkar. Bir yarıiletkenin elektriksel iletkenliği, sıcaklığa sıkıca bağlıdır. Sıcaklık yükseltildiğinde, bir yarıiletkenin öz direncinin küçülmesi; onun en belirgin özelliğidir. Bu özellik; öz direnci esas olarak fonon saçılmasından ileri gelen metallerdeki durumdan tamamen farklıdır (4).

Saf yarıiletkenlerin hepsi elmas yapıda kristalleşir. Elmasın uzay örgüsü fcc dir. Fcc örgünün her noktasına bağlı ilkel bazda 000 ve $1/4, 1/4, 1/4$ konumlarında iki özdeş atom bulunur. Yani ilkel küp sekiz atom içerir. Elmas yapıda tek atomlu bir baz oluşturacak şekilde ilkel hücre seçme olanağı yoktur. Elmas yapıda her atomun en yakın komşu sayısı 4, ikinci en yakın komşu sayısı 12' dir. Elmas yapı nisbeten boş demektir, kürelerle doldurulabilen maksimum hacim oranı 0.34' dür. Elmas yapısı başka bir deyişle, birbirinden çeyrek cisim köşegeni uzunluğu kadar ötelenmiş iki fcc yapı olarak görülebilir. Bu fcc örgülerinden birine Zn atomları diğerine ise S atomları yerleştirilirse Çinko Sülfür yapı elde edilir. ZnS yapısında her atomun çevresinde karşı cinsten dört atom düzgün bir dikdörtgenin köşelerinde bulunur (4,5).



Şekil 2.1 (a) Bir ZnS yapısı (tetrehedral bağlar) (b) fcc (yüzey merkezli kübik) yapı

2.2 Yarıiletkenler

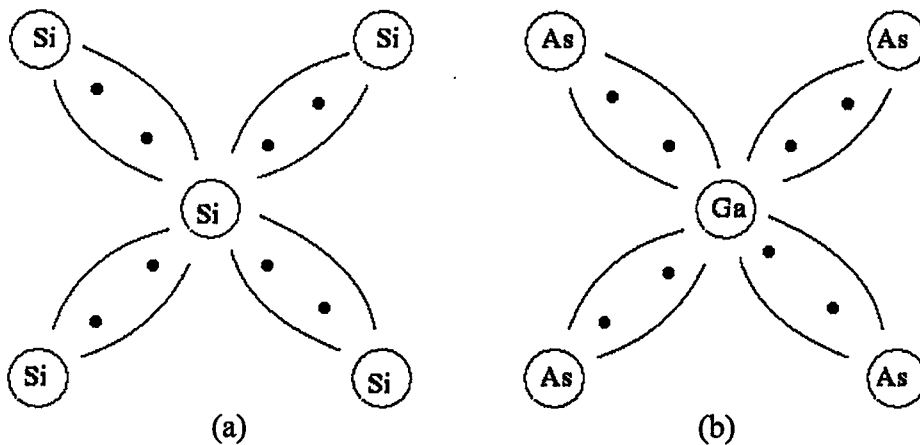
Yarıiletkenleri beş ana başlık altında toplayabiliriz; (i) **Elementsel Yarıiletkenler:** Ge ve Si gibi aynı atomlardan oluşan yarıiletkenlerdir. Bu atomlar kovalent bağlarla birbirine bağlanmışlardır. (ii) **Bileşik Yarıiletkenler:** İki veya daha çok elementten meydana gelen yarıiletkenlerdir. Örneğin GaAs ve InP. Bileşik yarıiletkenlerde elektronegatiflikteki farklılıktan dolayı kristal bağlanma iyonik ve kovalent bağlanmanın bir kombinasyonudur. (iii) **Üçlü Yarıiletkenler:** Bileşiğe az miktarda üçüncü bir elementin katılmasıyla meydana gelen yarıiletkenlerdir. Örneğin, $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ve $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$. Burada x indeksi ne oranda ilave yapıldığını ve alaşım maddesiyle yer değiştirme oranını belirten alaşım bileşenini temsil eder. (iv) **Dörtlü Yarıiletkenler:** Yarıiletkenlere alaşım ilavesiyle elde edilen yarıiletkenlerdir. Örneğin, $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{As}_y\text{P}_{1-y}$ indisler alaşımı meydana getiren element oranlarını gösterirler. (v) **Alaşım Yarıiletkenler:** Üçlü veya dörtlü yarıiletkenlerdir. Alaşım yarıiletkenlerde bant yapısı, örgü sabiti gibi fiziksel özellikler, kendisini meydana getiren ikili yarıiletkenlerden farklıdır (6).

Yarıiletkenlerdeki yabancı madde konsantrasyonu arttıkça öz direnç küçülür. Metallerde ise, yarıiletkenin aksine, saflık arttıkça öz direnç küçülür. Yarıiletkenler,

oldukça farklı kimyasal ve fiziksel özelliklere sahip, çok büyük sayıdaki cisimleri içine alır. Bu maddeler, elementlerin periyodik cetvelindeki konumuna bağlı olarak, benzer davranışlı gruplara ayrılırlar. Bu gruplar;

- Periyodik cetvelin **IV. Grubundaki** yarıiletkenler en iyi bilinen yarıiletkenlerdir. Bu yarıiletkenler C (elmas), Si, Ge ve α -Sn dir. Bu gruptaki elementlerden özellikle Si (silisyum) ve Ge (germenyum) üzerinde yoğun çalışmalar yapılmış ve bunlar elektronik teknolojisinde yaygın kullanım alanları bulmuştur.

Fcc yapıda her atom düzgün dörtyüzlü (tetrahedron) oluşturacak şekilde yerleşen dört atomla çevrilidir. 3-boyutlu tetrahedronu teşkil eden Si atomları ile bu tetrahedronun merkezindeki Si atomu arasında oluşan kovalent bağların düzlem üzerindeki izdüşümleri Şekil 2.1' de gösterilmektedir. Bu bağlar, iki atomu birleştiren doğrultu boyunca ve zıt spinli iki elektron tarafından oluşturulur. IV. gruptaki elementlerin hepsi dört valans elektronuna sahiptir. Merkezdeki Si atomu, etrafındaki dört komşu Si atomuyla iki elektronunu paylaşarak kovalent bağ yapar. Kovalent bağın uçlarındaki atomların her biri bağa bir elektron katkıda bulunur. Bunlar IV. gruptaki öteki elementler için de geçerlidir.



Şekil 2.2 Tetrahedral bağlar: (a) Si kristalindeki tetrahedral bağlar (b) GaAs kristalindeki tetrahedral bağlar.

- **III-V grup** bileşikleri, yarıiletkenlerin önemli bir başka sınıfını oluşturur. Bu grubun en iyi bilinen bileşikleri GaAs, InSb, GaP, InAs, GaSb vs. dir. Bunlar ZnS yapısında kristalleşirler. ZnS yapı bazı oluşturan iki atomun farklı olması dışında, elmas yapı ile aynıdır.

Ga atomu üç, As atomu beş değerlik (valans) elektronuna sahiptir. Ga atomu üç elektronunu, As atomu da beş elektronunu tetrahedral kovalent bağa katar. Bu gruptaki bağlanma tam olarak kovalent değildir. Bileşikteki iki element farklı olduğundan, bağ boyunca elektronların dağılımı simetrik değildir. Bundan dolayı yük yoğunluğu atomların büyüğüne doğru kaymış vaziyettedir. Bunun sonucu olarak atomlardan biri net bir elektrik yükü fazlalığı taşır. Böyle bir bağ ‘heteropolar’ olarak adlandırılır. Bağdaki elektronların dağılımı, negatifliği fazla olan atoma doğru kayar. GaAs da; As atomu Ga dan daha büyük bir negatifliğe sahiptir ve atom başına eksi bir yük fazlalığı vardır. Ga ise pozitif yük fazlalığına sahip olur. Atom başına aktarılan yük ‘etkin yük’ olarak bilinir (7). Bu yük aktarması, III-V grubundaki bağlanmaya iyonik bir görüntüm kazandırır. Bu yüzden onların bağlanmaları, kovalent ve iyonik bileşenlerin karışımıdır. Fakat bu atomların çoğunda kovalent bağ baskındır. III-V grubu bileşikleri, polar kovalent karaktere sahiptir.

- **II-VI grup** bileşikleri, yarıiletkenlerine örnek olarak CdS ve ZnS verilebilir. Bunlar ZnS yapıda kristalleşirler. Bağ, esas olarak kovalent karakterlidir. Yük aktarımı, III-V gruptakinden daha büyüktür. Bileşikteki iyonik katkı daha büyük ve polar karakter daha güçlüdür.

- **IV-VI grubuna** örnek ise PbTe verilebilir (5).

2.3 Yarıiletken çeşitleri

2.3.1 Hakiki Yarıiletkenler

Hakiki yarıiletkenler saf yarıiletkenlerdir. Hakiki yarıiletken maddeler herhangi bir safsızlık ihtiva etmemelidir. Elementsel ve bileşik yarıiletkenler hakiki yarıiletken olabilirler. Oda sıcaklığında yarıiletken maddenin atomlarının termal enerjileri iletme katılacak çok az sayıda elektron sağlar. Sıcaklık artarken değerlik elektronlarının termal enerjileri artar ve daha çok elektron değerlik bandının tepesi civarında boşluklar bırakarak yasak enerji bölgesini geçer ve iletim bandının tabanına yerleşir. Bu elektronlar Bloch elektronu olarak davranır. Boşluk ve elektronların her ikisinde elektrik alandan etkilendiği için, bunlar elektriksel iletkenliğe katkıda bulunurlar. Sıcaklığın yükselmesi ile, Bloch elektronları ve boşlukların sayısı hızla artar ve bu yarıiletkenlerin önemli özelliklerinden biri olan iletkenliğin sıcaklıkla büyümesi özelliğini açıklar. Yarıiletkenlerde elektronlar ve deşikler birbirine zıt yönde hareket ederler. Hakiki yarıiletkenlerde n sayıda elektron varsa aynı sayıda da deşik olmalıdır. Bu yolla üretilen elektronlar ve deşikler hakiki yük yoğunlukları olarak adlandırılır. Taşıyıcı yoğunluğu veya yük yoğunluğu birim hacimdeki yüklü taşıyıcı sayısını tanımlar. Bu tanımlama n birim hacimdeki elektron sayısı ve p birim hacimdeki deşik sayısı olmak üzere $n = p$ olarak yazılır. Herhangi bir sıcaklıkta farklı yarıiletkenlerde yasak enerji aralığındaki değişme hakiki taşıyıcı yoğunluğundaki değişme anlamındadır (6).

2.3.2 Katkılı yarıiletkenler

Katkılı yarıiletkenler, katkılama olarak adlandırılan bir yöntemle kristale safsızlık atomları ilavesiyle elde edilir. Örneğin silikon (Si) göz önüne alınırsa; Si periyodik tabloda IV. gruba ait olduğu için ($_{14}\text{Si}: 1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^2$) dört valans elektronuna sahiptir. Kristal durumunda her bir atom bir komşu atomla bir elektronunu paylaşarak kovalent bağ yapar. B, Al, In, Ga gibi elementler üçüncü gruba dahil oldukları için değerlik bandında üç elektrona sahiptirler. Si atomu bu atomlardan biriyle katkılандığında (10^6 da 1'den az) katkı atomu kendini çevreleyen Si

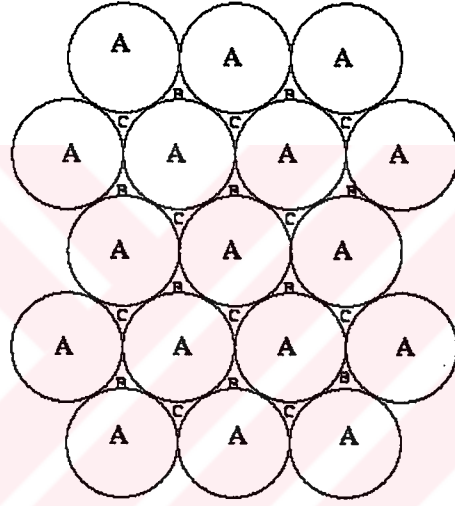
atomlarıyla paylaşacak kadar bağına sahip değildir ve Si atomlarının katkı atomlarıyla yaptığı bağda bir elektron boşluğu oluşur. Bu elektron eksikliğine deşik denir ve bütün sıcaklıklarda iletme katkısında bulunur. Deşik üreten katkı maddeleri alıcı olarak bilinir. Bu tip katkılı yarıiletkenlere pozitif yük taşıyıcıları ürettikleri için *p-tipi yarıiletken* denir. Beşinci gruba dahil As, P, Sb gibi elementler valans bandında beş elektrona sahiptir. Si hakiki yarıiletken kristali bu atomlarla katkılандığı zaman bir elektron serbest kalır. Kristale ilave bir elektron katkısında bulunan katkı maddelerine verici denir. Bu katkılanan yarıiletkenlere ise *n-tipi yarıiletken* denir (4,6).

Yüzey merkezli kübik (fcc) yapıda, birim hücre başına dört atom düşer. Bunlardan biri, sekiz köşede bulunan ve herbiri sekiz birim hücre tarafından ortaklaşa kullanılan köşe atomlarından gelir. Diğer üçü ise, altı yüzün merkezlerinde bulunan ve her biri iki birim hücre tarafından ortaklaşa kullanılan, yüz merkezlerindeki atomların katkısıdır (4,6).

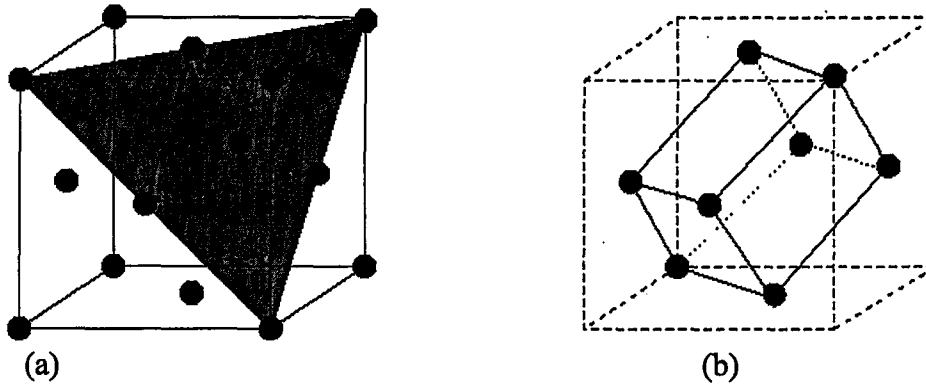
Belli bir malzemenin sahip olduğu kristal yapı, içinde bulunan atomlar arasındaki kuvvetlerin doğasına bağlıdır. Atomlar iyi bir yaklaşıklıkla birbirini çeken sert kürelere benzerler. Böyle durumlarda minimum enerji için, kürelerin mümkün olduğu ölçüde birbirine yakın bir şekilde paketlenmeleri gerekir. Bu ilke, 2-boyutta Şekil 2.3' de görülen sıkı-paket katmanlar yapısına götürür. Bu sıkı paket paketlenme işlemi, ikinci bir sıkı-paket katmanındaki küreler birinci katmanın üzerinde bulunan ara konumlara yerleştirilerek, 3-boyuta genişletilebilir. Örnek olarak, ikinci katmandaki kürelerin Şekil 2.3' de B ile işaretli konumları işgal ettiklerini kabul edelim. Böylece ikinci katmandaki her küre birinci katmandaki üç küreye dokunacak ve paketlenme mümkün olduğunca sıkı olacaktır. Şekil 2.3' ün incelenmesi, bu tür paketlenmeye çeşitli yollarla devam edebileceğini göstermektedir. Üçüncü bir katman için kürelerin yerleşeceği konumlar ya C veya A ile işaretlidir; her iki yerleşim konumu ikinci katmandaki ara konumlarıdır (8).

Çok yaygın bir istifleme sırası ABCABC... dir ve bu yapı, kübik sıkı paket (ccp) veya yüzey-merkezli kübik (fcc) olarak bilinir. Bu yapının kübik birim hücresi Şekil

2.4' de gösterilmiştir. Atomlar birim hücrenin köşelerine ve yüzlerin merkezlerine yerleşmiştir. Şekil 2.3 ile olan ilişkiye açıklık getirmek için, atomların sıkı-paket bir katmanı Şekil 2.4' de gölgeli olarak işaretlenmiştir. Bu katman bir (111) düzlemi olup, küpün hacim köşegenine diktir. Simetri nedeniyle $\{111\}$ biçimindeki tüm düzlemler sıkı-paket düzlemleridir. Yüzey-merkezli kúbik yapıdaki her atomun çevresi birbirine özdeştir ve böylece kristal örgü, bu durumdaki atomik yapıya karşılık gelir. Bu örgünün rombohedral ilkel birim hücresi Şekil 2.4-b' de gösterilmiştir (8).



Şekil 2.3 Sıkı Paket Yapı: A konumlarını işgal eden bir sıkı-paket küreler katmanı. Bitişik katmanlar B veya C konumlarını işgal eder



Şekil 2.4 Kübik sıkı-paket (ccp) veya yüzey-merkezli kübik (fcc) yapı: (a) (111) sıkı paket düzlemini gösteren alışılmış ilkel olmayan kübik birim hücre (b) rombohedral ilkel birim hücre

2.4 Temiz Yüzeylerin Atomik Yapısı

2.4.1 Bulk ve Yüzey

Bulk, çok sayıda atomik tabakadan oluşan 3-boyutlu bir yapıdır. Bulktaki atomlar belirli bir düzen içerisinde ve bulk büyütme yoluyla elde edilir. Yüzey ise birbiriyle sıkı temasta olan iki katıyı birbirinden ayıran ve böylece katıdan farklılaşan az sayıdaki atomik tabakadır ve yüzey iki boyutludur. Bulкта gözlenen periyodik yapı yüzeydeki elektronik düzenin değişmesinden dolayı yüzeyde yok olmaktadır. Yüzey kesilerek ve büyütülerek elde edilir. Katıyı bölüp yüzeyi oluşturmak için atomlar arasındaki bağların kırılması gerekir. Bu da fazla bir enerji gerektirir ve bu gerekli enerjiye yüzey serbest enerjisi denir (9). Sisteme eklenen bu fazla enerjiyi sistem 3 şekilde minimize edebilir.

- i. Maruz kalan yüzey alanının azaltılması
- ii. Düşük enerjiye sahip yüzey düzlemlerini baskın bir şekilde maruz bırakmak
- iii. Yerel yüzey atom geometrilerini serbest enerjiyi azaltacak şekilde değiştirmek

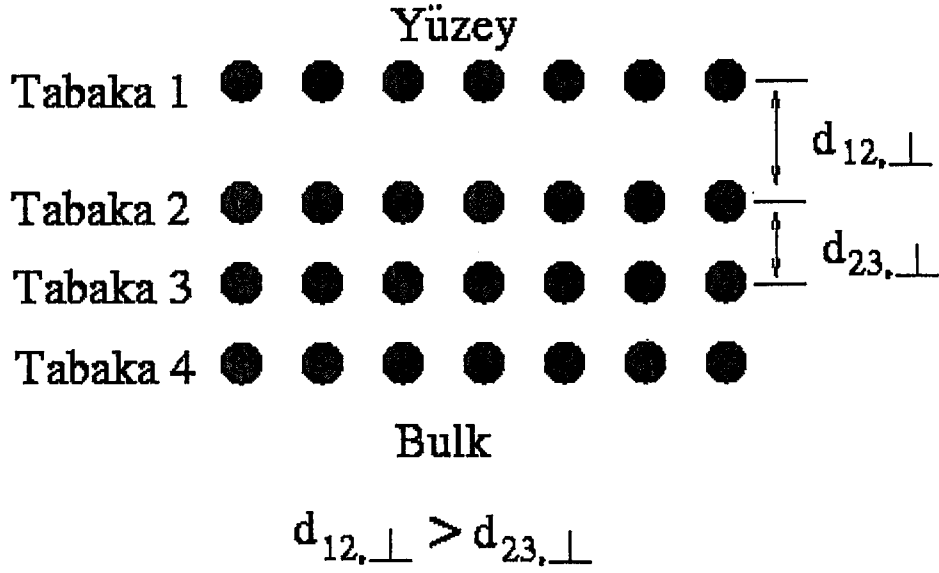
Yüksek enerjiye sahip sistemler, düşük sıcaklıklarda yeniden yapısal değişiklik olayındaki kinetik bariyerler nedeniyle daha düşük bir enerji seviyesine her zaman geçemezler. Bu yüzeyden fazla enerji minimize edilir. Düşük yüzey serbest enerjisine sahip yüzeyler daha kararlıdır (10).

Yüzey biliminde birçok çalışmada öncelikle malzeme yüzeyinin temizlenmesinden başlanır. Dolayısıyla temiz yüzeylerin atomik yapısı hakkındaki bilgiler çok önemlidir. Yüzeyin çoğunluğu, özellikle yarıiletken materyallerde bulk içerisindeki atomik yüzeylere göre düzenlenmiş gibi görünür. Bu üniteye düzenlenmelerin genel tipleri olan durulma ve yeniden yapılanma tanımlanıp örneklerle gösterilecektir. Tabi ki bu örnekler atomik yapılarda var olan temiz kristal yüzeylerin farklılıklarını karşılayamayacaktır ama yüzeylerin nasıl görünmesi yada olması hakkında bir etki bırakacaktır (1).

2.4.2 Durulma ve Yeniden Yapılanma

Sonsuz bir kristalin belirli bir kristalografik yüzeyde kesildiğini hayal edip bu işlemde şekillenen yarı sonlu kristalin atomik yapısal yüzeyini düşünelim. Bir yüzey üzerindeki komşu atomların yokluğunda, yüzey atomlarına etki eden kuvvetler ile yüzey atomları düzenlenir. Bu yüzden, üst atomik katmanın denge yapısı bulk içerisindeki atomik yapıdan farklı olabilir. Genel olarak iki tip atomik yeniden düzenleme vardır. Bunlar durulma ve yeniden yapılanmadır (1,9).

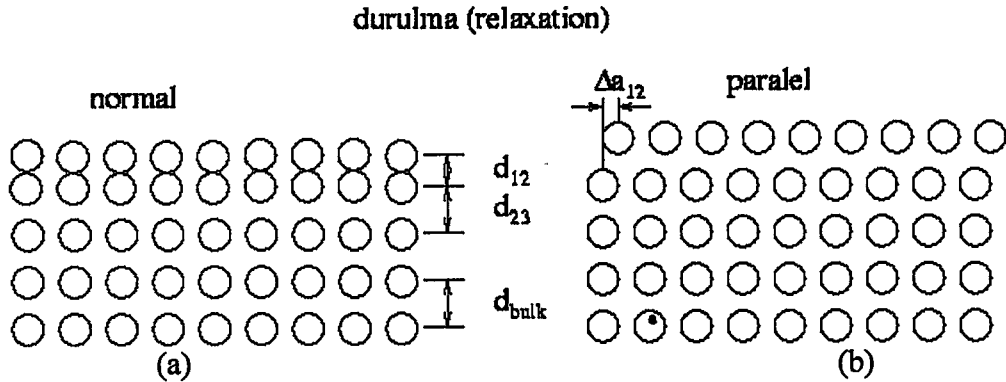
Durulma: Yüzeydeki atomların yüzey tarafındaki bağ kuvvetlerinin yokluğu nedeniyle oluşan bozulma yüzeydeki ve yüzey yakınındaki atomların toplam serbest enerjiyi azaltacak şekilde yeni denge konumlarını oluşturması durulma olarak adlandırılır ve Şekil 2.5' de bunu görmemiz mümkündür.



