

Ag(111) ve Au(111) Yüzeyleri Üzerinde Süpersonik Moleküler Işın Tekniđiyle Üretilen Pentacene İnce Filmlerin, Kuvars Kristal Mikro Terazı ve Helyum Atomu Difraksiyonu Teknikleri ile İncelenmesi ve Optimizasyonu

Proje No: 107T408

Yrd. Doç. Dr. M. Fatih Danıřman

ŐUBAT 2011
ANKARA

Önsöz

Son yıllarda organik yarı-iletkenler, elektronik cihaz uygulamalarında kullanılmaya müsait özellikleri nedeni ile yoğun bir şekilde araştırma konusu haline gelmiştir. Pentasen diğer organik yarı-iletkenlere nazaran sahip olduğu bir takım üstünlükler nedeniyle, birçok çalışmaya konu olmuş/olan model bir sistem haline gelmiştir. Fakat bunca çalışmaya rağmen Pentacene ince filmlerin, özellikle metal yüzeyler üzerindeki, büyüme dinamikleri halen tam olarak anlaşılammış ve geliştirilmeye açıktır. Bu bağlamda, özellikle organik ince film transistörlerinin performanslarının artırılması için, pentacene ince filmlerin domain boyutlarının artırılması, değişik film fazlarının tespit edilmesi ve bunların kararlılıklarının saptanması gerekmektedir. TÜBİTAK tarafından desteklenen bu projede Au(111) ve Ag(111) yüzeyler üzerindeki pentacene ince filmlerin, film kalınlığına, film büyütme esnasındaki molekül akısı ve enerjisine, ve metal yüzeyin basamak yoğunluğuna bağlı yapılarının aydınlatılması ve dolayısıyla en yüksek kaliteli filmi veren parametrelerin ortaya çıkarılması hedeflenmiştir.

İçindekiler

Önsöz.....	2
İçindekiler	3
Tablolar listesi	4
Şekiller listesi	4
Özet	7
Abstract.....	8
Giriş.....	9
Genel Bilgiler.....	9
Yöntem.....	15
a)HAK sisteminin kurulumu.....	15
b) SMD sisteminin kurlumu	18
c) KS'nin HAK sistemine eklenmesi	20
d) KKMT sürücü devresinin/sisteminin geliştirilmesi ve Inficon çökeltme monitörünün kurulumu .	28
e) Kuvars kristaller üzerinde altın ve gümüş filmlerin büyütülmesi.....	33
f) Ag(111) yüzeyleri üzerinde pentasen filmlerin büyütülmesi.....	33
Bulgular ve tartışma	34
a) Kuvars kristaller üzerinde altın ve gümüş filmlerin büyütülmesi.....	34
b) Pentasen filmlerin helyum kırınımı ile araştırılması	40
Sonuç.....	48
Referanslar	50

Tablolar listesi

Tablo 1 Değişik kuvars kristallerin özelliklerini ve ölçülen kalite faktörlerini gösteren tablo. .29	
Tablo 2 Değişik deney koşulları için ODTÜ-KKMT sistemi ve ICM p-c kristal ile ölçülen çökeltme hızı. Demet biçici=1 demet biçicinin dönüyor olduğuna, Demet biçici=0 ise biçicinin açık konumda sabit olduğuna işaret etmektedir. KS=1 KS'nin demet yolu üzerinde olduğuna, KS=0 ' KS'nin demet yolu dışında olduğuna işaret etmektedir.30	
Tablo 3 Değişik deney koşulları için Inficon çökeltme monitörü ile ölçülen çökeltme hızı. Demet biçici=1 demet biçicini dönüyor olduğuna, Demet biçici=0 ise biçicinin açık konumda sabit olduğuna işaret etmektedir. KS=1 KS'nin demet yolu üzerinde olduğuna, KS=0 KS'nin demet yolu dışında olduğuna işaret etmektedir.30	