Şekil 2.5 Gevşeme (Relaxation) olayı

En üst katmandaki atomik yapının bulk içerisindeki katmanlar ile aynı olması durumuna *normal durulma* denir (Şekil 2.6.a). Birçok durumda, birinci tabakalar arası bölgesinin küçülmesi ile meydana gelir. Daha derin tabakalar için, bulk tabakalar arası bölgesinden sapma sık sık titreşimli yol içerisinde derinlikle düşer. Normal durulmaya ek olarak, bazen yüzeye paralel olarak en üst katman üzerinde düzenli konumlanmalar meydana gelir. Bu durum *paralel yada tanjantsal durulma*

olarak tanımlanır (Şekil 2.6.b) ve genel olarak düşük atomik yoğunluğa sahip yüksek indisli yüzeylerde meydana gelir (1).



Şekil 2.6. Durulma olayı: (a)Normal durulma (b)Yarı-sonsuz kristalin en üsteki atomik tabakasının yanal durulması

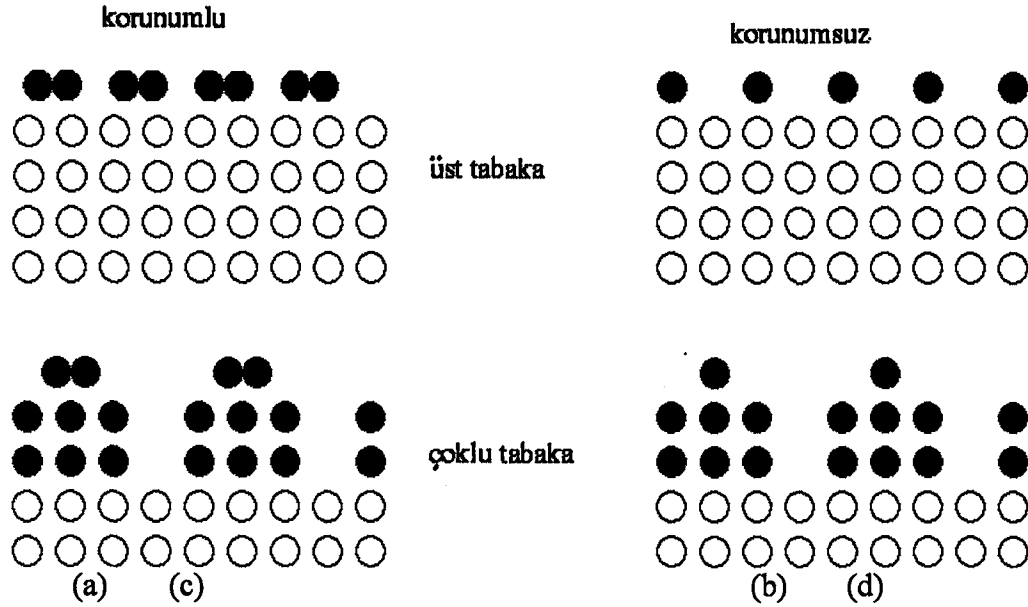
Yeniden Yapılanma: Atomik yapıların üst katmanlarının modifiye edildiği (düzenlendiği) duruma yani yüzeyde bulkten daha farklı bir yapılanma olmasına yeniden yapılanma denir. Birçok örnekte, yeniden yapılanmış yüzeyin bulk durumdaki halinden simetriklik ve periyodiklik açısından farklılıkları ortaya çıkarılarak karakterize edilir (1).

En üst tabakadaki yada tabakalardaki atomların sayılarının korunup yada korunmamasına bağlı olarak, her biri yeniden yapılanma iki tip isimde toplanır.

- korunabilir yeniden yapılanma
- korunmayan yeniden yapılanma

Korunabilir yeniden yapılanmada atom sayısı korunur ve yeniden yapılanma ideal yerde yüzey atomlarının sadece konumlanmasını içerir. Bundan dolayı korunabilir yeniden yapılanma literatürde bazen konumlanabilir yeniden yapılanma olarak da adlandırılır. Korunabilir yeniden yapılanmaya basit bir örnek yüzey üzerinde çift periyodiklikte dizilen yüzey atom çiftleridir (Şekil 2.7.a). Korunabilir çok katmanlı yeniden yapılanmaya daha karmaşık bir örnek de Şekil 2.7.c' de gösterilmektedir.

Burada üst tarafta bulunan üç katmanın atom sayısı bulk içerisindeki atomik katmanlardan farklıdır (1).

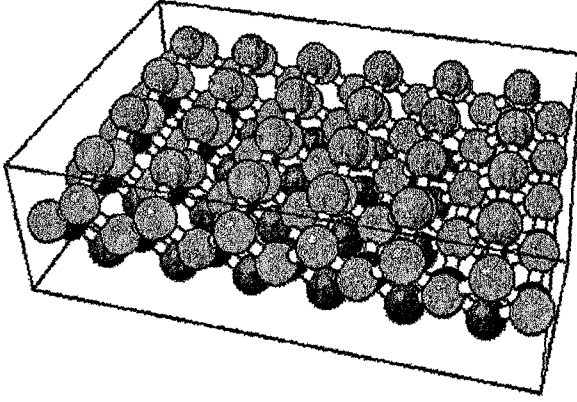


Şekil 2.7. Yeniden Yapılanma: (a) ve (c) korunumlu yeniden yapılanmayı gösterir ve yeniden yapılanmada yüzeydeki atom yoğunluğu korunmuş olur. (a) ve (b) de yalnızca yüzeydeki atomlar yapılanır. (c) ve (d) de ise birkaç atomik tabaka yeniden yapılanır.

Korunmayan yeniden yapılanmada yeniden yapılanma katmanındaki atom sayısı bulkteki katmana nazaran değişmiştir. Şekil 2.7.b' de gösterilen örnekte eksik dizi vardır. Burada her bir diğer atomik dizi yüzeyin en üstündeki atomların yarısının hareket ettirilmesiyle oluşmuştur. Şekil 2.7.d' de en üstte 3' lü katmanlar düzeni ile dizilmiş korunmayan yeniden yapılanma hali gösterilmiştir. Burada yeniden yapılanma olduktan sonraki oluşan atom sayısı ile başlangıçta bulk ta bulunan atom sayısı eşit değildir (1).

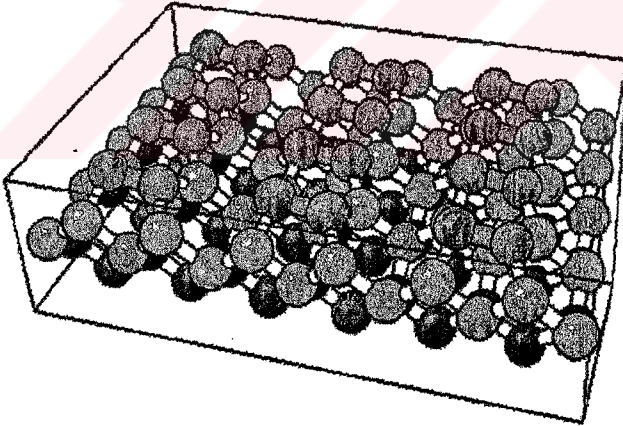
Yeniden yapılanma sınırlı sayıdaki metal yüzeyler için de uygulandığında, birçok yarıiletken yüzeyler için ortak özellik gösterir. Yarıiletkenlerde kristalin ideal bulk bitimi hazır bulunan doymamış bağların yüksek yüzey yoğunluğuna göre kararsızdır. Serbest yüzey enerjisini minimize etmek için, yüzey atomları orijinal pozisyonlarından doymamış bağların doyurularak ve yeni bağların kendi aralarında şekillendirilerek konumlandırılır. Yüzey enerjisinde daha fazla kazanç kalan doymamış bağların kendi aralarında elektrik yük transferi ile, bazılarının boşaltılarak diğerlerinin de doldurarak sağlanır. Bu mekanizma otomatik yerini doldurma olarak tanımlanır. Diğer bir taraftan, atom konumlandırılması serbest

yüzey enerjisinin artması ile örgü baskısına neden olur. Bu eğilimlerin karşılıklı etkileşimi parçacık yeniden yapılanma oluşumuna önderlik eder. Üst yüzey katmanlarındaki yeniden yapılanma genellikle alt katmanlardaki durulmaya eşlik eder (1).



Şekil 2.8. Yeniden yapılanmamış Si(100)-(1x1) yüzeyi

En üst tabakadaki Si atomları sadece alt tabakada bulunan iki Si atomuna (gri) bağlanmıştır (11).



Şekil 2.9. Yeniden yapılanmış Si(100)-(2x1) yüzeyi

En üst tabakadaki Si atomları bitişik yüzeydeki atomlarla kovalent bağ oluştururlar ve birer çift olarak çizilmişlerdir. Bu yapıya ikili (dimer) yapı adı verilmektedir (11).

3. YÜZEY ANALİZİNDE KULLANILAN DENEYSEL TEKNİKLER

3.1 Giriş

Bu bölümde, deneysel yüzey fiziğinin alt yapısı hakkında bilgi verilecektir. İlk olarak UHV (Ultra High Vacuum (çok yüksek vakum)) kullanmanın neden gerekli olduğu üzerinde durulacak, ardından vakum kavramı tanıtılacak ve son olarak da atomik anlamda temiz yüzeylerin hazırlanması için kullanılan deneysel tekniklerden söz edilecektir (1).

3.2 Neden UHV ?

UHV ortamı yabancı atomlar içermediği için yüzeyde bulunan boş bağlar farklı atomlarla bağ yapamayacak ve katı yüzeylerin yüzey bileşeni, UHV sayesinde, deney sırasında değişmeden kalacaktır (1). Yani UHV ortamı yüzey çalışmalarında önemli bir ayrıntıdır. Vakum kavramı deyince moleküler yoğunluk, serbest yol, tabakanın oluşum zamanı gibi terimler anlaşılır. Gazların kinetik teorisine göre yüzey çevresinde çarpışan moleküllerin akışı;

$$I = \frac{p}{\sqrt{2\pi mk_B T}} \quad [3.1]$$

İfadesi ile verilir. Burada p basınç, m moleküler kütle, k_B Boltzman sabiti ve T sıcaklıktır.

Moleküler yoğunluk,

$$n = \frac{p}{k_B T} \quad [3.2]$$

Serbest yol,

$$\lambda = \frac{f}{n\sigma^2} \quad [3.3]$$

Tek bir tabakanın oluşum zaman sabiti,

$$\tau = \frac{n_0}{I} = \frac{n_0 \sqrt{2\pi m k_B T}}{p} \quad [3.4]$$

şeklinde tanımlanır. Burada σ^2 moleküler tesir kesiti, n_0 bir tek tabakadaki atomların sayısıdır.

Çizelge 3.1. n moleküler yoğunluk, I akı, λ serbest yol ve τ oda sıcaklığında nitrojen molekülleri için zaman sabitidir. Tek tür atomdan oluşan bir tabakanın yoğunluğu $n_0 = 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ ile verilir.

Basınç (Torr)	Moleküler Yoğunluk (cm^{-3})	Akı ($\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$)	Ortalama Serbest Yol	Tabakanın Oluşum Zamanı
760	$2 \cdot 10^{19}$	$3 \cdot 10^{23}$	700 Å	3 ns
1	$3 \cdot 10^{16}$	$4 \cdot 10^{20}$	50 μm	2 μs
10^{-3}	$3 \cdot 10^{13}$	$4 \cdot 10^{17}$	5 cm	2 ms
10^{-6}	$3 \cdot 10^{10}$	$4 \cdot 10^{14}$	50 m	1 s
10^{-9}	$3 \cdot 10^7$	$4 \cdot 10^{11}$	50 km	1 saat

UHV ortamına rağmen moleküler yoğunluk devamlı artar ve burada çok sayıda gaz molekülü vardır. Diğer yandan onların ortalama serbest yolu vakum çemberinin boyutlarından çok daha büyüktür. Bu, gaz molekülünün başka bir gaz molekülü ile karşılaşmadan önce pek çok kez iç yapıdaki elementler veya çemberin duvarları ile çarpışacağı anlamına gelir.

Son olarak vakum basıncı ölçümünde kullanılan birimler üzerinde durulacak olursa, bunların en yaygınları Torr (veya mmHg), Pascal (SI, $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N/m}^2$) ve milibardır.

Bu birimler arasındaki ilişki, $1 \text{ mbar} = 100 \text{ Pa} = 0.75 \text{ Torr}$ dur. Bizim deneylerimiz mbar basınç birimi kullanılarak yapılmıştır (1).

3.2.1 UHV Teknolojisi

UHV kullanılarak yapılan deneyler özel cihazlar gerektirir. Yüzey bilimi deneyleri için UHV sisteminde bir veya birkaç oda (chamber), pompa, vanalar, özel işlem elemanları (ısıtıcı, buharlaştırıcı, v.b parçalar), servis güç kaynağı, kontrol ünitesi ve bunun gibi cihazlara ihtiyaç vardır (1).

3.2.2 UHV Malzemeleri

UHV sistem için kullanılan malzemeler, düşük buhar basıncına ve ısıtımlara dayanıklı olmak zorundadır. UHV’de kullanılan malzemenin manyetik olmayan malzemelerden seçilmesi arzulanır. Düşük enerjili elektronların yayılımı kullanılarak yapılan yüzey analizleri için birçok aracın kullanılması gerekmektedir (1).

Vakum çemberi için kullanılan tüm parçalar paslanmaz çelik olmalıdır. Bu çelik, yüzeyi çok parlatabilir, dirençli, düşük gaz geçirgenliği olan vakum materyallerine dönüştürülebilir. Çoğunlukla kullanılan diğer metaller ise Cu, Al, Tantalyum, Tungsten ve Molibden gibi kolay işlenemeyen metallerdir. Tantalyum (T), Tungsten ve Molibden (Mo) gibi metaller buharlaştırıcının ve örnek tutucunun ana malzemesi olarak kullanılır (1).

UHV için çoğunlukla cam malzemeler de kullanılır. Cam malzemelerin bazıları düşük gaz iletimi (örneğin He) ve iyi vakum karakteristiği gösterir. Fakat cam çabuk zarar görebilir. UHV’nin elektrik izolasyonu için değişik seramik çeşitleri kullanılır.

Plastik ve kauçuk düşük vakum karakteristiği gösterdiğinden UHV için uygun değildir. Bunlar sadece sistemin uç noktalarında kullanılır. Bununla birlikte UHV sistemlerinde birçok yüksek sıcaklık plastikleri (örneğin Teflon, Silikon gibi) kullanılır (1).

Paslanmaz çelik malzemeler max 450 °C ye kadar pratik olarak kullanılabilir. Bunlar 12-24 saat süreyle 200°C' de tutulabilir. Buna rağmen bazı UHV sistemlerinde piezzoseramik veya yüksek sıcaklık plastikleri 150-250°C' ye ısıtılabilirler.

Sonuç olarak, UHV için her metal kullanılmaz ve kullanım şekline göre dikkatlice seçilmelidir. Çinko ve Kadmiyum çelikler çember içinde kullanılmaz çünkü bunların gaz salım özellikleri vardır ve bu durum sistemde sıkıntı yaratır.

3.2.3 UHV Pompalama Sistemi

Vakum sisteminin amacı çember içinde vakum elde etmektir. Pompalama sisteminin ana parçaları: pompalar, vanalar ve girişlerdir.

Pompalar: UHV değerine ulaşmak için atmosfer basıncını (760 Tor) 10^{-10} - 10^{-11} Tor' luk basınç değerine çıkarmamız gerekmektedir. Bu basınç değerine ulaşmak için ise pompalar kullanılır. Fakat bu büyüklüklere çıkmak için iki veya daha çok farklı pompaya ihtiyaç vardır. Bunlardan birisi Rotary Pompa' dır ki buna 'ilk pompalayıcı' denir. Diğer de Cryosorption Pompa' dır. Bunları zenginleştirmek için ise İyon Pompası veya Turbomoleküler Pompa' yla birlikte Titanium Sublimation Pompa' ya ihtiyaç vardır (1).

- **Rotary Pompa :** Atmosfer basıncından 10^{-3} tor a kadar çıkmak için kullanılır. Bunlar Turbomoleküler Pompaya ilaveten kullanılmalıdır.
- **Cryosorption Pompalar :** Basıncı 760 Tor dan 10^{-4} Tor'a getirir. Soğutma işlemi için sıvı Nitrojen kullanılır.
- **İyon Pompaları :** En popüler UHV pompalarıdır. Onlar işlemi 10^{-3} den 10^{-11} Tor seviyesine çıkarabilir. Bu pompaların avantajları, vakum yaptığı yüzey için iyi

bir temizleyici olması (iyonlaştırarak), titreşimsizliği, düşük güç kullanımı, uzun ömürlü ve gaz basıncı okunabiliyor oluşudur.

- ***Turbomoleküller Pompa*** : 10^{-4} - 10^{-10} Tor aralığında çalışır. Jet motorları gibi çalışır. Çok sayıda pervanesi vardır. Dakikada 50000-100000 dönüşle gazı egzostan atar. Havayı iyi vakumlama özelliğine sahiptirler ve güvenilirlerdir. Ancak titreşime sebep olurlar. Yüzey mikroanalizi ve mikroskobu gibi küçük alanların analiz sistemleri için uygun değildir.
- ***Titanium Sublimation Pompalar*** : İyon Pompaları gibi UHV sistemlerinin ana parçalarına ek olarak kullanılır.

Bizim sistemimizde İon Pompası, Titanium Siblination Pompa' lar ve Rotary Pompa kullanılır.

Dedektörler: Atmosfer basıncından UHV basınca kadar genel olarak kullanılan bir dedektör yoktur. İstenilen basınca göre değişik dedektörler kullanılır (1).

- ***Termocouple ve Pirani Dedektörler:*** Bu dedektörlerin genel bir karakteristiği, enerji yoluyla vakumu hesaplamaktır. Bu enerji, soğuk filamentten soğuk yüzeye gaz akışından doğar.
- ***İyonizasyon Dedektörleri:*** 10^{-3} Tor' dan düşük basınçlar için kullanılan temel dedektörlerdir. Sistemdeki gaz moleküllerini iyonlaştırma yöntemi üzerinde çalışır. Çeşitli tipleri mevcuttur.
- ***Residual Gas Composition (Atık gaz):*** Residual Gas Analyzer (RGA)'lar ile H_2 , CO, CO_2 ve küçük su molekülleri ve karışımları standart olarak ölçülebilir. Eğer vakum sisteminde herhangi bir problemle karşılaşırsa standart örnekte yer alan piklerden farklı olarak H_2O , CO, CO_2 gibi pikler göze çarpacaktır. Bu da vakum sisteminin bozulduğuna işarettir (1).

3.3 Yüzey Analizinde Kullanılan Deneysel Teknikler

1980' den sonra yüzey karakterizasyonu için birçok deneysel teknik çok başarılı bir şekilde yarıniletken yüzeylerine uygulanmış ve aynı zamanda teorik birçok yöntemde

de başarılı olarak uygulanmaya başlanmıştır. Bu deneysel teknikleri dört başlık altında toplayabiliriz (1).

- Kırınım metodları
- Elektron spektroskopi metodları
- İyonlarla yüzeyleri araştırma
- Mikroskoplar

Biz burada sadece mikroskopik tekniklerden bahsedeceğiz;

3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) (Scanning Electron Microscopy)

Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) ~1-10 keV' luk birincil elektron enerjili elektron demeti numune yüzeyinde 1-10 nm yarıçaplı bir noktaya bir lens sistemi ile odaklanır. Odaklanan demet bir optiksel gösteri olarak kullanılan video tübün elektron demeti ile aynı anda bir saptırıcı halka sistemi ile numune dikdörtgensel olarak boydan boya taranır. Her iki demet aynı tarayıcı jeneratör ile kontrol edilir. Büyütme, numune yüzeyi üzerinde taranan alan ve görüntülemenin büyüklük oranıdır. Çeşitli sinyaller, ikincil elektronlar, geri saçılan elektronlar, x-ışınları, ve numune akımı ile toplanabilir. Sinyalin 2-boyutlu haritası bir SEM görüntüsü sağlar. Başlıca SEM uygulamaları yüzey topografisi ve elementsel haritalamadır (4,1).

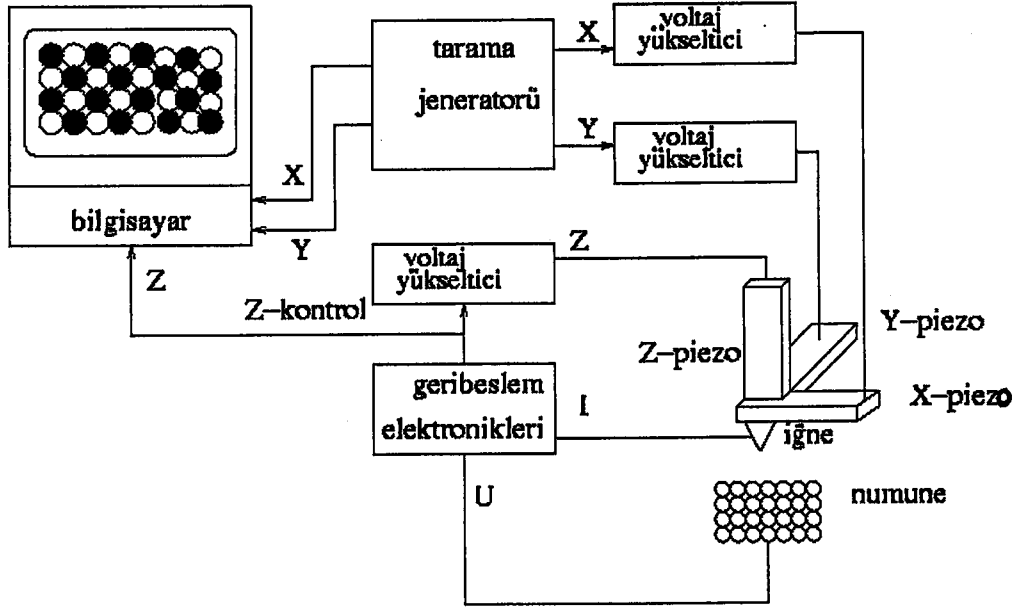
3.5 Tarama Tünelleme Mikroskobu (Scanning Tunneling Microscopy: STM)

Yüzey biliminde gerçek uzay analizi için önemli olan STM (Taramalı Tünelleme Mikroskobu), 1986' da bu icatlarından dolayı Nobel Fizik Ödülü ile ödüllendirilen G.Binning ve W. Rohrer tarafından, 1982' de, IBM Araştırma Laboratuvarları' nda geliştirilmiştir. Rohrer ve Binning, bu çalışmalarından dolayı 1986 Nobel Fizik Ödülünü bölüştüler. Bu cihaz bilim tarihinde o kadar önemlidir ki, orijinal çalışmadan onlarca yıl sonra değil tam dört yıl sonra Nobel Fizik Ödülü' ne layık görüldü (12). STM büyük çabalar sonucu oluşturulmuş bir cihazdır. STM' in

oluşumu sırasında; tip ile numunenin birbirine dokunmasının oluşturduğu mekanik titreşimleri nasıl önleriz?, Numune ile tip arasındaki kuvvet ne kadar güçlüdür?, İğneyi düz ve sık aralıklarla nasıl hareket ettiririz?, Tip ve numunedeki ısı dalgalanmalarından nasıl

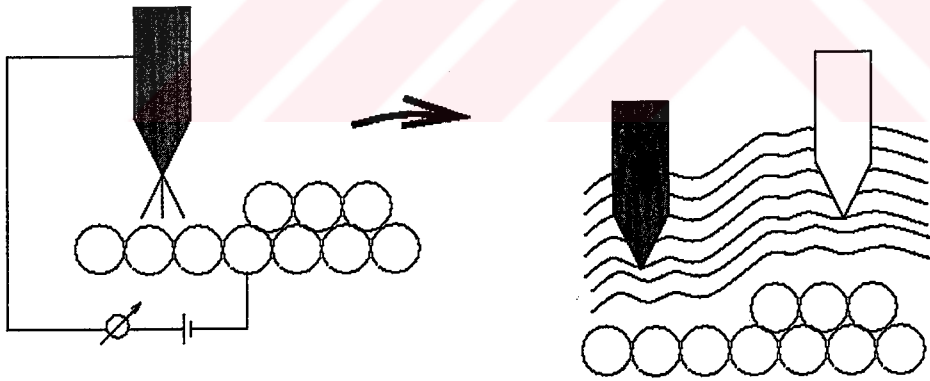
kaçınılır? gibi sorularla karşılaşıldı. Numune ile tipin birbirine dokunmasıyla oluşan mekanik titreşimleri önlemek için yaylı bir mikroskop kullanıldı. Numune ve tip arasındaki kuvvet ise dikkate alınmayacak kadar küçüktü. İğneyi hareket ettirmek için piezoelektrikler kullanıldı ve sürtünmeden kaçınıldı. Tip ve numunedeki ısı dalgalanmaları tipi titreştirir. Bunu önlemek için tipin ucunun yay sabiti küçük seçilir. Tabiki tipin şeklinin nasıl olacağı ve bu şeklin nasıl elde edileceği de oldukça önemli bir problem. İğnede sınırlı sayıda atom olduğu için iğnenin pürüzsüz bir yapıya sahip olması mümkün değildir. Yüzey pürüzsüz olmadığı için birden fazla uç (tip) olabilir. Numuneye en yakın tip ile numune arasında bir tünelleme akımı oluşur. Numuneden uzak diğer mini tiplerle numune arasında oluşan tünelleme akımı ise kayda alınmayacak kadar küçüktür (3).

STM ile yüzey karakterizasyonu, yüzey bozuklukları, moleküllerin büyüklükleri ve yerleşimleri, yüksek çözünürlüklerde atomların uzaydaki görüntüleri hakkında bilgi edinilebilir. Bu teknik atomik ölçekte çözünürlük sağladığından bilimsel araştırmalarda ve endüstriyel alanda geniş kullanıma sahiptir. Aşağıda da bahsedileceği üzere STM de temel iddia ince metalik bir ucu iletken numuneye yaklaştırıp (birkaç Å) numune ve uç arasına ($U \approx 4V$) bir voltaj uygulanması durumunda, uç numune ile fiziksel kontakta olmamasına rağmen numuneden uca veya uçtan numuneye doğru küçük bir elektrik akımı (0.01 nA-50 nA) akmasıdır. Bu olay ‘Elektron Tünellemesi’ olarak adlandırılır. Akım veya uç pozisyonunda meydana gelen değişimlerden yüzeyin haritası çıkarılabilmektedir. Tünelleme akımının numune-uç aralığına exponansiyel bağlılığı yüksek dikey çözünürlükle sonuçlanır. 0.01 Å’ a kadar dikey çözünürlük elde edilebilirken enine çözünürlük yaklaşık 0.1Å’ dur. STM çok yüksek vakum (UHV), hava veya diğer ortamlarda kullanılabilir. Şekil 3.1’ de STM’ in şematik diyagramı gösterilmektedir (12).



Şekil 3.1. STM cihazının şematik diyagramı

Şekil 3.2' de ise iğnenin yüzeyi tarama mekanizması daha ayrıntılı olarak gösterilmektedir.

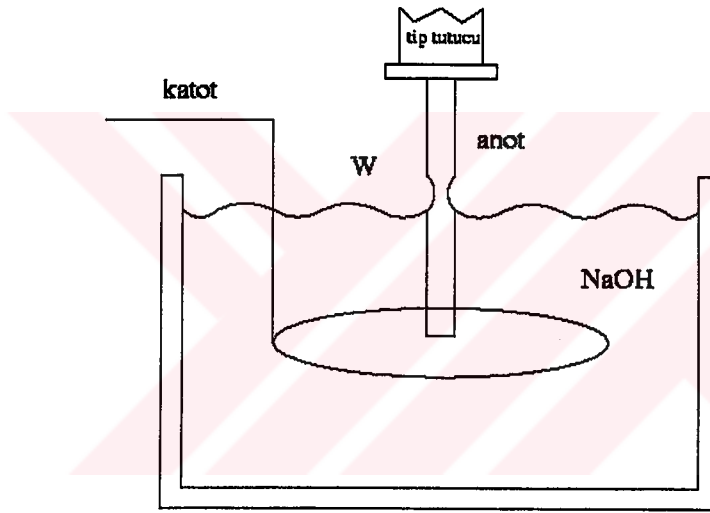


Şekil 3.2. Tarama mekanizmasının şematik diyagramı

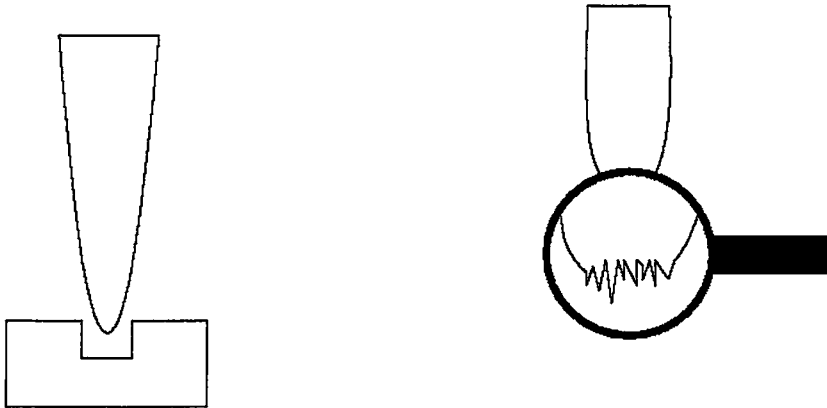
3.5.1 STM'in ana elemanları

•**Tarama İğnesi:** STM iğnesi metal tellerden (W, Pt, Ir, Au) özel olarak üretilir (1). Kullanılan bu iğne gerçekten çok sivridir (tipik olarak uçlarında sadece bir veya iki atom vardır). Kaba yapıları ölçmek için küçük bir eğime ihtiyaç duyar. Böyle bir ucu yapmanın zor olduğu düşünülebilir. Fakat bu gerçekte çok kolaydır. Bunu yapmanın iki şekli vardır;

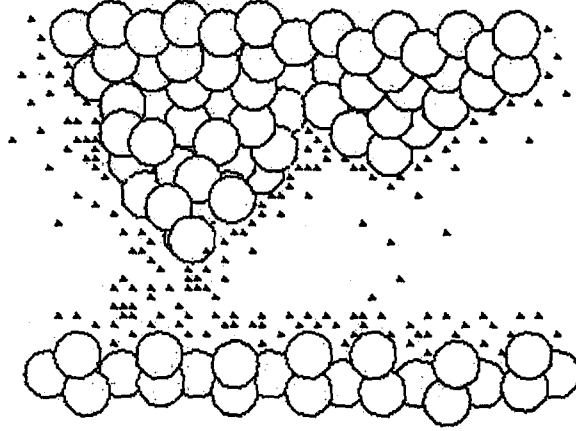
1. **Kesme ve döndürerek sürtme:** Atomik olarak keskin bir yapı içinde uç atomlarının kendi kendilerine düzenlenmelerine neden olmak için bazen ucu ince bir bileme taşı üzerinde veya bir zımpara kağıdı ile sivriltmek yeterlidir.
2. **Elektrokimyasal kesme:** Tungsten teli bir NaOH çözeltisinin içine koyulur. Elektroda bir pozitif potansiyel tutturulur. Kesme büyük ölçüde solisyonun yüzeyinde gerçekleşir. Ucun iyonize olmamış suyla ya da saf etanol veya metanol ile temizlenmesi gerekir (Şekil 3.3).



Şekil 3.3. Elektrokimyasal Kesme Mekanizması

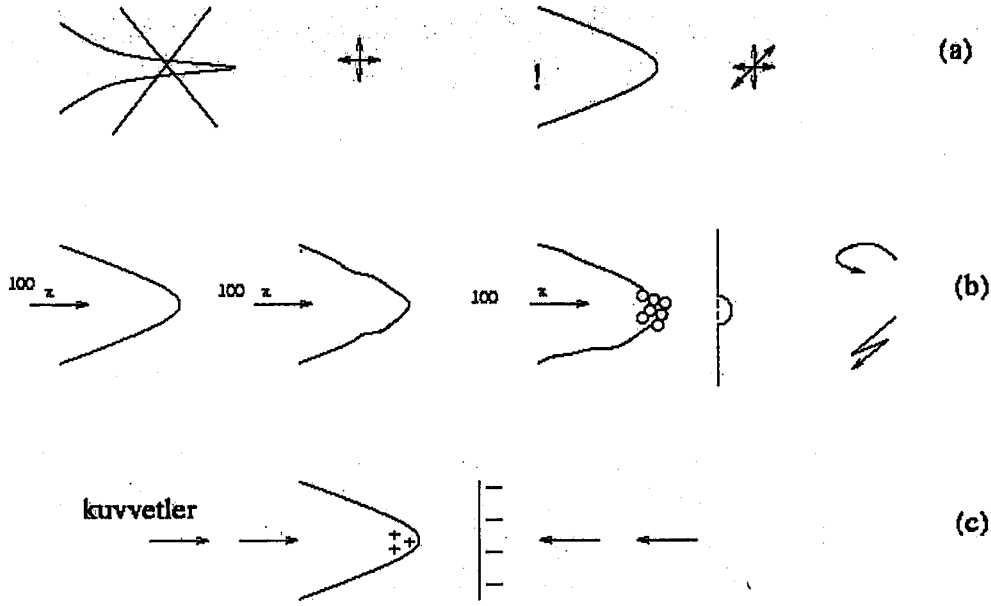


Şekil 3.4. Bir tipin şematik gösterimi



Şekil 3.5. Tip ve mini tipin, numune ile arasındaki tünelleme akımı (3)

Şekil 3.4 ve Şekil 3.5' de iğnenin sanıldığı kadar düzgün bir yapıya sahip olmadığı görülmektedir. Mini tiplerle yüzey arasında oluşan tünelleme akımı çok küçük olduğundan dolayı ihmal edilebilir.



Şekil 3.6. Tipler: (a) Dar ve uzun tipler termal uyarılmalaya ve titreşime hassasdırlar (b) Kimyasal bileme ile elde edilen tipin ilk atomu ile numune arasında tünelleme akımı oluşur (c) Elektrostatik ve interatomik kuvvetlerin etki ettiği tip ile numune arasında deformasyon olmaz (3)

•**Tarayıcı:** Numune yüzeyinin çalışma alanının üzerinde iğneyi hızlı hareket ettirmek için kullanılır. Piezoelektrik seramikler taşıyıcılarda kullanılır. Çünkü bu seramikler Angstrom ($\text{\AA}$) mertebesinde birkaç mikrometre (μm) mertebesine olan bölgede mekanik hareketlilik için 1 mV' dan 1 kV' a elektrik sinyallerine duyarlı olarak çalışabilirler

•**Geri Belseme Elektronikleri:** İğne ile numune arasındaki boşluğu kontrol etmek için kullanılır.

•**Bilgisayar Sistemi:** İğnenin konumunu kontrol etmek, veri elde etmek ve veriyi görüntüye dönüştürmek için kullanılır.

•**Tünelleme yeri (Coarse Positioning):** Piezzo tarayıcının hareket sahası oldukça sınırlı olduğu için (1-2mm) numunenin tünelleme mesafesi içine iğneyi sokmak ve iğneyi (birkaç mm) geri getirmek gerektiğinde kullanılır. Numune ile iğnenin tünellemesinin başladığı mesafeye kadar (1-10 $\text{\AA}$) iğneyi sokmak için bu sistem kullanılır.

•**Titreşim izolasyonu:** STM' in kararlı bir şekilde işlemesi için titreşimlerin sebep olduğu iğne ile numune arasındaki değişimler $0,01\text{\AA}$ ' dan çok daha aza indirgenmelidir. İstenilen titreşimi sönmölemek, iğne ile içindeki STM alanı üst üste bindirilerek elde edilir.

3.5.2 Elektron Tünelleme Teorisi

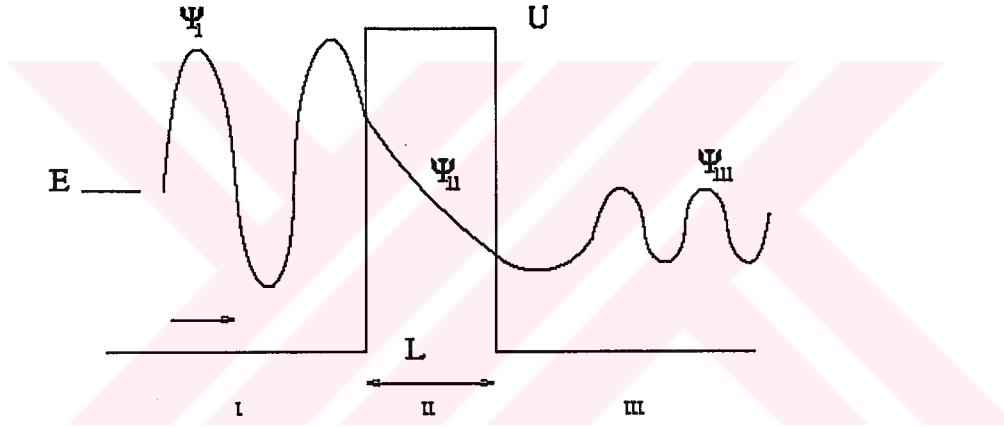
Tünelleme bir kuantum olayıdır ve maddenin dalga doğasının bir görüntüsüdür. Tünelleme olayı atomik ve nükleer ölçekte çok önemlidir. U yüksekliğinde ve L genişliğinde bir dikdörtgensel engel üzerine gelen E ($E < U$) enerjili bir parçacığı ele alalım. Klasik bakışta parçacık engeli geçecek hatta engel içine girecek kadar yeterli enerjiye sahip olmadığı için engel tarafından geri yansıtılır. Yani klasik olarak II ve III bölgelerinde parçacığın bulunması mümkün değildir. Bununla beraber, kuantum mekaniğine göre bütün bölgeler, enerjisine bakılmaksızın, tanecik için kabul edilebilir bölgelerdir. Bu duruma ait tipik bir dalga biçimi Şekil 3.7' de çizilmiştir. Engelin solunda (I. bölge) ve sağında (III. Bölge) dalga fonksiyonları sinüzoidaldir ve engel içinde (II. bölge) üstel azalan bir fonksiyonla yumuşakça bağlantılırlar. Parçacığın yerleşme olasılığı $|\Psi|^2$ ile orantılı olduğundan III bölgede parçacığın bulunma olasılığının sıfır olmadığı sonucuna varılır. Bu engeli geçme olayı klasik mekaniğe göre mümkün değildir. Engelin öbür yanında parçacığın bulunma olasılığına 'tünelleme' adı verilir (13). Parçacık engelin iç tarafında asla gözlenmese de (çünkü enerjinin korunumu ihlal olur), bu bölgeden geçebilir ve III bölgesinde gözlenebilir. Parçacık engele nasıl girebilir ve orayı nasıl geçebilir? Eğer parçacık klasik tanecik gibi tasvir edilirse bu sorunun yanıtı, parçacık engele giremez ve geçemez şeklinde olacaktır. Yalnızca parçacığa bağlı *de Broglie* dalgası engeli geçebilir. O halde, bu alışılmadık olayı açıklamak için dalga parçacık olayını ikilemine başvurmak zorunda kalınır (12).

Şekil 3.7' da tünelleme olayının şematik diyagramı gösterilmiştir. Tünelleme olasılığı, bir T geçme katsayısı ve bir R yansıma katsayısı ile açıklanabilir. Geçme katsayısı, parçacığın engelin öbür tarafına geçme olasılığını ölçer, halbuki yansıma katsayısı parçacığın engel tarafından yansıtılma olasılığını ölçer. Gelen parçacık, ya

engelden yansıyacak ya da engeli geçeceğinden, $T + R = 1$ koşulu gerekli olmalıdır. $T \ll 1$ çok yüksek veya geniş bir engel olduğu zaman elde edilen geçme katsayısı için yaklaşık bir ifade aşağıdaki gibi formülize edilmiştir (12). Buradaki K değeri schrödinger denkleminin çözümünden gelmektedir.

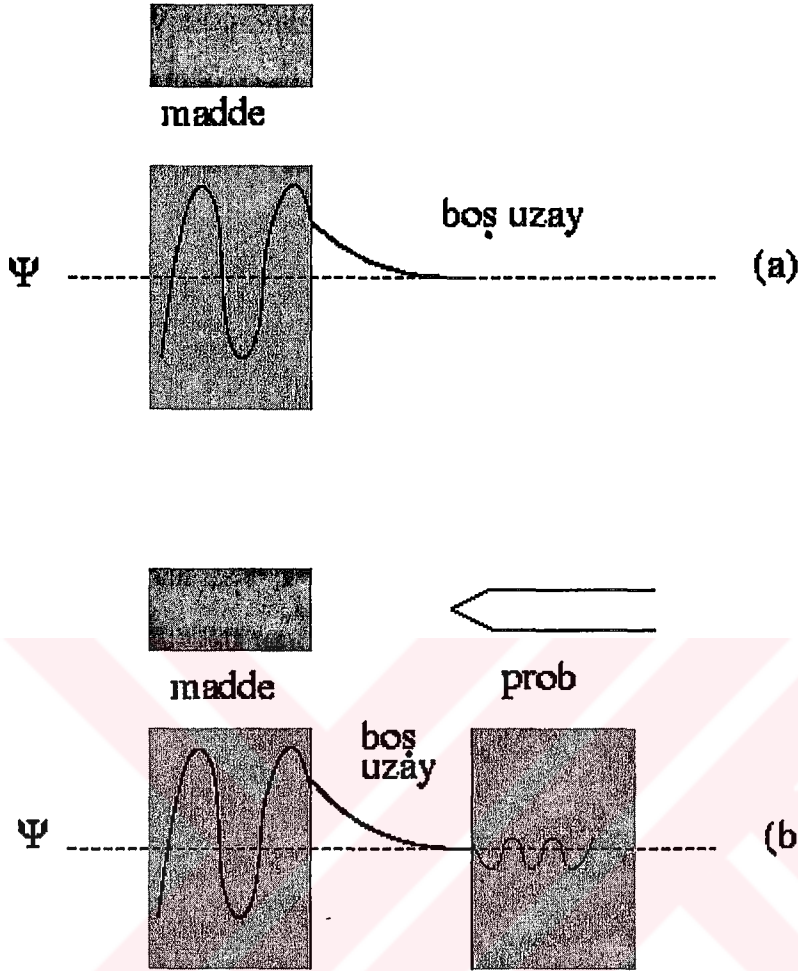
$$T \approx e^{-2KL} \quad [3.5]$$

$$K = \frac{\sqrt{2m(U-E)}}{\hbar} \quad [3.6]$$



Şekil 3.7. U yükseklikli bir engel üzerine soldan gelen bir tanecik için dalga fonksiyonu I ve III bölgelerinde sinüzoidal, II bölgesinde de üstel olarak azalmaktadır

STM' in çalışmasının arkasındaki temel fikir Şekil 3.8' de görüldüğü gibi çok basittir. Çok sivri uçlu iletken iğne incelenen yüzeyin yanına götürülür. Bu iğne, yüzey içindeki pozitif iyonlara çekildiği için, yüzeydeki bir elektron yüzey ve iğne arasındaki boş uzay içindeki bir elektronun sahip olacağından daha düşük bir toplam enerjiye sahip olur. Aynı şey probun ucundaki elektronlar yüzey ve uç arasında hareket edemezler. Çünkü onlar madde içinden kaçacak enerjiden yoksun olurlar. Fakat elektronlar kuantum mekaniğine uydukları için yüzey ve uç arasındaki boşluk engelinden tünelleme yapabilirler (12).

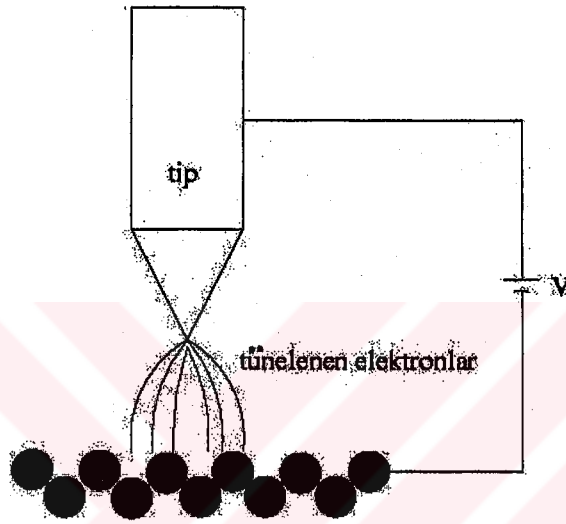


Şekil 3.8. Tip ile numune arasındaki tünelleme (a) İncelenecek malzemenin yüzeyindeki bir elektronun dalga fonksiyonu. Dalga fonksiyonu, yüzeyin ötesindeki boş bölge içine uzanır. (b) İletken bir probun sivri ucu yüzeyin yakınına getirilir. Bir yüzey elektronunun dalga fonksiyonu prob ucuna doğru girer ve böylece elektron, yüzeyden uca doğru tünelleme yapabilir

STM mükemmel yanal çözümlemeye yani örneğin yan düzlemindeki özelliklerini de ayırabilir. Kullanılan uç çok ince olduğu için yaklaşık olarak 2 Å genişlikli çok ince bir bölge içindeki yüzey elektronlarını inceleyebilir ve böylece çok ince ayrıntılar görülebilir (12).