Şekiller listesi

Şekil 1 (a) Düz (dolu kareler) ve basamaklı (boş kareler) Ag(111) yüzeyleri üzerinde 200 K yüzey sıcaklığında helyum aynasal yansıma şiddetinin Pentasen kaplama süresine göre değişimi. Normalize edilmiş aynasal yansıma şiddetinin kaplanma oranına göre değişimi, kaplamanın erken (b) ve geç (c) dönemleri için iç figür olarak verilmiştir. Kaplanma oranı düz yüzey için "4" numaralı noktayı, basamaklı yüzey için ise "A" noktasını 1 tek tabaka (1 monolayer) kabul ederek hesaplanmıştır. Danisman, Casalis et al., 2005'dan çoğaltılmıştır.13	
Şekil 2 Şekil 1'de gösterilen noktalarda kaydedilen helyum kırınım desenleri.13	
Şekil 3 Birinci pentasen tabakası (a) ve üst tabakalar için üstten (b) ve yandan (c) önerilen kristal yapıları.14	
Şekil 4 a) HAK sisteminin hali hazırdaki konfigürasyonunu gösteren şema. b) Kırınım odacığının detaylı yapısı.16	
Şekil 5 HAK sisteminin (Deney odası) Ocak 2011 tarihli görüntüsü. (1): 1 numaralı vakum odacığı, (2): 2 numaralı vakum odacığı (a: saçılma odacığı, b: pompa odacığı), (3): 3 numaralı vakum odacığı, (4) KS, (5) Inficon çökeltme monitörü.17	
Şekil 6 HAK sisteminin kontrol elektroniği bileşenleri. SMD odacığı (1) helyum demeti odacığı (2) ve kırınım odacığı (3) basınç göstergeleri. (4) Helyum demet biçici kontrolcüsü, (5) Eşzamanlı Amplifikatör (EA) helyum kırınım sinyali için, (6) Sıcaklık monitörü, (7) SMD biçici kontrolcüsü, (8) Örnek sıcaklık kontrolcüsü, (9) helyum demeti kaynağı sıcaklık kontrolcüsü, (10) SMD kaynağı ısıtıcısı, (11) Inficon çökeltme monitörü kontrolcüsü, (12) Örnek gonyometre motor kontrolcüsü, (13) KKMT sürücü devresi elemanları [(a) Eşzamanlı Amplifikatör (EA), (b) frekans sentezleyici, (c) amplifier/rectifier, (d) veri toplama kartı], (14) KS kontrolcüsü, (15) Argon saçtırma tabancası kontrolcüsü, (16) Tüm sistemi kontrol eden bilgisayar.17	
Şekil 7 HAK sisteminin (Makine odası) Ekim 2008 tarihli görüntüsü (sağdaki iki resim). (1): Elektrik panosu, (2): Trafo, (3): 1 ve 2 numaralı vakum odacıklarını besleyen mekanik pompa seti, (4): 3 numaralı vakum odacığını besleyen mekanik pompa seti, (5): Kapalı devre helyum soğutucularını besleyen kompresör, (6): Bolometre detektörü besleyen mekanik pompa seti, (7): Difüzyon pompaları ve helyum kompresörü için soğutma suyu temin eden soğutucu ünitesi. Sisteme sonradan takılan 80 KVA'lık kesintisiz güç kaynağının görünümü (soldaki resim)18	
Şekil 8 HAK sistemi için gelen helyum demeti şiddeti dağılımı grafiği. Orijinal (tekrar kurulum öncesi) değerler siyah, güncel değerler ise kırmızı noktalar ile gösterilmiştir. Farklı y eksenli değerlerine dikkat ediniz.18	
Şekil 9 SMD kaynağı odacığının son hali. Manipulatör flanşı (sol), SMD kaynağı (orta) ve demet şekillendirici elemanlar (sağ).19	
Şekil 10 Organik demet yolunu ve bu yol üzerindeki sistem bileşenlerin gösteren şema.20	
Şekil 11 Organik moleküler demet yolu üzerindeki sistem bileşenlerini gösteren resim.21	