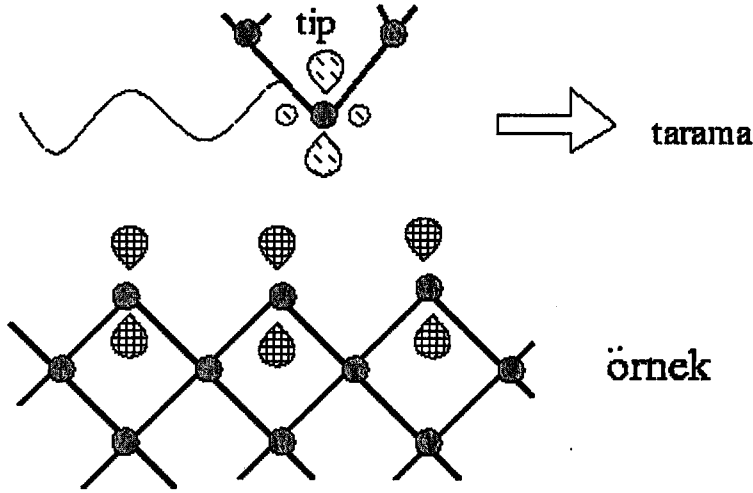
STM, atomik konumlara çok hassas değildir fakat elektronik durumların yerel yoğunluğuna karşı biraz daha hassastır. İğne boydan boya yüzeyi taradığı zaman yüzey topografisi hakkında ayrıntılı bilgi elde edilebilir. İğnenin bias voltajı

numuneye göre pozitif olduđu zaman STM görüntüsü dolu elektron durumlarının yüzey haritasına karşılık gelir (Şekil 3.9). Negatif olduğunda ise boş durumlara ait STM görüntüsü elde edilir. Böylece STM görüntüsündeki maksimumlar hem yüzeydeki topografik çıkıntıları hemde durumların artan yerel yoğunluğunu ifade eder (1).



Şekil 3.9. Sabit yükseklikli moda tünelleme

Şekil 3.10 ise tarama mekanizmasının daha ayrıntılı bir görüntüsüdür. Burda iğne ve numunenin elektron yoğunlukları gösterilmektedir.



Şekil 3.10. İçi dolu semboller atomları, taralı bölgeler elektron yoğunluğunu göstermektedir

STM deki 5 temel değişken parametre aşağıdaki gibi verilir:

- x ve y yanal koordinatlar
- z yükseklik
- V bias (ileri beslem) voltajı
- I tünelleme akımı

3.5.3 STM Modları

Sabit Akımlı Mod: Sabit akımlı modda I ve V sabit kalır, x ve y yönlerinde iğne hareket ettirerek değiştirilir ve z ölçülür. Bu mod, STM görüntüsünü elde etmek için kullanılan en yaygın tekniktir. Bu modda iğne sabit voltaj ve akımda yüzeyi bir ucundan diğer ucuna kadar tarar. Verilen bir değerde tünelleme akımı elde etmek için sürekli bir servo sistem z-tipi piezoelektrik cihaz üzerindeki V_z geri beslem voltajının değiştirilmesiyle iğnenin dikey konumunu ayarlar. Elektronik bakımda homojen olan bir yüzeyin çevresinde sabit akıma karşılık sabit aralık var demektir. Yeni tarayıcı iğne yüzey topografisinin tüm özelliklerini araştırır (Şekil 3.11.a). Yüzeyin en önemli özellikleri V_z ' den elde edilir. Dolayısıyla yüzeyin Z yüksekliği $Z(x, y)$ yüzeyindeki kabarıklık iğne konumunun bir fonksiyonu olarak elde edilir. Sabit akımlı modun avantajları otomatik olarak düzgünlüğün zorunlu olmadığı olası

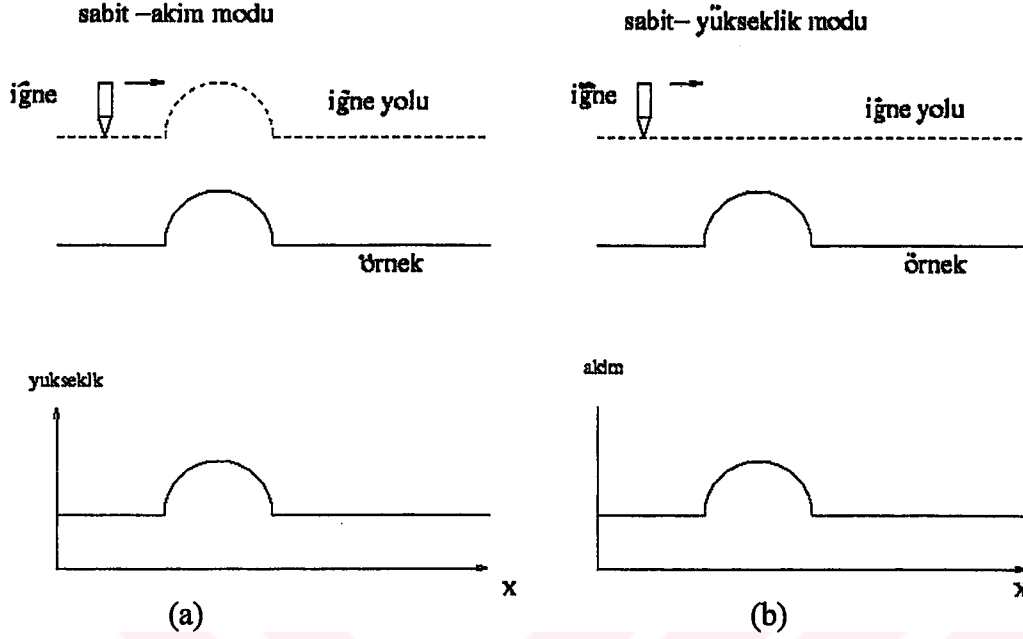
problama yüzeylerinde ve piezoelektrik cihazın hassaslığını ve V_z den daha yüksek yüzeyin belirlenmesinde ortaya çıkar (1).

Dezavantajları ise, servo sistemin sonunu çözünme zamanından dolayı tarama hızının sınırlandırılmasıdır (1).

Sabit Yükseklikli Mod: Bu moda iğne sabit tutulan V_z değerine sahip yüzeyin baştan sona taranmasını sağlar ve tünelleme akımındaki değişimler iğne konumunun fonksiyonu olarak kaydedilir (Şekil 3.11.b). Bias (besleme) voltajları sabitlenir ve geri besleme devresi tamamen kapatılır. Sabit akımlı moda göre 100 kez daha

hızlıdır. Çünkü servo sistem iğne altından geçen yüzeyin özelliklerinden sorumlu değildir. Bu yetenek pratik olarak STM video görüntüsünü kaydetmek için kullanılır ve gerçek zamanlı dinamik işlemler ile çalışmak için son derece uygundur.

Dezavantajları ise tünelleme akımının değişimden daha yüksek topografik durumları belirlemek daha kolay değildir. Bu teknik nispeten düz yüzeyler için uygulanabilir (1).



Şekil 3.11 Sabit akım ve sabit yükseklik modu

3.5.4 Taramalı Tünelleme Spektroskopisi (STS)

Tünelleme akımı, bias voltajı V tarafından belirlenen enerji aralığında elektron durumları üzerinden toplanarak tespit edildiği için enerjinin fonksiyonu olarak durumların yerel yoğunluğu hakkında bilgi elde edilebilir. Bunu elde etmenin iki yolu vardır. V 'nin çeşitli değerlerinde ve her iki polarizasyon durumunda aynı yüzey alanının sabit akımlı STM görüntülerinin elde edilmesine bağlıdır. Ekranın her bir pikseliğinde iğne ile numune arasındaki sabit bias voltajına karşı tünelleme akımı I 'nin ölçümleri arasında ilişki kurmaktır. Ölçülen I - V eğrilerinden numune durum yoğunluğuna karşılık gelen $(dI/dV)/(I/V)$ hesaplanabilir. Dolayısıyla özel durumların uzaysal değişimi haritalanabilir. Bu teknik Akım Görüntü Tünelleme Spektroskopisi (CITSS) olarak da adlandırılır (1).

STS yüzeyindeki serbest ilave bir atomun yanı sıra çok özel bir şekilde seçilmiş olan bir alanın elektronik özelliklerinin problemlerini sağlar. Bu durum birbirinden ayrı yüzey atomlarının farklı kimyasal doğasını belirler. Genelde spektroskopik bilgi enerji aralığının, bant bükülmelerinin ve kimyasal bağlanmanın göz önüne alınması için gereklidir.

Fakat genelde STS verisinin yorumlanması için emin olunan bir gerçek ve basit bir yol vardır. Akılcıl bir düşünce için teorik hesaplamalar gereklidir ve bu şekilde sonuçlar hakkında tedbirli olunmalıdır. Örneğin iğnenin niteliksiz olduğu ve ideal bir metal içerisindeki serbest elektron gazınıninkine benzeyen elektron durum yoğunluğuna sahip olduğu varsayılır. Bir diğer problem ise tünelleme akımının tünelleme iletim olasılık yoğunluğuna da bağlı olduğu gerçeğini vurgulamasıdır. Sonuç olarak numunenin durum yoğunluğu ölçüm sonuçlarından elde edilmeyebilir. Eğer bu durum yoğunlukları iğne ile girişim yapmıyor ise (örtüşmüyorsa) elde edilen ölçümler geçersizdir (1).

3.6. Atomik Kuvvet Mikroskobu (Atomic Force Microscopy: AFM)

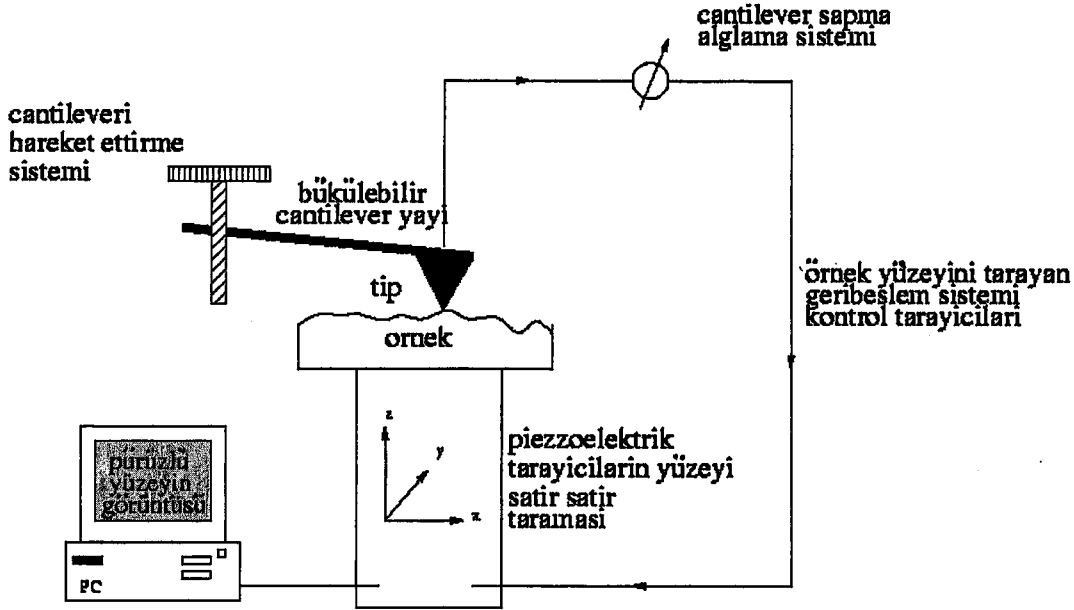
STM'in başarıları yeni taramalı araştırma mikroskop metotlarının geliştirilmelerine esin kaynağı oldu. Bunlardan biri olan AFM, Binning, Quate ve Gerber tarafından 1986' da icat edildi. AFM yüzey topografisini angstrom mertebesinde 100 mikrona kadar ölçebilen bir metottur. Çok hassas bir iğnenin yüzeyi taramasıyla atomlar arası kuvvetler nanonewton hassasiyetinde ölçülebilir. İğne cantilever denilen yaya tutturulmuştur. STM gibi tüm bu teknikler, büyük bir doğrulukla atomik ve nanometrik ölçekte ölçülen yüzeyin özelliklerini haritalamak için numune yüzeyine göre araştırma ucunun uzaysal pozisyonunu kontrol etme yeteneği sağlayan piezoelektrik güç çeviricilerin kullanımını temel alır. AFM bu metotlar arasında en yaygın uygulama alanına sahiptir ve hızla gelişmekte olan nanoteknoloji için vazgeçilmezdir. Elektronik, telekomünikasyon, biyoloji, kimya, otomotiv, uzay-havacılık ve enerji gibi endüstrilerde kullanılmaktadır. Malzemeler; İnce ve kalın kaplamalar, seramikler, kompozitler, camlar, metaller, polimerler ve yarıiletkenlerdir (1).

Yüzey etkileşim özellikleri, elektriksel yük, manyetiklik hidrofilik özellikler, nanomekanik özelliklerinin ölçümüne olanak tanır. Aşınma, davranış, temizleme, korozyon, pürüzlendirme, sürtünme, kayganlaştırma, kaplama ve cilalama gibi olaylar çalışılabilir (1).

AFM'in çalışma prensibi Şekil 3.12' de gösterilmiştir. Birkaç mikron uzunluğunda keskin bir uç cantileverin (genellikle 100-200 mikron uzunluk) sonuna yerleştirilmiştir. Uç ve numune yüzeyi arasındaki atomlar arası kuvvetler Cantilever' in saptmasına sebep olur.

3.6.1 Temel Prensipler

AFM' i de içine alan Taramalı Prob Mikroskopisi (SPM) mikroskopların daha genel bir ailesini kapsar. SPM tekniklerinde çok ince bir prob yüzeyin üzerini tarar ve yüzey ile probe tip' i (araştırma ucu) arasındaki etkileşimi ölçüp kaydeder. Bu etkileşimler kuvvet, elektrostatik tünelleme, kapasitans (direnç), ve/veya magnetik etkileşimlerdir. Örnek yüzeyi ile tip arasındaki fiziksel etkileşim farklı SPM teknikleri ile farklı şekillerde ölçülür. Tip ile örnek arasındaki etkileşimi algılayabilecek farklı metodlar içeren cihazlar geliştirmek için çok fazla çaba harcandı (13).



Şekil 3.12 AFM in şematik diyagramı

Şekil 3.12 AFM' in tipik çalışma prensibini gösterir. Esnek kuvvet-algılama uçlu cantileverin (100-200 μ m uzunluğunda) sonuna takılan keskin tipin (2-3 micron uzunluğunda ve genellikle 20 nm' den daha az çapında) altına yerleştirilen örnek sabitleştirilmiştir. Tip ve numune birbirine yaklaştırıldığı zaman aralarındaki kuvvet ölçülür. Tip, altındaki örnek yüzey düzensizliklerini satır satır tararken tip-cantilever sisteminde çok az düzensiz yön değişiklikleri olacak ve sonuç olarak görüntü oluşacaktır (13).

AFM' de örnek yüzeyinin temizliği, tip örnek arasındaki uzaklık ve tipin geometrisi, örneğin çeşitli doğal faktörlerine bağlı olarak tip-örnek etkileşim kuvvetlerine katkıda bulunur. Çeşitli AFM görüntü modlarını kullanmak fiziksel özellikleri daha detaylı anlamamıza yarar (10).

Bir çok AFM modu özel amaçlar için hazırlanır. AFM görüntüleme için kullanılan numune-uç ayrımı aralığı işlemin modunu belirler. Bunlar;

- Kontak mod
- Non-kontak mod
- Tapping (hafif dokunma) mod

dur. Kontak modda uç-numune ayrımı birkaç Å mertebesindedir. Bu yüzden bir AFM ucu numune ile yumuşak bir fiziksel kontakadır. Uç üzerindeki kuvvet iyonik iticidir ve 10^{-9} N mertebesindedir. Bu kuvvet, cantileverin bir piezoelektrik parça ile numune yüzeyine doğru itilmesi sonucu oluşur. AFM kontak modunda cantileverdeki sapmalar algılanıp bir DC geribeslem amplifikatörde (yükselticide) arzu edilen birtakım sapma değerleri ile karşılaştırılır. Eğer ölçülen sapma değeri arzu edilen değerden farklı ise geribeslem yükselticide, istenen sapma değerini verecek şekilde cantileveri numuneye göre daha aşağı veya daha yukarı çekecek bir potansiyel uygulanır. Araştırılan yüzeye zarar vermektan kaçınmak için cantilever sert olmamalıdır. Yani cantilever yay sabiti numune atom bağının etkin yay sabitinden daha düşük olması gerekir. Böylece uç-numune etkileşmesi yüzey topografisindeki değişimleri izleyen cantileverin eğilmesine sebep olur. Topografik AFM görüntüleri tipik olarak aşağıdaki iki moddan birinde elde edilir (1).

- Sabit-Yükseklik Mod
- Sabit-Kuvvet Mod

Sabit Yükseklik Modunda, tarayıcı yüksekliği sabitlenir. Cantilever sapması topografik görüntü oluşturmak için izlenir. Sabit-yükseklik modu atomiksel olarak düz yüzeylerin (cantilever sapmalarının küçük olduğu durum) atomik-ölçekli görüntülerinin elde edilmesi ve değişen yüzeylerin gerçek-zaman görüntülerinin hızlı kaydedilmesi (hızlı tarama durumunda) için tercih edilir (1).

Sabit Kuvvet Modunda, Cantilever sapması, bir servo sistem tarafından tarayıcı yüksekliğinin sürekli ayarlanması ile sabitlenir (cantilevere uygulanan net kuvvetin sabit olduğu anlamındadır). Görüntü tarayıcı hareketinden elde edilir. Sabit-kuvvet modu data seti kolay yorumlanabildiğinden ve net kuvvet iyi bir şekilde kontrol edildiğinden yaygın bir şekilde kullanılır. Bu modun dezavantajı geribeslem çevriminin cevap verme zamanının sınırlı olması nedeni ile tarama hızının sınırlı olmasıdır. Bu modun dezavantajlarından biri de yalıtkan ve yarıiletken ihtiva eden numunelerin elektrostatik yüklerinin tuzaklanabilmesidir. Bu yükler araştırma ucu ve maddesel çekici kuvvetlere katkıda bulunabilirler (1).

AFM Non-Kontak Modunda, atomik kuvvetlerin yardımı ile cantilever'in eğilmesinden dolayı numuneye dokunmadan topografik görüntü oluşturur. Non-Kontakt mod uygulamaları görüntü elde etmede yeni bir çıkış açmıştır. Non-contact modda uç-numune ayrımı birkaç 10 Å (50-150 Å) mertebesinde. Bu mesafede uç ve numune arasında Van der Waals kuvvetleri etkin olmaya başlar. Yani cantilever zayıf çekici kuvvetler tarafından etkilenir. Uç ve numune arasında etkiyen Van der Waals kuvvetleri algılanır ve ucun numune yüzeyini taraması ile görüntü oluşturulur. Numuneden gelen bu kuvvetler göreceli olarak zayıf olduğundan iğne saniyede 100000 defa titreşerek bu etkileşiminin saptanmasını kolaylaştırır. Bu nedenle uca büyük bir osilasyon verilmelidir. Bu teknikte sert cantilever rezonans frekansına yakın titreşimde tutulur. Tipik frekanslar 100 den 400 kHz e kadar, tipik genlik ise birkaç 10 Å dur. Numuneyle etkileşmeden dolayı cantilever rezonans frekansı f_1

$$f_1 \propto \sqrt{c - F'} \quad [3.7]$$

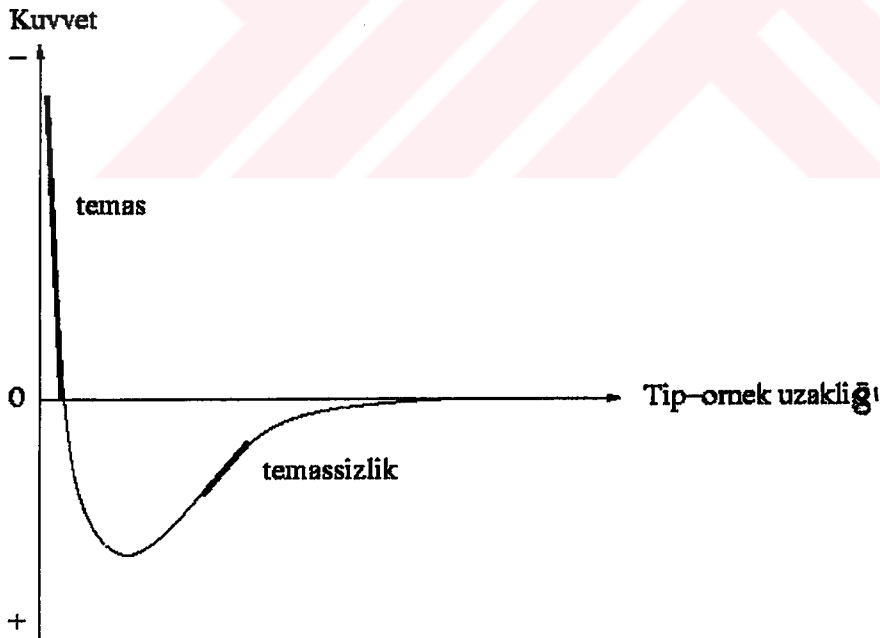
göre değişir. Burada c Cantilever' in yay sabiti, F' kuvvet gradientidir. Rezonans frekansı (veya titreşim genliği) tarayıcı yüksekliğini kontrol eden geribeslem sistemi tarafından sabit tutulursa araştırma ucu sabit gradient çizgilerini izler. Tarayıcının hareketi bir data seti oluşturmak için kullanılır. Bu mod sabit-gradient modu olarak da bilinir (1).

AFM Tapping Modunda, tek farkı dip noktada cantileverin ucu ve onun osilasyonlarının numune yüzeyine nadiren dokunması olan bu mod, non-kontakt moda benzerdir. Tapping modun atomik çözünürlük sağlamadığı fakat yüksek

topografiksel çıkıntılı kaba yüzeylerin görüntüsünü oluşturmak için avantajlı olduğu görülür.

3.6.2 Tip-örnek Etkileşim Kuvvetleri

Tip-örnek arasındaki kuvvetler, tipin örnek yüzeyine yaklaşmasıyla oluşur. Şekil 3.13' de sağ taraftaki kuvvet eğrisi son derece ayrıdır yani etkileşim kuvveti yoktur. Tip örneğe yakın olduğu zaman çekici van der Waals kuvveti tarafından yavaş yavaş yüzeye doğru çekilir. Tip örneğe yaklaşırken uzaklık mesafesi azalır ve tipin ve örneğin atomlarının elektron bulutları (orbitaller) diğer elektrostatikleri itmeye başlar. İnteratomik uzaklık birkaç Å uzatıldığında çekici van der Waals kuvveti nőtürleşir. O noktadan sonraki net kuvvet uzaklaştırıcı olur ve örnek yüzeyi ile tip kontak ettiğinde kuvvet eğrisinde inişler çıkışlar olur. İtici sistemde interatomik uzaklığın azalması, yüzey atomik orbitalleri ve tipin üst üste gelmesini, kuantum özellikleri (Pauli dışarlama ilkesi) ve çok dik kuvvet eğrisi engelleyecektir. Böylece ikisinden birini yukarı bükmeyi denersek örnek veya tipten biri veya ikiside zarar görecektir (yumuşak örnek ve sert cantilever) (13).