Şekil 12 Helyum UZ'nin demet kırıcı frekansıyla değişimi gösteren grafik. Bu grafiğin eğimi demet kırıcı açık konumu ile optik anahtar açık konumu arasındaki açısal farkı vermektedir.	
b) Helyum UZ'nin optik anahtar devresi sinyal seviyesiyle değişimini gösteren grafik. C) Helyum UZ'nin SMD kaynağı meme sıcaklığıyla değişimini gösteren grafik.	23
Şekil 13 Değişik deney parametrelerinin oda sıcaklığındaki SMI kaynağı için helyum uçuş zamanına etkileri a) UZ'nin SMI kaynağındaki helyum basıncıyla değişimi. Bu ölçümlerde kullanılan SMI kaynağı memesinin çapı 110 µm'dir ve ideal bir süpersonik demet için UZ kaynak basıncından bağımsız olmalıdır. B) UZ'nin KS'daki SEM-V ile değişimi. Teorik olarak SEM-V'deki 500 voltluk bir değişim UZ'yi ancak birkaç nano saniye değiştirebilir. C) UZ'nin iyon kütlesi ile değişimi. D) UZ'nin quadrupleın çözünürlüğü ile değişimi.	24
Şekil 14 Değişik parametrelerinin KS'deki helyum sinyal şiddetine etkileri: a) İyon kaynağı emisyon akımının helyum şiddetine etkisini farklı KS çözünürlük değerleri için gösteren grafik. b) KS çözünürlüğün helyum şiddetine etkisini farklı helyum kısmi basınçları için gösteren grafik. c) Helyum kısmi basıncının helyum şiddetine etkisini farklı KS çözünürlük değerleri için gösteren grafik. d) SEM-V'nin helyum şiddetine etkisini farklı İyon kaynağı emisyon akımı değerleri için gösteren grafik.	25
Şekil 15 Tipik çalışma basıncı olan 0.4 bar taşıyıcı gaz kaynak basıncında elde edilen UZ eğrileri. (a) – (b) Farklı SMD meme sıcaklıklarında, He/Pen karışım demetinden elde edilen UZ eğrilerinden iki örnek. (c) – (d) Farklı SMD meme sıcaklıklarında, Kr/Pen karışım demetinden elde edilen UZ eğrilerinden iki örnek. (e) He/Pen karışım demeti için pentasen enerjisinin sıcaklıkla değişimini gösteren grafik. Her sıcaklıktaki en düşük pentasen akı değeri o sıcaklığa ait noktanın üzerinde belirtilmiştir.	27
Şekil 16 Kuvars kristalleri sürmek için kullanılması düşünülen sistem. FS: Frekans sentezleyicisi, A/R: Amplifikatör/Rektifikatör bloğu, EA: Eşzamanlı Amplifikatör, R: Direnç.	28
Şekil 17 15 mV ta sürülen 4 farklı kristal için çıkış voltajının rezonans frekansından sapmaya bağlı değişimini gösteren kalite faktörü eğrileri. İçteki şekil aynı eğrinin rezonans frekansı etrafında büyütülmüş halini göstermektedir.	29
Şekil 18 Tablo 2'de verilen deney koşullarında, ODTÜ-KKMT devresi ile ölçülen, ICM p-c kristalin rezonans frekansında meydana gelen kaymayı gösteren grafik.	31
Şekil 19 Tablo 3'de verilen deney koşullarında, Inficon-ÇM ile ölçülen, Inficon kristalin rezonans frekansında meydana gelen kaymayı gösteren grafik.	31
Şekil 20 15 mV ta sürülen tek tarafı şevli kristalin rezonans frekansında zamanla meydana gelen kaymayı gösteren grafik.	32
Şekil 21 Ag(11,12,12) yüzeyinin şematik diagramı. Bu yüzey birbirlerinden {111} basamaklarla ayrılmış (111) teraslardan oluşmaktadır. Basamaklar [01-1] yönüne paralel, [-211] yönüne diktir. Teraslar 24 gümüş sırasından oluşmaktadır ve 58 Å genişliğindedir. Her basamak kenarındaki üst katmandaki gümüş atomları kırmızı ile alt katmandakiler mavi ile gösterilmiştir.	33
Şekil 22 Cr yapıştırıcı tabaka olmadan (A) ve yapıştırıcı tabaka ile (B) büyütülmüş altın filmlerin AKM görüntüleri. Görüntü boyutları: 10 µm x 10 µm (1), 1 µm x 1 µm (2), 500 nm x 500 nm (3).	34
Şekil 23 Ön tavlama yapmadan (A) ve yaparak (B) kuvars üzerinde elde edilen altın filmlerin AKM görüntüleri. Görüntü boyutları: 10 µm x 10 µm (1), 1 µm x 1 µm (2), 500 nm x 500 nm (3).	35
Şekil 24 70 °C (A), 250 °C (B) ve 400 °C'de (C) alttaş sıcaklıklarında, ön tavlama yapılmış çıplak kuvars üzerinde elde edilen altın filmlerin AKM görüntüleri. Görüntü boyutları: 10 µm x 10 µm (1), 1 µm x 1 µm (2), 500 nm x 500 nm (3).	36
Şekil 25 0.3 Å/s (A) ve 5.0 Å/s (B) kaplama hızında, ön tavlama yapılmış çıplak kuvars üzerinde elde edilen altın filmlerin AKM görüntüleri. Görüntü boyutları: 10 µm x 10 µm (1), 1 µm x 1 µm (2), 500 nm x 500 nm (3).	37
Şekil 26 100 nm (A) ve 50 nm (B) kalınlığında, ön tavlama yapılmış çıplak kuvars üzerinde elde edilen altın filmlerin AKM görüntüleri. Görüntü boyutları: 10 µm x 10 µm (1), 1 µm x 1 µm (2), 500 nm x 500 nm (3).	38

Şekil 27 En iyi yapıya sahip filmlerin bükülme (A), topografi (B) ve büyütülmüş topografi görüntüleri. Alttaki şekilde (C)'de gösterilen çizgi üzerinde gerçekleştirilmiş kesit analizi gösterilmektedir.	39
Şekil 28 Püskürtme-tavlama döngüleri sonucunda elde edilen temiz Ag(111) yüzeyinin helyum kırınım deseni. Bu yönde aynasal yansıma şiddetine gelen helyum şiddetinin %56'sı kadardır, farklı yönlerde bu oran %65'e kadar çıkmaktadır.	40
Şekil 29 Ag(111) yüzeyi üzerinde iki farklı enerjide büyütülen pentasen filmlerin çökeltme eğrileri ve helyum kırınım desenleri.	42
Şekil 30 Şekil 29'de verilen filmlerin desorption eğrileri (üst panel) ve 500 K'de tavlama sonucunda elde edilen filmlerin helyum saçılma eğrileri (alt panel).	43
Şekil 31 Püskürtme-tavlama döngüleri sonucunda elde edilen temiz Ag(111) yüzeyinin helyum kırınım deseni. Bu yönde aynasal yansıma şiddetine gelen helyum şiddetinin %42'si kadardır, farklı yönlerde/günlerde bu oran %47'e kadar çıkmaktadır.	44
Şekil 32 Ag(11,12,12) yüzeyi üzerinde iki farklı enerjide büyütülen pentasen filmlerin çökeltme eğrileri ve helyum kırınım desenleri.	45
Şekil 33 Farklı gümüş yüzeyleri üzerinde helyum taşıyıcı gaz ile elde edilen pentasen çoklu tabaka kırınım desenleri.	46
Şekil 34 Farklı gümüş yüzeyleri üzerinde pentasen çökeltme eğrileri.	46
Şekil 35 a) 300 K'ya ısıtma ve soğutma eğrileri ve soğuma işlemi sonunda elde edilen kırınım desenleri. b) 400 K'ya ısıtma ve soğutma eğrileri ve soğuma işlemi sonunda elde edilen kırınım desenleri.	47