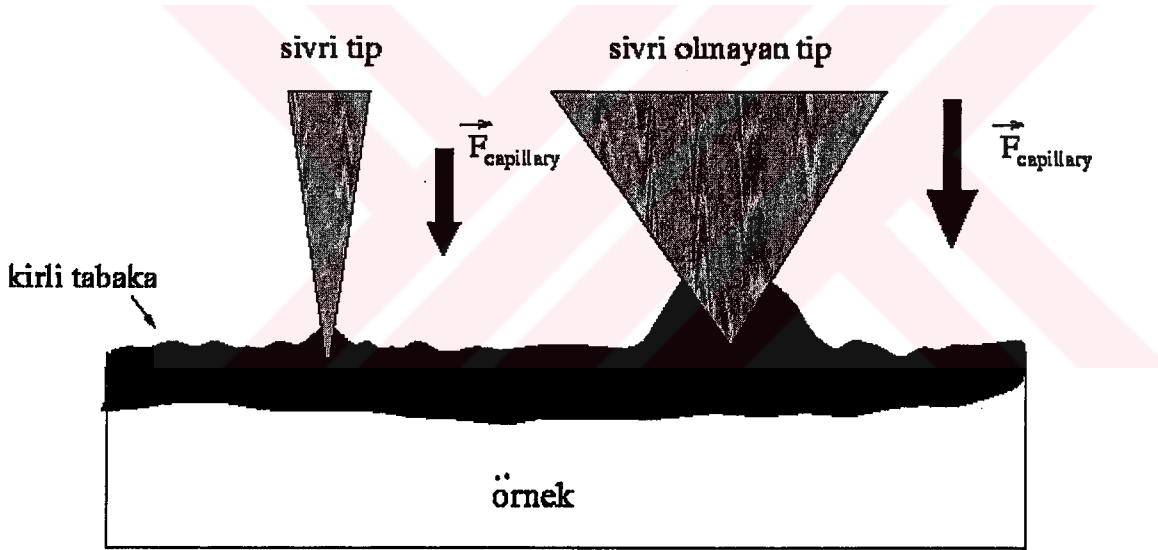


Şekil 3.13. Ayrılma uzaklığının bir fonksiyonu olarak tip ve örnek arasındaki kuvvetlerin oluşması. Van der Waals kuvvetinin atomlar arası mesafeye niteliksel bağılılığı. AFM kontak ve non-kontak modda kullanılan numune-uç ayrımı bölgeleri gösterilmiştir

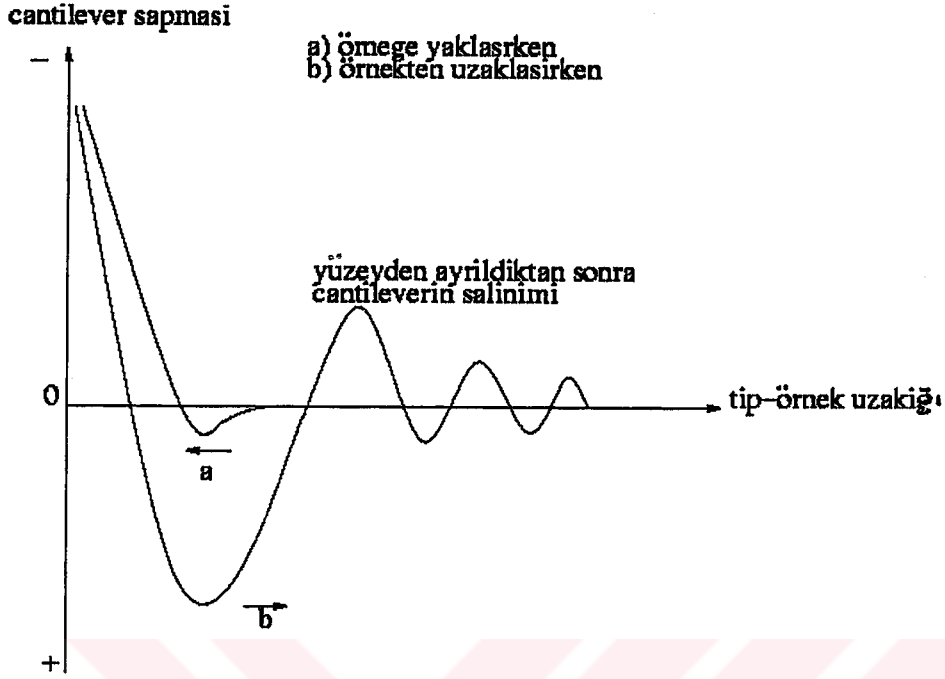
Örnek yüzeyi çok iyi temizlenip üzerindeki kirlilik kaldırıldığı zaman oluşan kuvvet-uzaklık eğrisi Şekil 3.14' de gösterilmiştir. Eğer ölçümler UHV' da alınırsa

gerçeğe daha yakın sonuçlar alınır. Gerçek çalışmalarda çevresel şartlardan dolayı iki tane kuvveti daha hesaba katmalıyız. Bu kuvvetler cantilever kuvveti ile capillary kuvvettir (13).

Uç-numune etkileşmesini hesaba katmak için Şekil 3.13' deki mesafeye karşı atomlar arası etkileşme kuvvetini gösteren eğriye başvurmak gerekir. Uç-numune ayrımı nispeten büyük olduğunda (çevrimin sağ tarafı) cantilever, numuneye doğru zayıf bir şekilde çekilir. Mesafenin azalması ile, ucun elektron bulutları ve numune atomlarının birbirlerini elektrostatik olarak itmeye başladığı mesafe kadar küçük mesafelere gelindiğinde, bu etkileşme artar. Net kuvvet kimyasal bağ mertebesinde (birkaç Å) bir aralıkta sıfıra gider ve daha yakın mesafelerde itme baskındır (10).



Şekil 3.14. Keskin tip keskin olmayan tipe göre ıslak yüzeye daha küçük bir capillary kuvvet uygular



Şekil 3.15. Tipik cantilever sapma eğrisi tipin örneğe yaklaşırken (a eğrisi) ve geri çekilirkenki (b eğrisi) eğrilerini tanımlar

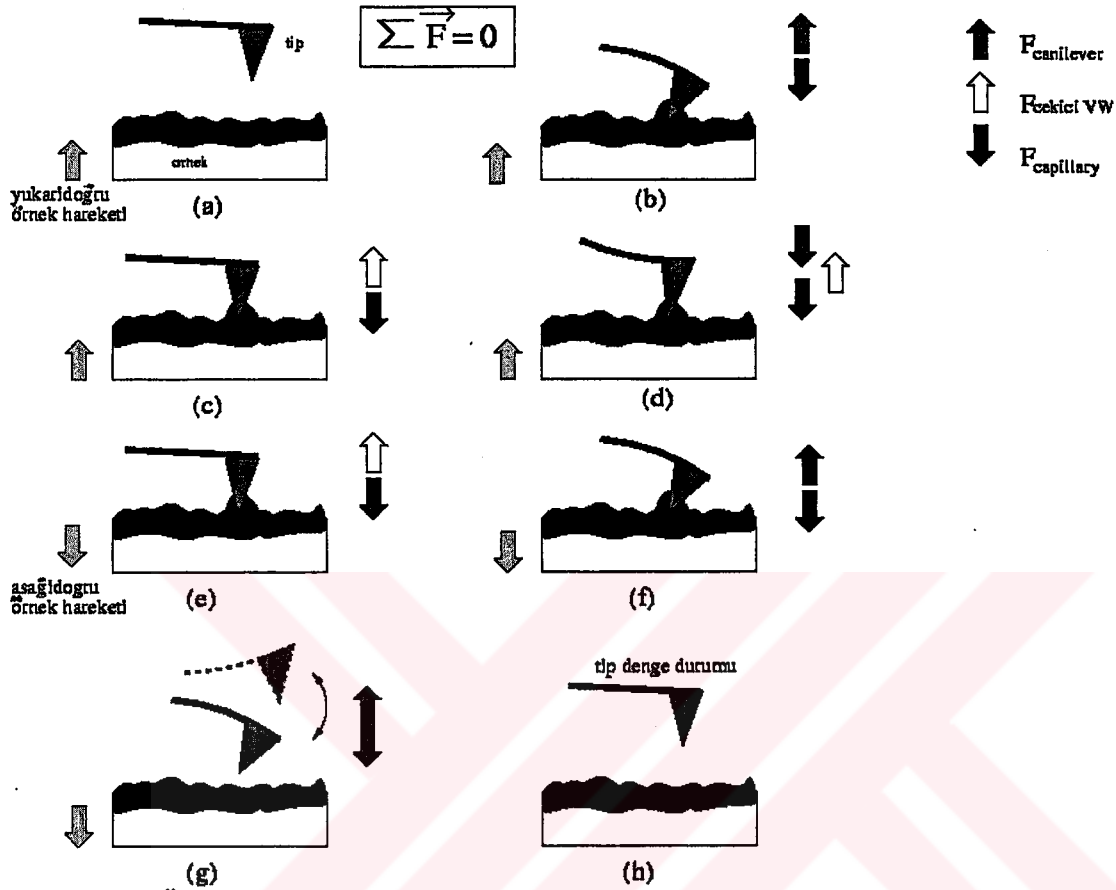
Örnek yüzeyinde havadaki kirliliklerden dolayı her zaman ince bir kir tabakası oluşur. Su ve diğer etkenlerden dolayı yüzeyde oluşan kir tabakasının kalınlığı 20-500Å arasındadır. Sivri olmayan tipin kirli yüzeye uyguladığı $F_{\text{capillary}}$ kuvvet, sivri olan tipin uyguladığı kuvvete göre daha büyüktür. Çünkü temas alanı daha büyüktür. Sivri olan tip kullanıldığı zaman daha ayrıntılı bilgi alabiliriz. Çünkü daha küçük ıslak alanlarla temas eder (Şekil 3.15). Cantilever kuvveti, örnek yüzeyi ile tipin etkileşiminin sonucu olarak ortaya çıkar ve sıkıştırılmış yayın enerjisi, dinamik (değişken) yayın enerjisi gibidir. Onun büyüklüğü Cantilever' ın yay sabitine ve yönünü değiştirmesine bağlıdır ve zıt yönde eğilir. İlave edilen kuvvetlere göre yeni bir kuvvet-uzaklık eğrisi elde edilir. Şekil 3.16' da cantileverin nemli yüzeye doğru hareketi ve geri çekilirkenki hareketi için için tipik eğrisi tanımlanır. Eğrinin sağ tarafı Cantilever' ın, örneğin kuvvet alanının dışında olduğunu ve yönünün değişmediğini gösterir. Tip yüzeye yavaş yavaş yaklaştığında zayıf van der Waals çekici kuvveti hissedilir. 50 Å' dan daha az ayrıldığında van der Waals kuvveti hızla azalır. Ayrılma azaldığında ve tip nemli tabakaya yaklaştığında, capillary çekiciliği tarafından güçlü bir şekilde yüzeye doğru çekilir. Tip hızla su tabakasına daldığı zaman cantilever aşağı doğru bükülür. Tip örnekle kontak ettiğinde capillary kuvvet itici van der Waals kuvveti tarafından dengelenir. Kontak halinde capillary

kuvvet değişmez ve tip-örnek ayrılması sıkıştırılamaz. Cantileverı örneğin yanına getirmeye çalışırsak cantilever yukarı doğru bükülür. İtici van der Waals kuvveti, capillary ve cantilever kuvvetini dengeler (13).

$$\vec{F}_{capillary} + \vec{F}_{cantilever} = \vec{F}_{itici VW} \quad [3.8]$$

Geri çekme yöntemlerine göre tip örnekten ayrıldığında nem tabakası tipin örneğe doğru eğilip cantileverın yüzeye doğru güçlüce eğilmesini engeller (Şekil 3.16). Cantilever' in eğilmesi, sıkıştırılmış cantilever yayında dinamik enerji ve cantilever kuvvetinin birikmesi ile sonuçlanır. Aynı zamanda örnek itici kuvvetleri yok olur ve net kuvvet yalnızca capillary kuvvet olur, fakat zıt işaretlisi.

$$\vec{F}_{capillary} = -\vec{F}_{cantilever} \quad [3.9]$$



Şekil 3.16. Örneğe doğru hareket ederken cantilever ve kuvvetlerin etkisi

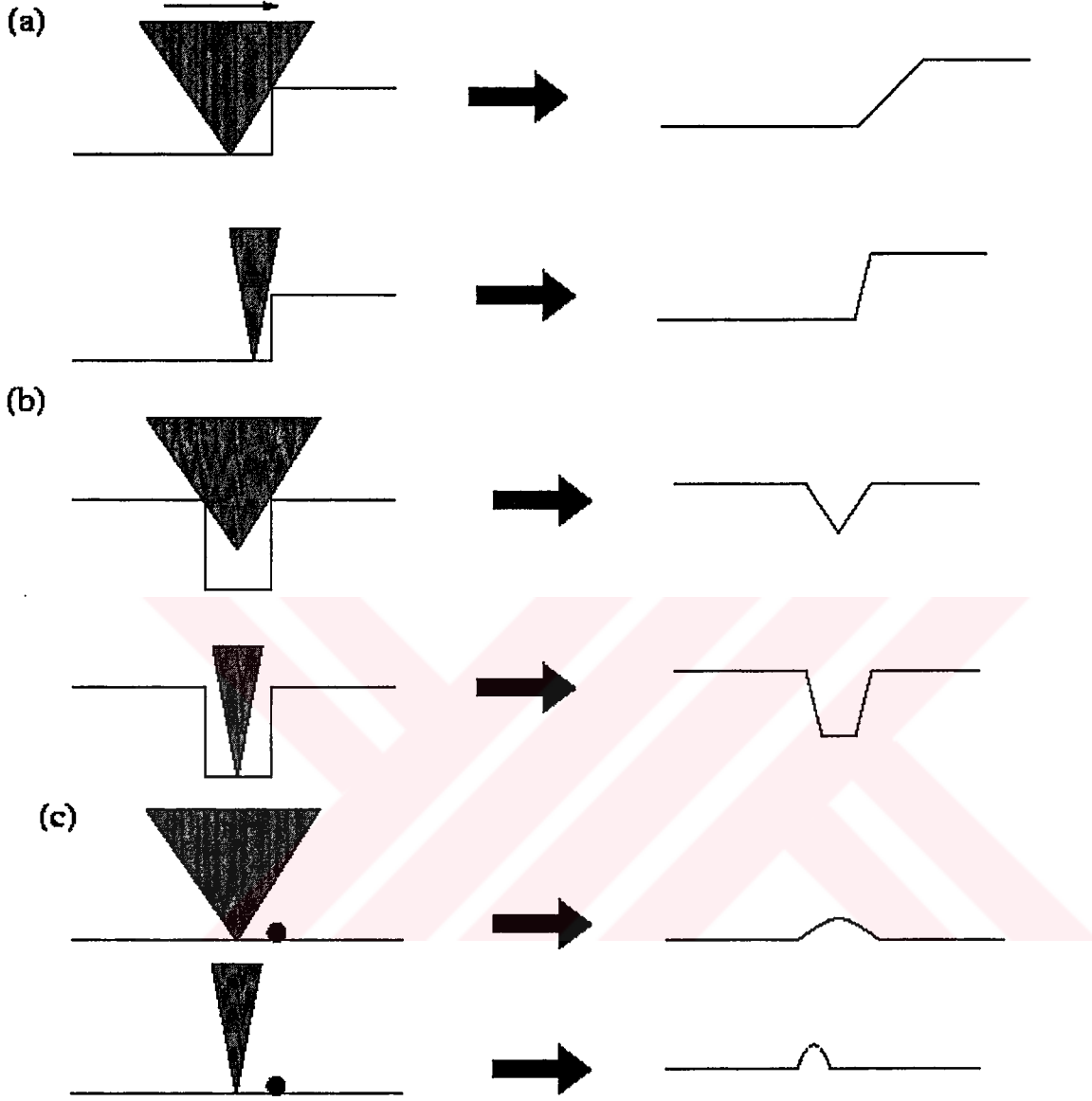
3.6.3 AFM Görüntü Kusurları

AFM örnek yüzeyinin topografisi hakkında çok fazla bilgi vermesine rağmen bu görüntüleri doğru yorumlamak da çok önemlidir. Bazı çözümsel araçlar gibi AFM kusurları da birçok kaynaktan türetilir ve bu kaynaklar çok önemlidir. Bu kaynaklar tip/cantilever geometrisi, tarama eksiklikleri, mekanik-elektronik tasarım, software (yazılım), elle hareket ettirme (manipulation) ve örnek doğası ve kirlilik (13).

3.6.3.1 Tip/Cantilever Kusurları

Tipin düşük kalitede olması ciddi bir problemdir. Tip AFM in kuvvet algılama elemanıdır ve bundan dolayı tipin düşük kalitede olması görüntüye yansır. Eğer kötü bir tip kullanılırsa çeşitli yollarla etkisi görülür. Örneğin, yanal çözünürlük azalır,

minimum kuvvet altında görüntü kararsız olabilir, belirsiz ve biçimi bozuk görüntüler oluşabilir ve çok kötüyse görüntü alınamayabilir. Tipin biçimi önemlidir çünkü örnek yüzeyi ile etkileştiğinde gerçek olmayan görüntüleri algılayabilir. Daha keskin olan tip yüzey hakkında daha gerçekçi bir topografi oluşturabilir. Şekil 3.17. (a), (b), (c) için iki piramit tip ile üç farklı örnek için yüzey özellikleri (basamak, derin çukur, içbukey tümsek) ile beraber AFM sonuçlarının görüntüleri gösterilir. Burada keskin olmayan tip için (basamak, derin çukur) gerçeğe yakın sonuçlar alınamadığı açıkça görülür ve görünen yükseklik derin çukurda daha az ve konvex tümsekte daha genişmiş gibi algılanır. Bu durumda keskin ve keskin olmayan tip için karşılaştırma yapıldığında çok uzun ve ince olan tipin örnek yüzeyi için daha iyi sonuçlar verildiği görülür. AFM tipinin karakterizasyonu (biçim, geometri, bükülmezlik/sertlik) son zamanlarda birçok araştırmacının ilgisini çekti. AFM in piramit şeklindeki Si_3N_4 tipinin keskinliğini artırmak için birçok ortak yol kullandılar.



Şekil 3.17. Üç farklı durum için tipin biçiminin AFM sonuçlarına etkisi (a) basamak, (b) derin çukur, (c) top

Görüntü çözme faktörünün yanısıra uygulanan kuvvetin yükünü tipin şekli saptar ve bundan dolayı kontak modda örnek zarar görür. Yukarıda da bahsedildiği gibi havadaki etkilerden dolayı su bazlı kirlenmiş tabakası olan yüzeyde örnek ile tabaka arasındaki arayüzey alanına orantılı büyüklükte olan capillary kuvvet vardır.

Tip ile tabaka arasındaki arayüzey alanında daha sivri olan tip daha az alanla temas ettiği için alana daha az capillary kuvvet etki eder.

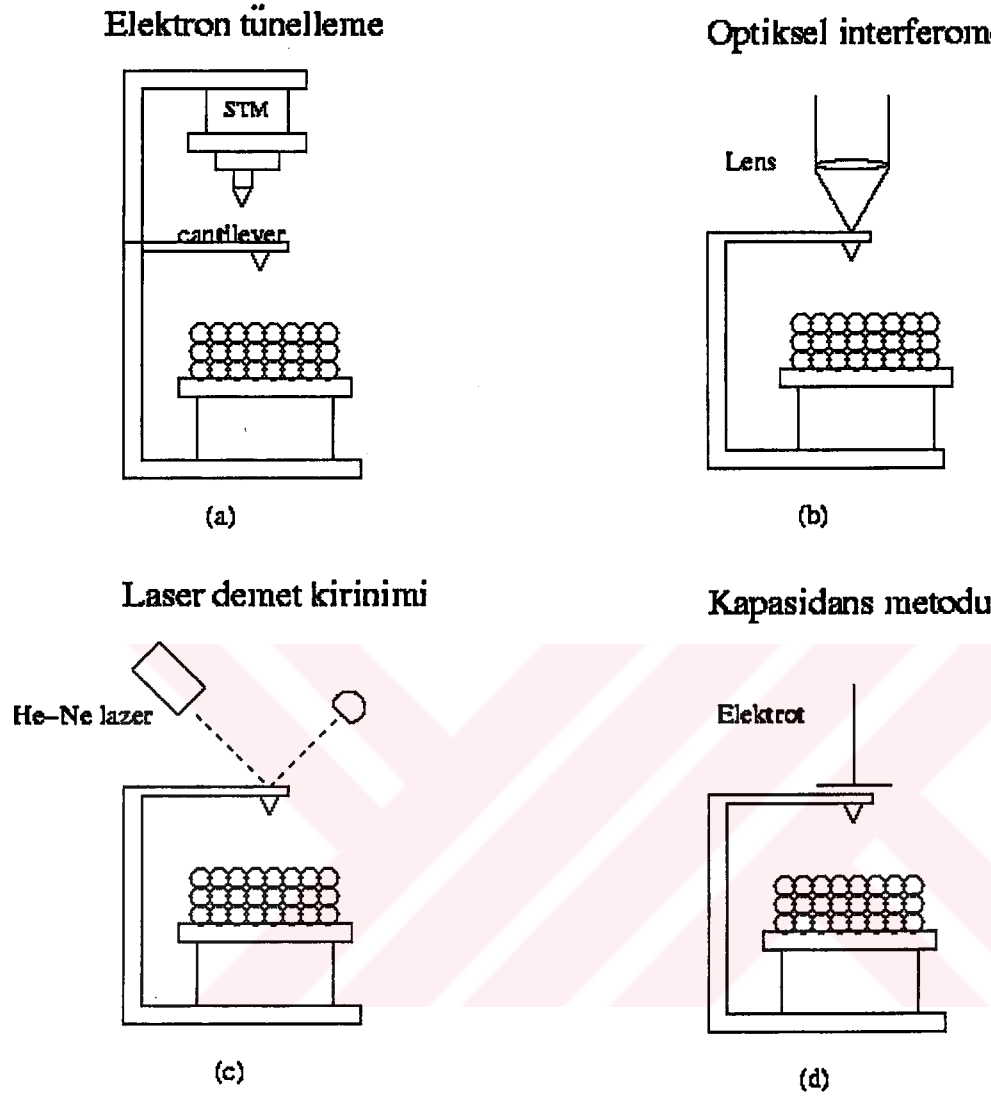
İmal sırasında oluşan kusurlardan dolayı bazen tipin iki ucu olabilir ve bu da ölçüm sırasında iki görüntünün üstüste çıkmasına sebep olur. Buna rağmen parazit görüntüler bazen yararlı olabilir. Bu sorun tip değiştirilerek giderilir (13).

Cantilever ile ilgili görüntü bozukluklarının cantilever bükülmelerinden oluştuğunu ve cantilever bükülmesinin cantilever ile ilgili kuvvetlere neden olduğunu söyler. Birde kullanılan görüntü moduna göre bir cantilever kullanmamız gerekir (13).

3.6.3.2 Tarama Kusurları

Tarama kusurları AFM görüntülemeye yanal ve dikey bozukluklar oluşturur. Doğrusal olmayan piezoelektrik seramikler yanal görüntü bozulmalarından sorumludur. Doğrusallıktan uzaklaşma, AFM tarayıcılarının yapımında kullanılan piezoelektrik seramik materyallerin ideal olmayan özelliklerine mal edilir. Kusurların başka sebeplerinden birisi, piezoelektrik seramiklere ani bir voltaj uygulandığı zaman sürtünme, yüzeyin şeklini bozması şeklinde olabilir (13).