Özet

Son yıllarda organik yarı-iletkenler, elektronik cihaz uygulamalarında kullanılmaya müsait özellikleri nedeni ile yoğun bir şekilde araştırma konusu haline gelmiştir. Pentasen diğer organik yarı-iletkenlere nazaran sahip olduğu bir takım üstünlükler nedeniyle, birçok çalışmaya konu olmuş/olan model bir sistem haline gelmiştir. Bu projede Au(111) ve Ag(111) yüzeyler üzerindeki pentacene ince filmlerin, film kalınlığına, film büyütme esnasındaki molekül akısı ve enerjisine ve metal yüzeyin basamak yoğunluğuna bağlı yapılarının aydınlatılması ve dolayısıyla en yüksek kaliteli filmi veren parametrelerin ortaya çıkarılması hedeflenmiştir. Bu amaçla, öncelikle laboratuvarımızda Helyum Atomu Kırınımı (HAK) ve Süpersonik Moleküler Demet (SMD) Kaplama sistemleri kurulmuş ve bu sistemlere iki farklı Kuvars Kristal Mikro Terazisi (KKMT) ve bir Kütle Spektrometresi (KS) entegre edilmiştir. Bu sistem ve ilavelerin kurulumuna paralel olarak Kuvars yüzeyler üzerinde ısı buharlaştırma ve saçırma yöntemleriyle altın ve gümüş film büyütme çalışmaları tamamlanmıştır. Projenin son aşamasında basamaklı ve düz Ag(111) yüzeyler üzerinde Pentasen filmler büyütülerek bunların özellikleri Helyum Atomu Kırınımı yöntemi ile incelenmiştir.

Anahtar kelimeler: Pentasen, Helyum Kırınımı, organik yarı iletken filmler, süpersonik moleküler demet kaplama

Abstract

Organic semi-conductors have attracted a lot of interest during the last couple of years due to their applications in organic electronic devices. Due to its advantages over other organic semiconductors pentacene thin films have been a model system and the subject of intense research. Here, we aimed to investigate pentacene thin films on Au(111) and Ag(111) surfaces as a function of film thickness, substrate step density and molecular flux and energy during deposition, in order to determine the growth parameters that yield the best film morphology. To this end, we first set up a Helium Atom Diffraction (HAD) system and a Supersonic Molecular Beam (SMB) Deposition source in our laboratory, which later were fitted with two different Quartz Crystal Microbalance (QCM) and a Quadruple Mass Spectrometer (QMS). In parallel with this setup process we investigated gold and silver thin films on AT-cut quartz crystals grown by thermal evaporation and sputtering. In the final stage of the project pentacene thin films on flat and vicinal Ag(111) were studied by means of Helium Atom Diffraction.

Keywords: Pentacene, helium atom diffraction, organic semiconductor thin films, supersonic molecular beam deposition

Giriş

Son yıllarda organik yarı-iletkenler, elektronik cihaz uygulamalarında kullanılmaya müsait özellikleri nedeni ile yoğun bir şekilde araştırma konusu haline gelmiştir. Organik yarı-iletkenler, halen üst sınıf cihazlarda inorganik eşdeğerlerinin yerine kullanılmaktan oldukça uzak olsalar bile (aslında bu beklenen bir şeyde değildir), elastikiyet, ucuz maliyet ve üretim kolaylığı gibi, silikon tabanlı usullerle sağlanması mümkün olmayan, şartlar gerektiren uygulamalarda oldukça ümit vaat etmektedirler. Bu nedenle, organik elektronik cihazların performanslarının artırılması için organik ince filmlerin büyüme dinamiklerinin anlaşılması, modifikasyonu ve optimizasyonu büyük önem arz etmektedir.