Cantilever' in yer değiştirmesi sapma sensörü ile ölçülebilmektedir. Cantilever' in küçük yer değiştirmelerini belirlemek için birkaç teknik kullanılmaktadır. Binning ve arkadaşları orijinalinde sapma sensörü olarak bir STM kullanarak iletken kaldırıcının arka bölgesinde ve STM' in ucu arasındaki tünelleme akımını ölçtü (1).



Şekil 3.18. AFM de cantilever'in sapmasını izlemek için kullanılan çeşitli teknikler: (a) elektron tünelleme (b) optik interferometre (c) lazer-demeti sapması (d) kapasitans metodu

Kullanılan diğer sensörler optik interferometre (Şekil 3.18.b), cantileverin arka bölgesinden lazer demetinin yansıması (Şekil 3.18.c), veya cantileverin arka bölgesine yerleştirilmiş bir elektrot ve kaldıraç arasındaki kapasitansın ölçülmesi (Şekil 3.18.d). Tipik olarak sensörler 10^{-2} Å kadar küçük sapmaları belirleyebilir. Uç numuneyi tararken cantileverin sapmasını ölçme, yüzey topografisinin haritalanmasına izin verir. AFM'in avantajı iletken, yarıiletken ve yalıtkan olan tüm yüzey çalışmaları için uygulanabilir olmasıdır. STM ise numunenin iletken olmasını gerektirmektedir (1).

4. Si(111)-(7x7) ve AlGaAs(001) YÜZEYİ

4.1 Giriş

Atomik olarak kusursuz katı yüzeylerin oluşumu için çeşitli metotlar mevcuttur. Yarıiletken yüzey oluşumu için 1960 ve 1970' lerdeki standart metot yüksek vakum içinde tek kristale ayırmaktır. Doğal ayırma düzlemi Si ve Ge gibi elmas yapılı yarıiletken yapılar için (111) yüzeyi ve III-V ve II-IV yarıiletken çinko sülfür yapılar için (110) yüzeyidir. 1970' lerden beri birtakım epitax büyütme teknikleri yarıiletkenlerin yüzeyinin oluşumu, yüzeyde tutunma ve daha genel kuantum kuyusu, kuantum bariyerleri ve noktaları gibi düşük boyutlu sistemler için geliştiriliyor. Böyle tekniklerden en çok kullanılan ikisi MBE (molecular beam epitaxy) ve MOVPE (metal organic vapour phase epitaxy)' dir. İyi kalitede (100), (110), (111), (311) yüzeyleri ve IV, III-V yarıiletkenler ile başarılı bir şekilde kullanılan bu büyütme teknikleri ile sonuca ulaşılmıştır. Aynı zamanda elektronik ve titreşim özellikleri, yüzey yapıları araştırmak için geniş bir aralıkta deneysel metotlar mevcuttur (14). Deneysel ve büyütme teknikleri üzerine kullanışlı referanslar (15) ve (16)' da bulunabilir.

Yarıiletken yüzeyler; değişik şartlar altında ayrılma, epitaxy büyütme ve tavlama şartları, tabaka üzerine büyütme, passivating serpiştirme veya ara geçiş tabakalar üzerine ve kusur oluşumu sebebiyle farklı şekillerde yapılanma olarak bilinir. Örneğin Si' un 300' ün üzerinde safhaları kaydedilmiştir (17).

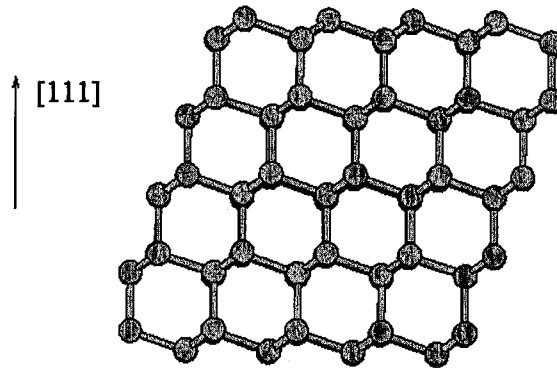
Yarıiletken materyallerin kimyasal temizlenmesi (etching) nano ölçekli aletlerin entegre devrelerin yapımında önemli bir süreçtir. Seçici temizleme bir materyale temizleyici gönderirken, bitişik diğer materyallere bundan etkilenmeden oluşturulması karmaşık aletlerin yapımında sıkça başvurulmuş bir yöntemdir (18). İnce film üzerindeki temizleyici etkileri ve temizleme süresince oluşan yüzey reaksiyonların detaylı anlaşılması nano ölçekli aletlerin kontrollü bir şekilde üretiminde temel oluşturur (19, 20).

Biz bu bölümde Si(111) yüzeyinin STM ile alınmış olan yüzey yapıları hakkına bilgi vereceğiz. Daha sonraki kesimde ise laboratuvarımızda MBE yöntemi ile üretilmiş olan AlGaAs yarıiletken malzemesinin kimyasal temizlemeye göre yüzey pürüzlülüğünün değişimi AFM tekniği ile incelenmesi verilecektir.

4.2 Si (111)-7x7 Yüzeyi

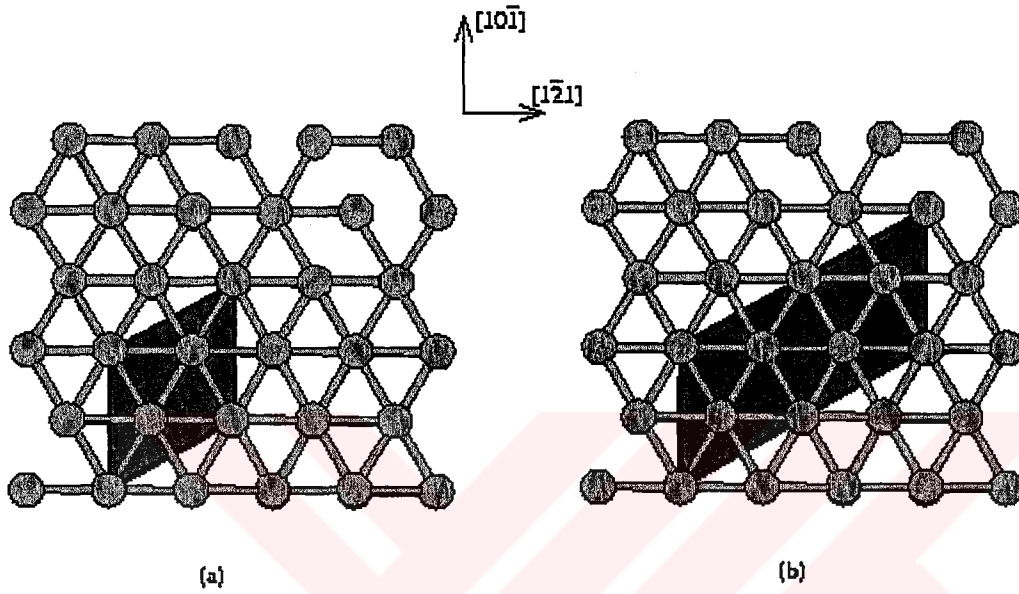
Si oda sıcaklığında kesildiği zaman 2x1' lik bir periyodik yapı ve 400 °C üzerine ısıtıldığında ise 7x7 yapıya ve 870 °C ise daha kararlı bir yapıda olduğu gözlenmiştir. Böyle büyük bir birim hücreye sahip olduğu ilk kez Schlier ve Farnsworth tarafından LEED deneyiyle ortaya çıkarılmıştır (21). Gerçekte bu yüzey oksit bir tabaka ile kaplıdır. Bu tabakanın uzaklaştırılması için numune ısıtılır veya iyon bombardımanına maruz bırakılır veya aynı anda her ikisinde uygulanabilir. Bu işlemlerden sonra Si(111)-7x7 yüzey yapısı gözlenebilir. Buna ek olarak yüzey 750°C ve daha sonra ani olarak 950°C' de numune ısıtılarak da bu tip yüzeylere ulaşmak mümkündür (22). Buna alternatif kimyasal yöntemlerle temizlikte yapıldığı literatürde görülmektedir (23, 24, 25, 26).

Literatürde Si yüzeyi için 300 den fazla yüzey fazının olduğu ifade edilmektedir (15). Özellikle böyle büyük bir yüzeyin atomik düzenlenmesinin araştırılması ve gerçek yüzey modelinin belirlenmesi 26 yıl sürmüştür. Binning ve arkadaşları (27, 28, 29) tam olarak yüzey atomik düzenlemesini belirlemesi STM cihazının icadı ile olmuştur.



Şekil 4.1. Si(111) bulk

Bilindiği üzere Si yarıiletkenin fcc örgü vektörlerine sahip elmas yapıdadır. (111) düzleminden kesilmesi ile elde edilen şematik gösterim Şekil 4.1' de verilmiştir. (1x1)' lik bir ideal birim hücrede her bir atoma ait birer kararsız bağ bulunmaktadır. Şekil 4.2' de Si(111)' in tepeden görüntüsü verilmektedir.



Şekil 4.2 Tepeden (a) ideal Si (111) 1x1 yüzeyin ve (b) Si (111)-2x1 yüzeyi şematik gösterimi.

4.2.1 Numune Hazırlama

Biz bu çalışmada, Omicron firması tarafından bize sağlanan Si(111) yarıiletkenini kullandık. Si öncelikle ısıtılmalara tabi tutmak için kullanılacak olan özel numune tutucusuna uygun olarak 2x10 mm olarak kesildi. Numune tutucusuna yerleştirdikten sonra, 3×10^{-10} mbar basınç altında numune cihaza yerleştirildi (30). Cihaz içinde yapılan işlemler sırası ile şöyledir;

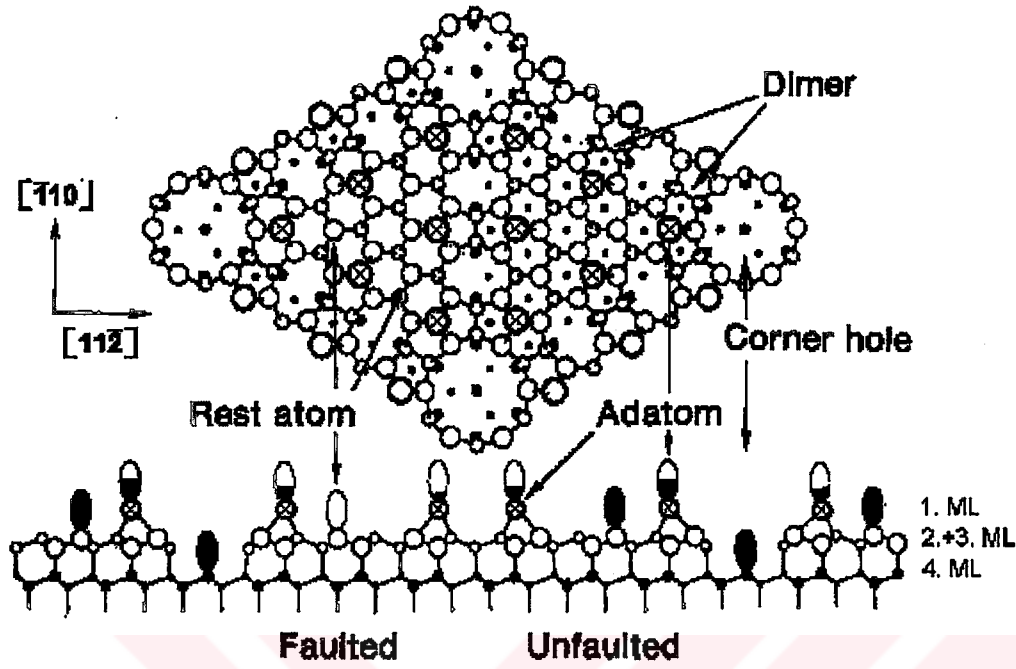
(a) Birkaç saat dirençle ısıtılır, bu işlem sistemin basıncı 10^{-10} mbar seviyesine geri döndüğünde durdurulur. Bu aynı zamanda numune tutucusunun da temizlenmesini sağlamıştır.

(b) Numunede olan yabancı gazların atılması ise 600 °C altında doğrudan ısıtma ile yapılır. Bu işlem 10^{-10} mbar seviyesine geri döndüğünde durdurulur.

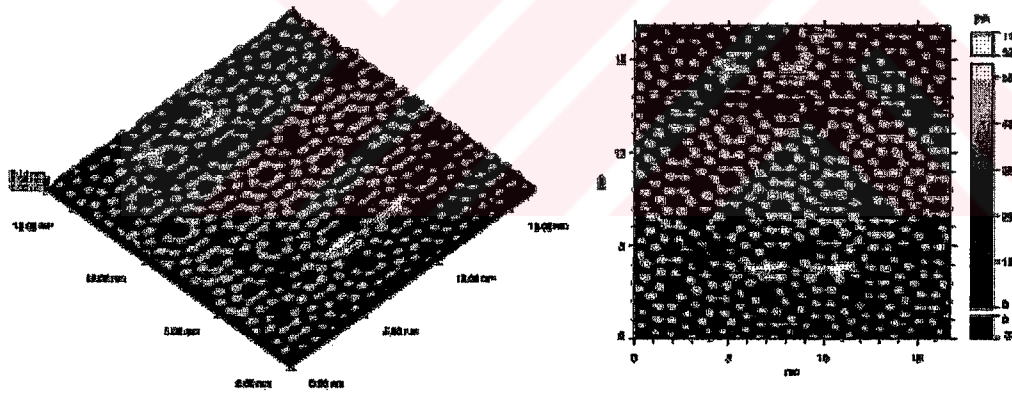
- (c) 1250 °C' de birkaç saniye aralıklarla birkaç saniye numune direk olarak akıma maruz bırakılır. 10^{-9} mbar seviyesini geçerse, işlem durdurulur ve basıncın 10^{-10} mbar seviyesine geri dönmesi için beklenir. Basıncıdaki değişim azaldığında işlem durdurulur.
- (d) Numune soğumaya bırakılır ve ölçüm alınır.

4.2.2 Sonuç ve Tartışma

Yukardaki işlemlerden sonra yapılan AFM görüntülerinde yüzeyin gerçekten pürüzsüz ve düz olduğu bulunmuştur. Yapılan yüzey pürüzlülük ölçümlerinde, pürüzlülük değerinin 2.5 nm kadar olduğu bulunmuştur. Bu sonuç yardımı ile atomik çözünürlük için STM görüntüsü alma işlemine geçilmiştir. Elde edilen STM sonucu Şekil 4.4' de verilmiştir. Yapılan inceleme sonucunda yüzeyde düzgün periyodik yapılanma gözlenmiştir. Şekil 4.1'de gösterildiği gibi Si atomları arasındaki kimyasal bağ kırılmıştır. Yani her bir Si atomuna bir yarı boş bağ düşer. Yüzeyde var olan yüzey serbestlik enerjisini düşürmek için Si atomları yeni bir konfigürasyona doğru hareket ederek enerjisini minimum yapmaya çalışır. İşte bu durumda yeni bir yüzey periyodik yapısı oluşur. Yani ideal olan 1×1 bulk pozisyonunu 7 katında yeni periyodik yapı gözlenir. Her ne kadar ilk bu konuda yapılan gözlem LEED deneysel tekniği 1959'da Schlier (21) tarafından olsa bile asıl gerçek model TEM tekniği ile (31) 1985 yılında 25 yıldan sonra gerçek anlamda çözümlenebilmiştir. Bu modelin şematik çizimi Şekil 4.3'de verilmiştir. Şekilde görüldüğü üzere, her bir birim hücrede 12 atom bulunur. Bunların her birinin birer boş bağı bulunur. Bu atomlar Şekil 4.4'de sayılabilir.



Şekil 4.3. Si(111)-7x7 için tepeden ve yandan şematik gösterim.



Şekil 4.4. 7x7 modelinin üstten görünüşünü. Ölçümler $10 \times 10 \text{ nm}^2$ boyutlarında ve 1V voltaj değerinde ve 0.005 nA alınmıştır.

4.3. AlGaAs

Teknolojik uygulamasından dolayı en çok çalışılan çinko-sülfür (ZnS) yapısında ki yarıiletkenlerden biri GaAs' dır. Bu yarıiletkenin elektroniksel, optiksel ve cihazda kullanım özelliklerinin anlaşılabilmesi için yapısal özelliğinin bilinmesi gerekmektedir. İdeal GaAs(001) yüzeyinde ya Ga yada As vardır. Deneysel olarak

üretiminde As oranının yüksek olmasından dolayı GaAs yarıiletkeni As olarak sonlanır (32). GaAs, elektrik aletlerde, optik mühendisliğinde MBE' de büyütülmesiyle göze çarpan alttaş olarak göz önüne alınıyor (33). Özellikle MBE' de alttaş olarak seçilen GaAs' den üçlü bileşik olan AlGaAs oluşumunda ara yüzey bölgelerde oluşabilecek zorlamalar örgü parametrelerinin birbirine yakın olmasından dolayı oldukça azdır.

Literatüre göre bahsedilen aletlerin geliştirilmesinde öncelikle büyütmede GaAs yüzeyinin yüksek kalitede başlatılmasından emin olunmalıdır. Bu amaçla, GaAs alttaşları; tabaka tabaka büyütmeyi (epitaxy) direkt etkileyen GaAs yüzey şartları yüzünden mümkün olduğu kadar alttaş yüzeyinde serbest kusur (nokta) ve kirlilikler elde etmek için farklı temizleme süreçleri altında işleminden geçirildi (34,35,36).

Tipik olarak , MBE' de büyütmeden önce alttaş hazırlama metodu, GaAs yüzeyinin kimyasal temizlenmesi (ex-situ), sonra gaz çıkış süreci ve son safha, yüzey oksitlerini çıkarmak için UHV şartları altında termal işlem süreçlerini içerir.

Biz bu çalışmamızda, AFM sonuçlarını sunmadan önce MBE laboratuvarından elde edilen AlGaAs' in büyütülme şartlarını ifade edelim;

4.3.1 Numune Oluşumu

Kuantum kuyulu $Al_xGa_{1-x}As/GaAs$ (QW) yapının büyütülmesi sırasında ilk olarak Zn ile katkılanmış (100) yönelimli p-tipi GaAs alttaş $400^{\circ}C$ ' ye $0,2^{\circ}C/s$ ' lik artış faktörü ile ısıtıldı. Daha sonra alttaş sıcaklığı $0,1^{\circ}C/s$ ' lik artış faktörü ile $680^{\circ}C$ ' ye çıkartıldı. Amacımız alttaş üzerindeki oksit tabakanın yok edilmesini sağlamaktır.

Çizelge 4.1. Kuantum Kuyulu $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ (QW) Lazer Diyot Yapımı

GaAs (100) p-tipi (Zn)
GaAs p-tipi (Be) (5000Å)
$\text{Al}_{0,6}\text{Ga}_{0,4}\text{As}$ p-tipi (1 μm)
$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($x=60\% \rightarrow x=20\%$) (0,15 μm)
GaAs (QW) (50 Å)
$\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($x=20\% \rightarrow x=60\%$)(0,15 μm)
$\text{Al}_{0,6}\text{Ga}_{0,4}\text{As}$ n-tipi (1 μm)
GaAs (n-tipi) (0,25 μm)

RHEED gözlemleri yapılarak bu sıcaklıkta oksit tabakanın kalktığı gözlemlendi. Bu işlem bittikten sonra alttaş sıcaklığı, yapının büyüme sıcaklığı olan 660°C ' ye düşürüldü. Bunu takiben alttaş üzerine ilk olarak 5000 Å kalınlığında p-tipi (Be katkılı) GaAs tampon tabakası $2,78 \text{ Å/s}$ lik büyüme oranı ile büyütüldü. Daha sonra 1 μm kalınlığında p-tipi $\text{Al}_{0,6}\text{Ga}_{0,4}\text{As}$ ($n_{\text{Be}}=1.10^{18}\text{cm}^{-3}$) tabakası büyütüldü. Bu işlem sırasında büyüme oranları sırasıyla Al için 1 Å/s ve Ga için 0,67 Å/s'dir. Bunu takiben 0,15 μm kalınlığında $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($x= 60\% \rightarrow 20\%$) tabakası büyütüldü. Burada büyüme oranları sırasıyla AlAs için 0,447 Å /s ve GaAs için 0,67 Å /s'dir. Daha sonra 50 Å kalınlığında katkısız GaAs (QW) tabakası 0,67 Å/s büyüme

oranıyla büyütüldü. Bunu takiben $0,15 \mu\text{m}$ kalınlığında $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($x= 20 \% \rightarrow 60 \%$) tabakası büyütüldü. Daha sonra $1 \mu\text{m}$ kalınlığında n-tipi $\text{Al}_{0,6}\text{Ga}_{0,4}\text{As}$ ($n_{\text{Si}}=5.10^{17}\text{cm}^{-3}$) tabakası büyütüldü. Daha sonra $0,25 \mu\text{m}$ kalınlığındaki n-tipi GaAs ($n_{\text{Si}}=1.10^{18}\text{cm}^{-3}$) üst tabakası $2,78 \text{ \AA/s}$ 'lik büyüme oranı ile büyütüldü. Son olarak da alttaş sıcaklığı $0,1^\circ\text{C/s}$ ' lik adımlarla 250°C ' ye düşürüldü (37). Yarıiletken materyallerin kalitesini arttırmak uygun bir temizleme yöntemin seçilmesine bağlıdır. GaAs için seçilen yöntemlerden yaygın olanlardan biri deiyonize sudan geçirildikten sonra değişik asitlerle amaca bağlı olarak HCl, H_3PO_4 veya NH_4OH kullanılabilir (38).

4.3.2 Kimyasal Temizleme Metodları

Temizleme oranı ve yüzey morfolojisi arasındaki ilişki tam olarak açıklığa kavuşturulamamış ve bunun için çok daha fazla çalışmaya ihtiyaç duyulmaktadır (39). Literatürde yaptığımız taramalardan aldığımız bir örneğe bakacak olursak AlGaAs/GaAs 20 dakika boyunca heteroyapı ıslak seçici kimyasal temizlemeye ($\text{H}_3\text{PO}_4:\text{CH}_3\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2$) tabi tutuldu ve daha sonra ısıtıldı. Sıcaklık 20°C ' den 40°C ' ye çıkarıldığında yüzey pürüzlülüğü (rms değerleri) $4,690 \text{ nm}$ ' den $0,703 \text{ nm}$ 'ye düştü (39). Bu örnekte yüzey pürüzlülüğü temizleme oranının artışı ile azalmaktadır. Daha uygun temizleme yapıldığında daha düşük yüzey pürüzlülüğü elde etmek mümkündür.

AlGaAs üzerinden GaAs'ı yüksek seçicilik (selectivity) temizleme ile çıkarmak için pek çok süreç vardır (40). GaAs' ı AlGaAs üzerinden ıslak ve kuru temizlemek için literatürde yoğun bilgi vardır (41,42). Islak temizlemede GaAs/AlGaAs sistem için en çok dikkati çeken $\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2$ veya Pa temizleme (41,43,44) ve sitrik asit/ H_2O_2 formülasyonu üzerine odaklanmıştır (41,45,46). Ploymers (örneğin; photoresist, wax, epoxies)' i ve aynı zamanda Al' u $5\text{NH}_4\text{OH}:1\text{H}_2\text{O}_2$, 120°C de temizler. SiO_2 , SiN, Si gibi yapıları ise temizlemez (47).

Islak kimyasal temizleme 30 yıldan fazla yarıiletken endüstrisinde çalışmaların ana temelini oluşturur. 1965' de Werner Kern ve 1970' de David Puotinen, Silisyum

yüzeylerin ıslak kimyasal temizlenmesinde ilk sistematik çalışmalarını oluşturmuş ve yayınlamıştır (48). Bu yaklaşım endüstride başarılı olarak adapte olduğundan dolayı 30 yıldan beridir RCA temizleme tekniği adı altında kullanılmaktadır. RCA tipli temizleme iki adımı içerir. Standart temizlemenin birinci adımı (Standart Cleaning 1, SC1) sık olarak kullanılan $\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ (~10dk için) banyosunda temizlemedir. Bu adımda ana amaç organik kirliliği ve parçacıkları çıkarmaktır. Standart temizlemenin ikinci adımı ise (Standart Cleaning 2, SC2) $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ (~10dk için) karışımı kullanarak yapılan temizlemedir. Bu adımın amacı ise metalik kirliliği kaldırmaktır.

Kullanılmaya hazır (Ready to use) GaAs alttaş için ıslak kimyasal temizleme sürecini araştırdık. GaAs wafer' ını kullanmaya hazırlamak için NH_4OH karışımı (parçacık ve metalleri çıkarmak için ıslak kimyasal temizlemenin birinci adımı olarak), ve asitik peroksit karışımı (kalan metalik kirlilikleri çıkarmak ve oksit tabaka oluşumunu kontrol etmek için ıslak kimyasal temizlemeyi ikinci adım olarak) kullanılır. Parçacıksız, metalsiz ve zengin As-oksit'li yüzey bu çalışmada kullanılan NH_4OH karışım oranı, takiben HCl karışımı ikinci adım olarak ıslak kimyasal temizleme solüsyonu kullanarak elde edilir. Metal-kirlilikler, yansımali (reflection) x-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) ile analiz edilir. Oksit oluşumun karakterizasyonu XPS ile oluşturulur. Yüzey morfolojisi ve oksit tabaka kalınlığı, sırasıyla 0,95 nm' li çok ince yüzey pürüzlülüğü ve yaklaşık 2nm değişmez oksit kalınlık gösteren AFM ve ellipsometre ile gözlenir (49).

Bütün III-V aletlerin performansı hem alttaş yüzeyinin kalitesine hem de içinin (bulk) yüksek derecede mükemmelliğine bağlıdır. Parlaklığının kalitesi ve alttaş yüzeyin temizlenmiş hali GaAs üzerine MBE ve MOCVD ile tabaka büyütmesinde oldukça öneme sahiptir. Kimyasal temizleme işlemleri ince tabaka (wafer) büyütmenin ön işlemi olarak yaygın bir şekilde kullanılır. Bu işlemleri yapmaktaki amaç, metalik kirlilik olmayan yüzey, parçacık olmayan yüzey ve çok ince oksit tabakadır. Bununla birlikte, eğer oldukça iyi kontrol edilmiş şartlar oluşturulmazsa, böyle işlemler kolayca yüzey yapısını bozabilir. Bu yüzden termal temizlemede

GaAs ince tabakaya ihtiyaç var. Yüksek kalitede (epi-layer) büyütme tabakasına ulaşmak için alttaş yüzeyi için üç şartın sağlanması gerekir.

1. Metal ve yüzey parçacıkları serbest hale getirilmeli
2. Termal temizleme işleminden sonra yüzeydeki oksit tabakası tamamen çıkmalı
3. Düz bir yüzey oluşturulmalı

(1) şartı ıslak temizleme ile elde edilebilir. GaAs' da ısıtma ile temizlemede sıcaklığı 580 °C üzerine çıkarmayla doğal oksitler çıkarılır. (2) şartı yüksek sıcaklıkta termal temizleme ile gerçekleştirilebilir. Bununla birlikte böyle bir temizleme metodu (3) şartının oluştuğu anlamına gelmez. İnce tabaka reaksiyona girmeyen atmosferde paketlenirse de, Ga ve As oksitlerin doğal farklılığı yüzünden paketlenmeden önce istenmeyen değişime girebilmesinden doğal oksit henüz oluşmuştur (50). Yüzey oksitlenmelerin azalması, özellikle GaAs temizlenmiş (epi-ready) alttaş yüzeyi üzerine Ga_2O_3 tabakası termal temizleme ile GaAs yüzeyine de oksitleme yapmak gereklidir, çünkü Ga_2O_3 ü As_2O_3 ile karşılaştırıldığında ısıtarak sökmek oldukça zordur (51). Dahası, Prior ve arkadaşları (52), yüzey oksidinin çıkması sırasında uçucu Ga_2O ' in (suboksit) oluştuğunu gösterdiler. Bu süreç GaAs alttaş yüzeyinde mevcut Ga kaynağına ihtiyaç olduğunu gösteriyor: $4GaAs(s) + Ga_2O_3 \rightarrow 3Ga_2O(g) + 2As_2(g)$. Oksit çok ince olduğunda alttaşın reaksiyonu ile yüzey boyunca Ga_2O ' i oluşur. Bununla birlikte oksit tabaka kalın olduğunda oksitin çıkışı daha yavaş ve oksit tabakada zayıf noktalar oluşur. Sonuç olarak, oksitin çıkması yama gibi ve küçük oksit adaları yaratılabilir (53).

Metalsiz yüzey, parçacıksız yüzey ve GaAs alttaşın kontrol edilmiş oksit tabakası, asit peroksit karışımı ve/veya alkali peroksit gibi ıslak kimyasal temizleme sürece bağlıdır. Islak kimyasal temizleme süreci sırasında kontrol edilmiş GaAs ince tabakasının (wafer) oksit tabakası ve serbest yüzey kirliliği arasında yakın ilişki vardır.

İyi biliniyor ki aletlerin mükemmelliğine, niteliğine ve yarıiletken devrelerin oluşumuna ince tabaka (wafer) üzerindeki parçacık safsızlılığı ve kimyasal kirliliğin varlığı etki eder. İnce tabaka (wafer) temizlenmesindeki amaç alttaş yüzeyine zarar vermeksizin yarıiletken yüzeyinden kimyasal kirlilikleri ve parçacıkları çıkarmaktır.

Atomik şekilde, iyonik şekilde ve molekül şeklindeki gibi birkaç kirlilik şekli vardır. İnce tabaka (wafer) yüzeyi üzerinde moleküler tabaka kirlilikleri, etkili temizlemeyi engeller ve üretilen malzemenin fonksiyonunu bozar. İyonik kirlilik yarıiletkende büyük problemlere neden olur. Sıcaklığın yükselmesi sırasında bunlar yarıiletken gövde içine yayılabilir, elektriksel kusurlara ve aletin bozulmasına sebep olur. Kimyasal süreçte de ağır metal, alkali metal ve hafif metaller gibi metalik kirlilikler özellikle yarıiletken aletlerin performansında zararlıdır. Yarıiletken ince tabakalar üzerinde metal kirlilikler buhar içinde epitaxial tabakaların büyütülmesinde yapı kusurlarına yolaçar.

Çizelge 4.2. Bu çalışmada kullanılan Islak kimyasal temizleme (WCP) süreçleri

WCP1	WCP2	WCP3	WCP4	WCP5
$\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ 1:1:100 Batırma	$\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ 1:1:100 Batırma	$\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ 1:1:50 Batırma	$\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ 1:1:100 Batırma	$\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ 1:1:100 Batırma
$\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ 1:1:30 Batırma	$\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ 1:0.5:100 Batırma	$\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ 1:1:30 Batırma	$\text{HF}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ 1:1:30 Batırma	$\text{HOC}(\text{CO}_2\text{H})(\text{CH}_2\text{CO}_2\text{H})_2:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ 30:1:100 Batırma
Kurutma	Kurutma	Kurutma	Kurutma	Kurutma

Not: WCP süreçleri oda sıcaklığında gerçekleştirildi

Çizelge 4.3. Farklı ıslak kimyasal süreçlere göre toplam görüntü X-ışın flüoresans spektroskopi (TXRF) ile yüzeyde ölçülen metal safsızlıklar. Yüzeyde kalan kirlilikler ($\times 10^{10}$ atom/cm²)

WC	Cu	Au	S	Cl	Si	Fe	Ti	Zn	Ca	Ni
WCP1	1264	7	19	91	94	8	ND	ND	6	5
WCP2	876	9	15	74	267	3	ND	ND	ND	4
WCP3	12	5	13	37	48	1	ND	ND	ND	2
WCP4	628	15	16	50	24	40	ND	ND	ND	7
WCP5	1202	8	19	95	77	4	ND	ND	ND	3

Not: Islak kimyasal temizleme süreçleri (WCP)

Yüzeyin metal içerikleri son ıslak temizleme süreci kimyasına bağlıdır. Literatüre göre çizelge 4.3' de gösterilen, toplam görüntü X-ışın flüoresans spektroskopi (TXRF) ile ölçülen hazırlanmış farklı kimyasal temizleme süreçleri ile GaAs ince tabakasının yüzeyinde kalan metal kirliliklerin sonucudur. Çizelge 4.2' de gösterilen GaAs yüzeyinin gerekli olan en etkili oksit tabakasının ve yüksek seviyede temizlenmiş duruma ulaşmak için birkaç temizleme yaklaşımı veya kombizasyonu vardır. Kullanılan alkali peroksit karışımın içeriği (54) NH₄OH, H₂O₂ ve H₂O olarak bilinen RCA (The Radio Corporation America) standart temizleme 1' dir (SC1). Pek çok metal içeriği; Cu, Au, Ni, Co, Cr, Zn, v.s, SC1 çözeltisinde çözünüyor ve yüzeyden çıkıyor. NH₄OH sistemi ile parçacıksız yüzey elde edildi. Asit peroksit karışımın içeriği olan HCl (veya HF, veya HOC(CO₂H)(CH₂CO₂H)₂), H₂O₂ ve H₂O ise Standart temizleme 2 (SC2)' dir. Bu çözelti, alkali iyonlar Al³⁺, Fe³⁺, Mg²⁺ gibi, hidroksitler Al(OH)₃, Fe(OH)₃, Mg(OH)₃, Zn(OH)₂ gibi ve kalan Cu ve Au gibi metaller SC1 ile tamamen çıkartılamıyor. GaAs ince tabakasından Cu ve Au gibi soy metalleri yüksek elektronegatiflikten dolayı çıkartmak zordur. GaAs ince tabakasını (wafer) temizlemek için çeşitli temizleme çözeltileri üzerinde araştırma yapıldı. Metalik safsızlık üzerinde elektriksel yük ve wafer yüzeyi üzerinde elektrik alana bağlı coulomb kuvvetiyle metalik safsızlığın GaAs wafer yüzeyine bağlanması için, soy metal özellikle Cu elementi, GaAs' dan elektron söker. Bu soy metaller, standart temizleme 2 (SC2) ile NH₄OH, HCl, HF ve sitrik asit ile çıkartılması denendi.

Literatürde yapılan çalışmada verilen ıslak temizleme şartları arasında HCl' lı bazlı oranıyla karıştırılmış çözeltide, Cu içerikler ve diğer pek çok elementler dikkate değer bir şekilde azalmıştır. HCl ve HF gibi yüksek elektronegatifli asitik oksidasyon, GaAs yüzeyindeki Cu' dan elektron söker ve sonra Cu, Cu^{2+} olur ve doğal olarak Cu^{2+} kolayca yüzeyden çözünür ve sonra GaAs yüzeyin oksidasyon, Cu' nun tekrar bağlanmasını önler.

Yüksek kalitede katlı tabakaya ulaşmak için tabaka büyütme (epitax) süreci boyunca yüzeydeki oksit tabakaların kolayca çıkması ve düz bir yüzeyin oluşması gerekir. Yüzey pürüzlülüğü ve oksitlenme üzerine GaAs alttaşa (substrate) ıslak kimyasal çözeltinin etkisi araştırıldı. Çizelge 4.4, farklı kimyasal süreçlerde AFM ve XPS ile ölçülen yüzey pürüzlülüğünü ve kimyasal oranı göstermektedir. Oranlardaki oksitler

numunedeki ($As_{\text{oksit}}=As_2O_3 + As_2O_5$) bütün oksitleri içerir. Kimyasal temizleme sonrası yüzeyi oluşturan elementler farklıdır. Bu yüzey durumların farklılığı her elementin aktifliğine göre oksit tabakanın oluşumunu etkiler. Örneğin, As elementi Ga elementine göre oksijenle daha fazla reaksiyona girer. Farklı temizleme yöntemi ile yüzey içeriği farklı olsa da doğal oksit kalınlığı literatürde yapılan bu çalışmada bütün numuneler için değişmedi ve yaklaşık olarak 2 nm olarak kaldı.

Çizelge 4.4. Farklı ıslak kimyasal süreçlere göre X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) ve AFM ile ölçülen yüzey pürüzlülüğü ve kimyasal oranlar

WCP	Ga _{oxide} /As _{oxide}	Ga _{GaAs} /As _{GaAs}	Ga _{Total} /As _{Total}	Yüzey pürüzlülüğü(rms, nm)
WCP1	1.08	0.57	0.71	1.34
WCP2	0.71	0.60	0.63	1.37
WCP3	0.57	0.60	0.59	0.95
WCP4	0.47	0.65	0.58	1.72
WCP5	0.81	0.55	0.62	1.30

Not: Islak kimyasal temizleme süreçleri (WCP).Yüzey pürüzlülüğü 20 μm x 20 μm aralığında gözlemlendi.

Ga, suda veya alkali çözeltilerde zayıf reaksiyona girer. As, Ga ile karıştırılırsa; As, su, alkali çözeltilerde veya asitlerde birdenbire aktifleşmez yani bağlanmaz. Ga oksiti suda durgundur ve çözünmez, As ise çözünebilir. Ga oksiti asitik çözeltide zayıfça (az) çözünürken, As ise çözünmeden kalır. Bu yüzden asit çözeltisinde işleminden geçtikten sonra hava içerisinde As' in birdenbire As oksit içinde değişebilirliğinden, As oksitin büyük oranı yüzeyde kalır. Literatürde yapılan bu çalışmada yüksek sıcaklıkta kolayca çıkartılabilen, NH₄OH karışım ve takiben özel oranlı HCl karışım çözeltisi ile 0,95 nm yüzey pürüzlülüğüne sahip zengin ince As oksitli bir yüzey elde edilir (55).

4.3.3 Numune Hazırlama

AFM yüzey pürüzlülüğü analizi için numune iki aşamalı temizlikten geçti; temizliğin ilk aşamasında, NH₄OH+H₂O₂+H₂O (1:1:50) solüsyonu numuneye 2 dakika

uygulandıktan sonra deiyonize su ile yıkandı. İkinci aşamasında ise, HF+H₂O₂+H₂O (1:1:30) solüsyonu 3 aynı numuneye 20, 40 ve 90 s' lik sürelerle uygulandı. Yüzeyi temizlemek için bu solüsyonları kullanmamızın nedeni kullanılan alkali peroksit karışımının içeriği (39) NH₄OH, H₂O₂ ve H₂O olarak bilinen RCA (The Radio Corporation America) standart temizleme 1' dir (SC1). Pek çok metal içeriği; Cu,

Au, Ni, Co, Cr, Zn, v.s, SC1 çözeltisinde çözünüyor ve yüzeyden çıkıyor. Bu aynı zamanda standart temizleme 1 (SC1) çözeltisi parçacıksız yüzey yapmada etkilidir. NH_4OH sistemi ile parçacıksız yüzey elde edildi. Metalik safsızlık üzerinde elektriksel yük ve wafer yüzeyi üzerinde elektrik alana bağlı coulomb kuvvetiyle metalik safsızlığın GaAs wafer yüzeyine bağlanması için, soy metal özellikle Cu elementi, GaAs' dan elektron söker. Bu soy metaller, standart temizleme 2 (SC-2) ile NH_4OH , HCl, HF ve sitrik asit ile çıkartılması denendi. HCl ve HF gibi yüksek elektronegatifli asitik oksidasyon, GaAs yüzeyindeki Cu' dan elektron söker ve sonra Cu, Cu^{2+} olur ve doğal olarak Cu^{2+} kolayca yüzeyden çözünür ve sonra GaAs yüzeyin oksidasyon, Cu' nun tekrar bağlanmasını önler. Bu iki aşamalı temizlikten sonra numune STM/AFM cihazına transfer edildi. Cihazda da vakum (3.4×10^{-10} mbar) altında ısıtılmalardan geçirildi. İlk olarak 370°C ' de numune 30 dakika ısıtılma maruz bırakılıp, cihaza transfer esnasında yüzeyde oluşabilecek AsO gruplarının yüzeyden uzaklaşması sağlandı. Daha sonrada 30 dakika 540°C 'de ısıtılma işleminden geçirilerek GaO yüzeyden uzaklaştırılması sağlandı. Her bir ısıtılma işleminden sonra AFM ölçümleri alındı (30).

4.3.4 Sonuç ve Tartışma

Hazırlanan ve STM/AFM cihazına transfer edilen numunelerden elde edilen AFM görüntüleri aşağıda Şekil 4.5' den Şekil 4.10' a kadar sunulmuştur. Tablo 4.5' de ise yüzey pürüzlülük değerleri verilmiştir.

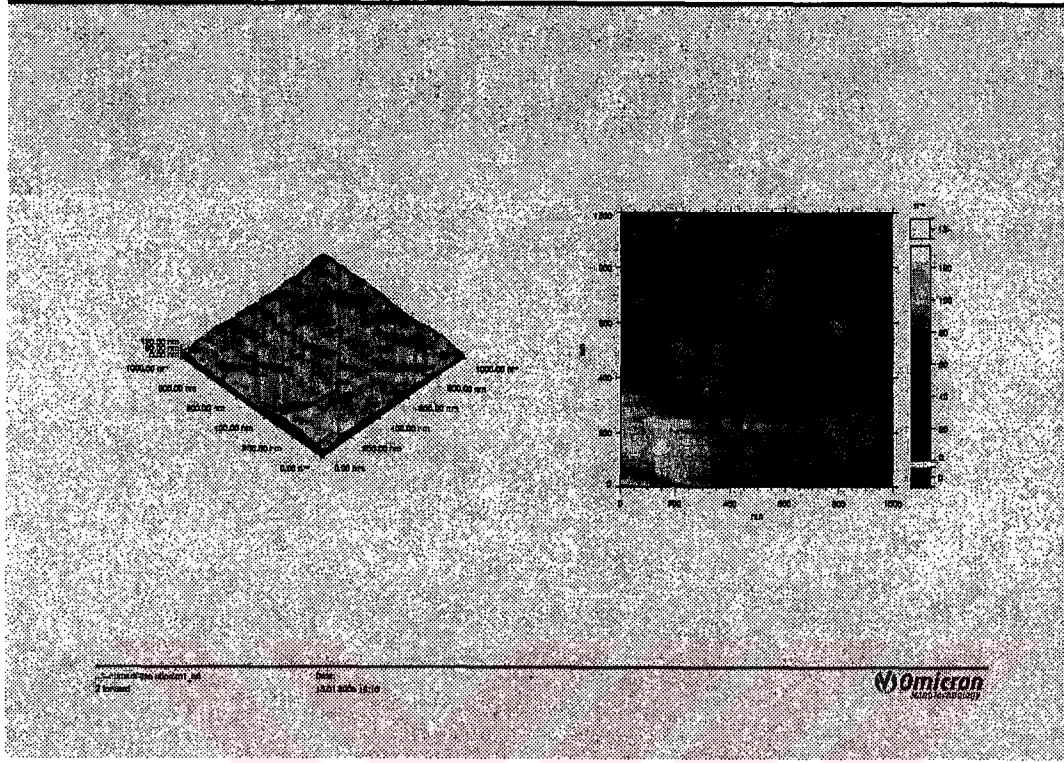
Çizelge 4.5' den görüldüğü üzere, 20 s' lik kimyasal temizlikten sonra uygulanan ısıtılma işlemde yüzey pürüzlülüğünde (RMS) anlamlı bir değişim ölçülememiştir. Bunun nedeni olarak kimyasal temizlik süresinin yeterli olmadığı olarak düşünülmüştür. Her ne kadar AsO ve GaO 'lerden ısıtılma işleminden sonra kurtulmamıza rağmen yüzeyde hala

belirgin bir pürüzlülük ölçülmüştür. 40 s'lik etch süresinde ise 370°C ' lik ısıtılma işlemde gerçekte en düşük RMS değerine ulaşılmıştır. Ancak 540°C ' deki ısıtılma işleminden sonra halen yüzeyde kararlı bir RMS değerine ulaşılammıştır. 90 s'lik

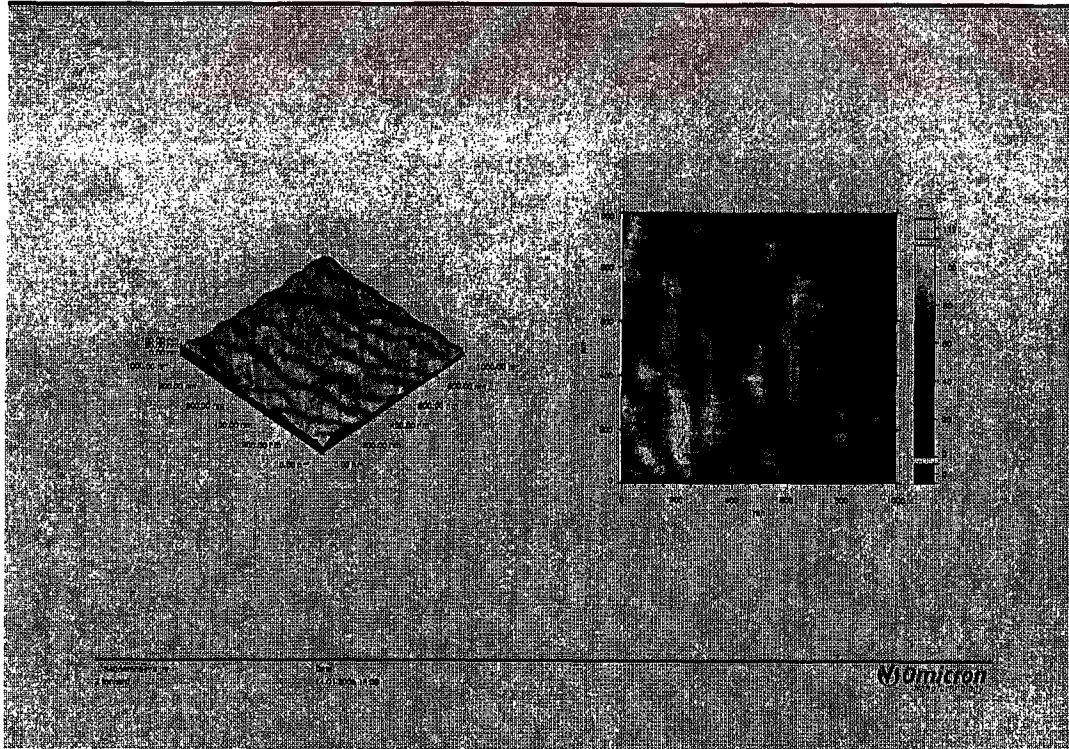
etch süresinde ise 370 °C ve 540 °C 'lik ısıt işlemlerden sonra RMS değerinde ki değişimin 1 nm' den az olduğu ölçülmüştür. Bu değerler paralelinde kimyasal temizleme süresinin 40 s ile 90 s arasında olması uygun olduğu görülmüştür. Bu sonuç, daha yüksek temizleme sıcaklığı pürüzsüz yüzey oluşumunda daha etkili olması diğer gruplar tarafından alınan sonuçlarla uyum içinde olduğu gözlenmiştir (39). Fakat temizleme oranı ve yüzey morfolojisi arasındaki ilişki tam olarak açıklığa kavuşturulamamıştır (40).

Çizelge 4.5. Isıl ve kimyasal temizleme süresine göre RMS değerinin değişimi

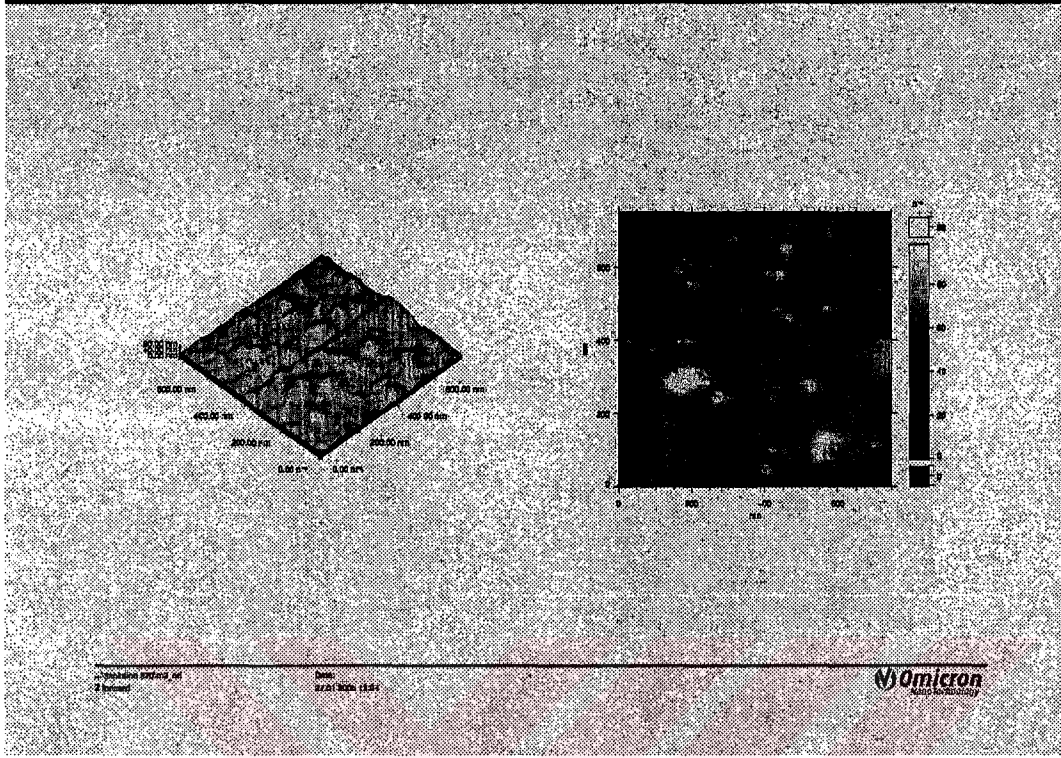
Zaman (s)	370 °C	540 °C
	RMS (nm)	RMS (nm)
20	21.02	20.12
40	10.86	15.10
90	15.99	15.10



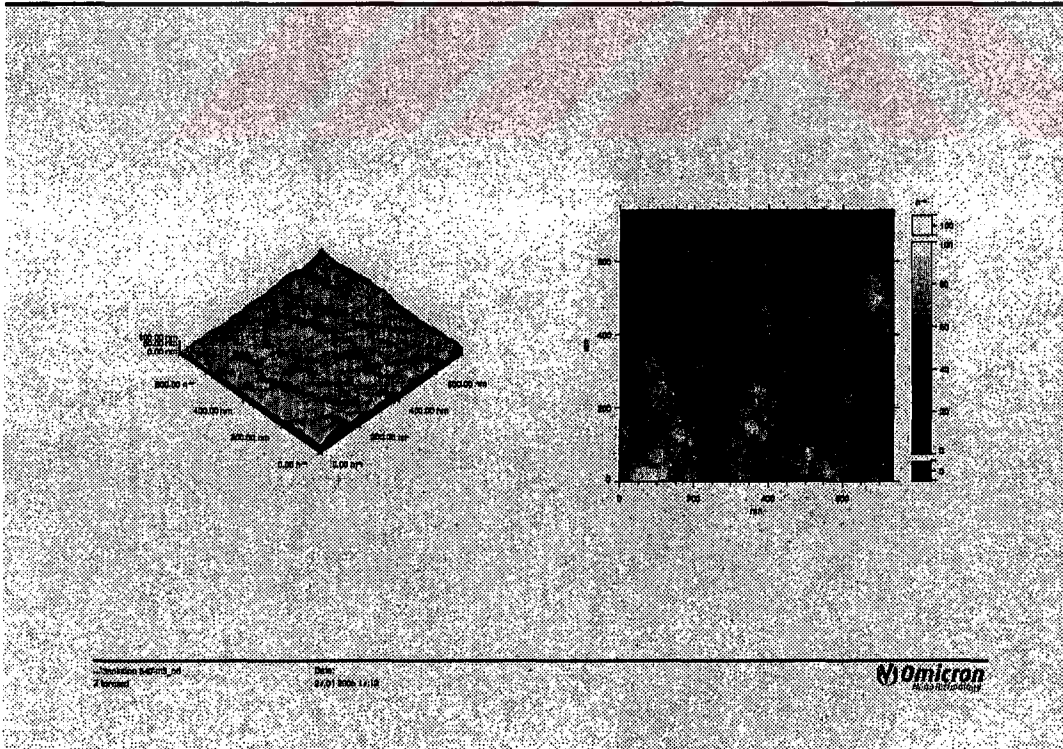
Şekil 4.5. 20 s kimyasal temizleden ($\text{HF}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{H}_2\text{O}$ (1:1:30)) sonra 370 °C' ye ısıtıldı



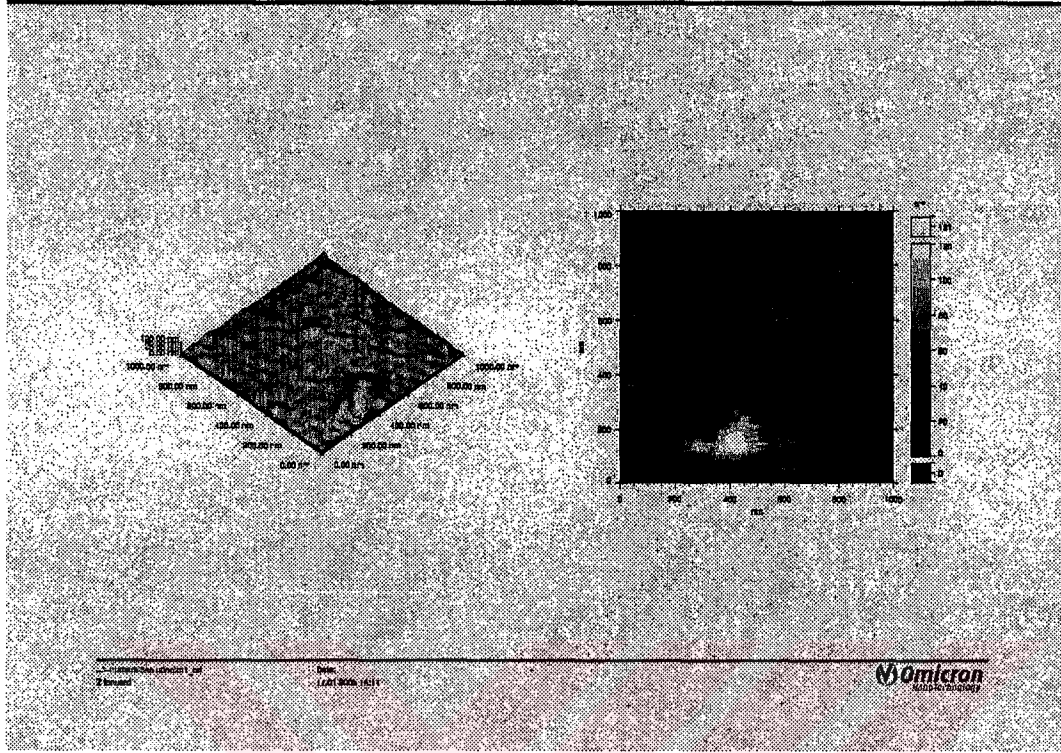
Şekil 4.6. 20 s kimyasal temizlemeden ($\text{HF}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{H}_2\text{O}$ (1:1:30)) sonra 540 °C' ye ısıtıldı



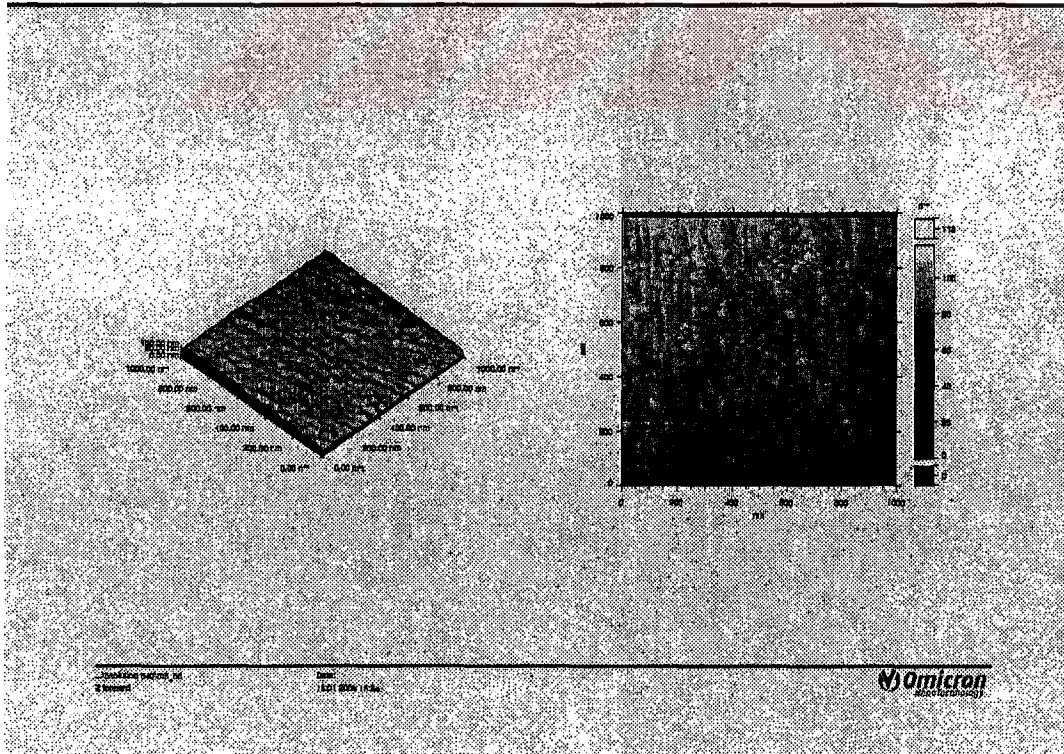
Şekil 4.7. 40 s kimyasal temizlemeden ($\text{HF}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{H}_2\text{O}$ (1:1:30)) sonra 370 °C' ye ısıtıldı



Şekil 4.8. 40 s kimyasal temizlemeden ($\text{HF}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{H}_2\text{O}$ (1:1:30)) sonra 540 °C' ye ısıtıldı



Şekil 4.9. 90 s kimyasal temizlemeden ($\text{HF}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{H}_2\text{O}$ (1:1:30)) sonra 370 °C' ye ısıtıldı



Şekil 4.10. 90 s kimyasal temizlemeden ($\text{HF}+\text{H}_2\text{O}_2+\text{H}_2\text{O}$ (1:1:30)) sonra 540 °C' ye ısıtıldı

5. SONUÇ VE GELECEK ÇALIŞMALAR

Burada elde edilen sonuçlar paralelinde MBE’de büyütülen numunelerin yüzey pürüzlülük araştırılmasına devam edilecektir. MBE’den gelecek olan numuneler için standart bir kimyasal temizlik yöntemi tayin edilmeye çalışılacaktır. STM için gerekli olan düz yüzey şartları sağlandıktan sonra atomik yüzey yapıları tayin edilecektir



6. KAYNAKLAR

1. Oura, K., Lifshits, V.G., Saranin, A.A., Zotov, A.V., Katayama, M., "Surface Science", *Springer*, Osaka and Vladivostok 19-37, 159-168 (2003)
2. Srivastava, J.P., Weaire, D., "The theory of cohesive energies of solid" *Advances in Physics*, 36, 463-517 (1987)
3. Binning, G., Rohrer, H., "Scanning Tunneling Microscopy- From Birth To Adolescence", *Nobel Lecture*, 389-395 (1986)
4. Burns, G., "Solid State Physics" *Academic Pres*, London England, 51-67, 674-712 (1990)
5. Kittel, C., 'Katıhal Fizikine Giriş', Karaoğlu, B., *Güven Yayıncılık*, İstanbul, 14 (1996)
6. Yu., P.Y., Cardona "Fundamentals Of Semiconductors" *Springer-Verlag Berlin Heidelberg*, Berlin 2-11 (1996)
7. Dikici, M., "Katıhal fizikine Giriş", *19 Mayıs Üniv.*, Samsun, 233-234 (1993).
8. Hook, J.R., Hall, H.E., "Katıhal Fiziği", Prof. Dr. Fevzi Köksal, Prof. Dr. Mustafa Altuntaş, Prof. Dr. Muharrem Dinçer, Yrd. Doç. Dr Engin Başaran, *Literatür Yayıncılık*, İstanbul, 11-12 (1999)
9. Çakmak, M., "Theoretical Studies of Structural and Electronic Properties of Overlayer on Semiconductor Surfaces", doktora tezi, *Exeter University fizik bölümü*, İngiltere, 1-176 (1999)
10. Srivastava, G.P., "Theory of semiconductor surface reconstruction" *Rep.Prog.Phys.*, 60, 561-613 (1997)
11. <http://www.silisyum.net> (2005)
12. Serway, A.R., "Serway, 3th ed.", K.Çolakoğlu, *Palme Yayıncılık*, Ankara, 1205-1208 (1996).
13. Spanos, L., "Studies of Silicon Surface Roughness Using Fractals, Atomic Force Microscopy and Spectroscopic Ellipsometry", doktora tezi, *University of North Carolina at Chapel Hill*, 23-29 (1994)
14. Srivastava, G.P., "Theory of semiconductor surface reconstruction", *University Of Exeter*, UK 563 (1997)
15. Duke, C.B., "Surface Science: First Thirty Years", *Amsterdam*, North-Holland 299-300, (1994)

16. Schmidt, W.G., Bechstedt, F., Srivastava, G.P., "Adsorption of group-V elements on III-V (110) surface *Surf. Sci. Reports.* 25, 141-223 (1996)
17. Lifshits, V.G., Saranin, A.A., Zotov, A.V., "Surface phases on silicon preperation", Chichester: Wiley *Structure and Properties* (1994)
18. Wu, J.L., Pan, S.Y., Lin, D.S., "Stability and mechanism of selective etching of ultra thin Ge films on the Si(100) surface upon ehtorine adsorption" *Phys. Rev. B* 69, 045308 (2004)
19. Aldao, C.M., Weaver, J.H., "Halogen etching of Si via atomic scale pocesses" *Prog. Surf. Sci.* 68, 189-230 (2001)
20. Boland, J.J., Weaver, J.H., *Phys. Today* 51 (8), 34 (1998)
21. Schlier, R.E., Farnsworth, H.E., *J.Chem.Phys* sects. 1.1,9.1, 11.1 (1959)
22. Sullivan, J.P, Graham, W.p., Tung, R.T., Schrey, F. "Pitfalls in the measurment of metal/ p-Si contacts: The effect of hydrogen passivation" *Appl. Phys. Lett.* 62, 2804 (1993)
23. Ubara, H., Imura, T., Hiraki, A. "Formation of Si---H bonds on the surface of microcrystalline silicon covered with SiO_x by HF treatment" *Solid State Commun*, 50, 673. (1984)
24. Yablonovitch, E., Allara, D.L., Chang, C.C., Gmitter, T., Bright, T.B., *Phys .Rev.Lett.* 57,249. Sects. 11.1, 14.2. (1986)
- 25.Grundner, M., Tacob, H., *Appl.Phys.A* 39,73.Sect. 11.1, 14.2.3 (1986)
26. Hsiao, G.S., Virtanen, j.A., Penner, R.M. " Scanning tunneling microscoby investigation of the Si(111) topography produced by etching in..." *Appl.Phys.Lett.* 63, 1119. (1993)
27. Binnig,G., Rohrer, H., Gerber, Ch., Weibel, E. *Physica 107 A&A*, 1335. sects. 1.1, 11.2.1 (1982a)
28. Binnig,G., Rohrer, H., Gerber, Ch., Weibel, E., "Tunneling through a controllable vacuum gap" *Appl. Phys. Lett.* 40, 178. Sects. 1.1, 11.2.1 (1982b)
29. Binnig,G., Rohrer, H., Gerber, Ch., Weibel, E. "Surface studies by scanning tunneling microscopy" *Phys. Rev. Lett.* 49,57-61. sects. 1.1, 11.2.1 (1982c)
30. Yariletken Araştırma Laboratuvarı (STM), *Gazi Üniversitesi Ankara* (2004)
- 31.Takayanagi, Y., Tanisihiro, Y., Takashashi, S., Takashashi, M., "Structure analysis of Si(111)-7x7 reconstructed surface by transmission electron diffraction" *Surf. Scci.* 164, 367 (1985)

32. Drathen, P., Ranke, W., Jacobi, K., *Surface Science* 328, L561
33. Cho, A.Y., Cheng, K.Y., "Growth of extremely uniform layers by rotating substrate holder with molecular beam epitaxy for applications to electro-optic and microwave devices" *Appl. Phys. Lett.* 38, 360 (1981)
34. Itoh, S., Tomiya, S., Imoto, R., Ishibashi, A., "Heterointerface control of ZnSe based II-VI laser diodes" *Appl. Surf. Sci.* 117/118, 719 (1997)
35. Aspnes, D.E., Studna, A.A., "Stability of (100) GaAs surface in aqueous solutions" *Appl. Phys. Lett.* 46, 1071 (1985)
36. Ingre, S., Lau, W.M., McIntyre, N.S., "An x-ray photoelectron spectroscopy study on ozone treated GaAs surface" *Journal Vac. Sci. Technol. A*, 4, 984-988 (1986)
37. Yarıiletken Araştırma Laboratuvarı (MBE), *Gazi Üniversitesi Ankara* (2004)
38. Kang, M.G., Park, H.H., "Surface preparation and effective contact formation for GaAs surface" *Vacuum* 67, 91-100 (2002)
39. Moon, E.A., Lee, J.L., Yoo, H.M., *J. Appl. Phys.* 84, 3933 (1998)
40. Kim, M., Kim, D., Lee, S., Kwon, O., *J. Appl. Phys.* Vol. 96 (2004)
41. Tong, M., Balleger, D.G., Ketterson, A., Roan, E.J., Cheng, K.Y., Adesida, I., *J. Electron. Mater.* 21, 9 (1992)
42. Pearton, S.J., Hobson, W.S., Abernathy, C.R., *Plasma Chem. Plasma Proc.* 13, 311 (1993)
43. Kim, J.H., Lim, D.H., Yang, G.M., "Selective etching of GaAs and AlGaAs/GaAs structures using the solutions of citric acid/H₂O₂ and de-ionized H₂O/buffered oxide etch" *J. Vac. Sci. Technol. B* 16, 558 (1998)
44. DeSalvo, G.C., Tseng, W.F., Comas, J., *J. Electrochem. Soc.* 139, 831 (1992)
45. F. Ali, Artech House, Dedham, Ma "See for example HEMT's and HBT's", (1991); S.J. Pearton, C.R. Abernathy, and F. Ren, "also Topics in Compound Semiconductor", *World Scientific*, Singapore (1996)
46. Juang, C., Kuhn, K.J., Darling, R.B., "Selective etching of GaAs and Al_{0.3}Ga_{0.7}As with citric acid/hydrogen peroxide solutions" *J. Vac. Sci. Technol. B* 8, 1122-1124 (1990)
47. www.wam.umd.edu/~browns/wetetch.html (2005)

48. Kern, W.A., Puotinen, D.A., "Cleaning Solutions Based on Hydrogen Peroxide for use in silicon Semiconductor Tech.", *RCA Review*, Vol. 31, P.187 (1970)
49. Song, J.S., Choi, Y.C., Seo, S.H., Oh, D.C., Cho, M.W., Yao, T., Oh, M.H., "Wet Chemical Cleaning Process Of GaAs Substrate For Ready-To-Use" *Science Direct* 98-101 (2003)
50. Storm, W., Wolany, D., Schroder, F., Wiedmann, L., "Analysis of stoichiometry and oxide growth of Hf treated GaAs(100) by x-ray photoelectron spectroscopy and time-of-flight secondary ion mass spectrometry" *J. Vac. Sci. Technol. B* 12, 147 (1994)
51. Yamada, M., Ide, Y., Tone, K., *Jpn. Journal. Appl. Phys.* 31 (part 2) L 1157 (1992)
52. Prior, K.A., Davies, G.J., Heckingbottom, R., *Journal of Crystal Growth* 66 ,55 (1984)
53. T. Van Buuren, T.V., Weilmeier, M.K., Athwai, I., Colbow, K.M., Mackenzie, J.A., "Oxide thickness effect and surface roughening in the desorption of the oxide from GaAs" *Appl. Phys. Lett.* 59, 464 (1991)
54. Kern, W., *J. Electrochem. Soc.* 137, 1887 (1990)
55. Song, J.S., Choi, Y.C., Seo, S.H., Oh, D.C., Cho, M.W., Yao, T., Oh, M.H. "Wet chemical cleaning process of GaAs substrate for ready-to-use" *Journal of Crystal Growth* 264, 98-103 (2004)

ÖZGEÇMİŞ

Demet USANMAZ 1982 yılında KIBRIS/Lefkoşa' da doğdu. İlk öğrenimini Yedidalga İlk Okulu' nda, orta öğrenimini Lefke Gazi Lisesi' nde, lise öğrenimini de Lefkoşa' da 20 Temmuz Fen Lisesi' nde tamamladı. 1999 yılında girmiş olduğu 19 Mayıs Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik bölümünden 2003 yılında mezun oldu. 2003-2004 güz döneminde Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalında yüksek lisans programına başlandı.