Pentacene diğer organik yarı-iletkenlere nazaran sahip olduğu bir takım üstünlükler nedeniyle, birçok çalışmaya konu olmuş/olan model bir sistem haline gelmiştir. Fakat bunca çalışmaya rağmen Pentacene ince filmlerin, özellikle metal yüzeyler üzerindeki, büyüme dinamikleri halen tam olarak anlaşılammış ve geliştirilmeye açıktır. Bu bağlamda, özellikle organik ince film transistorlarının performanslarının artırılması için, pentacene ince filmlerin domain boyutlarının artırılması, değişik film fazlarının tespit edilmesi ve bunların kararlılıklarının saptanması gerekmektedir. Bu doğrultuda literatürde birçok çalışma mevcut olup, halen bunlar arasında çelişkiler ve eksiklikler görülmektedir. Özellikle pentacene filmlerin kalınlığa bağlı fazları tam olarak anlaşılammış ve film büyütme parametrelerinin film yapısı üzerindeki etkileri sadece sınırlı bir aralıkta incelenebilmiştir. Bu projede Au(111) ve Ag(111) yüzeyler üzerindeki pentacene ince filmlerin, film kalınlığına, film büyütme esnasındaki molekül akısı ve enerjisine, ve metal yüzeyin basamak yoğunluğuna bağlı yapılarının aydınlatılması ve dolayısıyla en yüksek kaliteli filmi veren parametrelerin ortaya çıkarılması hedeflenmiştir. Bu amaçla, öncelikle laboratuvarımızda Helyum Atomu Kırınımı (HAK) ve Süperonik Moleküler Demet (SMD) Kaplama sistemleri kurulmuş ve bu sistemlere iki farklı Kuvars Kristal Mikro Terazi (KKMT) ve bir Kütle Spektrometresi (KS) entegre edilmiştir. Bu sistem ve ilavelerin kurulumuna paralel olarak Kuvars yüzeyler üzerinde ısıl buharlaştırma ve saçırma yöntemleriyle altın ve gümüş film büyütme çalışmaları tamamlanmıştır. Projenin son aşamasında basamaklı ve düz Ag(111) yüzeyler üzerinde Pentasen filmler büyütülerek bunların özellikleri Helyum Kırınımı yöntemi ile incelenmiştir.

Genel Bilgiler

Son yıllarda organik yarı-iletkenler, elektronik cihaz uygulamalarında kullanılmaya müsait özellikleri nedeni ile, yoğun bir şekilde araştırma konusu haline gelmiştir. Organik yarı-iletkenler, halen üst sınıf cihazlarda inorganik eşdeğerlerinin yerine kullanılmaktan oldukça

uzak olsalar bile (aslında bu beklenen bir şey de değildir), elastikiyet, ucuz maliyet ve üretim kolaylığı gibi, silikon tabanlı usullerle sağlanması mümkün olmayan, şartlar gerektiren uygulamalarda oldukça ümit vaat etmektedirler. Bükülebilir ekranlar ve bunların yürütme devreleri, akıllı kartlar, ışık saçan diyotlar bu tür uygulamalara örnek olarak verilebilir (Forrest, 1997; Dimitrakopoulos e Malenfant, 2002; Forrest, 2004; Horowitz, 2004; Katz, 2004; Kelley, Baude *et al.*, 2004; Ruiz, Choudhary *et al.*, 2004; Witte e Woll, 2004; Locklin, Roberts *et al.*, 2006). Organik yarı iletkenler arasında bir kaç molekül model olabilecek yapıları/özellikleri nedeni ile öne çıkmaktadır. Pentacene ise son yıllarda İnce Film Transistor (İFT) uygulamalarında, (diğer organik moleküllere nazaran) göstermiş olduğu üstün özellikler nedeni ile oldukça fazla kullanım alanı bulmuş ve çok sayıda araştırmaya konu olmuştur (Dimitrakopoulos e Malenfant, 2002; Ruiz, Choudhary *et al.*, 2004; Witte e Woll, 2004).

SiO₂, İFT'lerde en fazla kullanılan dielektirik tabaka olduğu için, aygıt performansını belirleyici en önemli unsurlardan biri olan, pentacene filmlerin SiO₂ yüzeyler üzerindeki yapısı, pentacene üzerine yapılan ilk çalışmaların odak noktası olmuştur. Halen de devam etmekte olan bu tip çalışmalar sayesinde, silikon ve kimyasal yollarla modifiye edilmiş silikon yüzeyler üzerinde optimum film büyütme koşulları ve bu koşulların altında yatan mekanizmalar üzerinde, şu anda literatürde büyük oranda mutabakat sağlanmıştır (Ruiz, Nickel *et al.*, 2003; Pratontep, Brinkmann *et al.*, 2004; Ruiz, Choudhary *et al.*, 2004; Yagi, Tsukagoshi *et al.*, 2004).

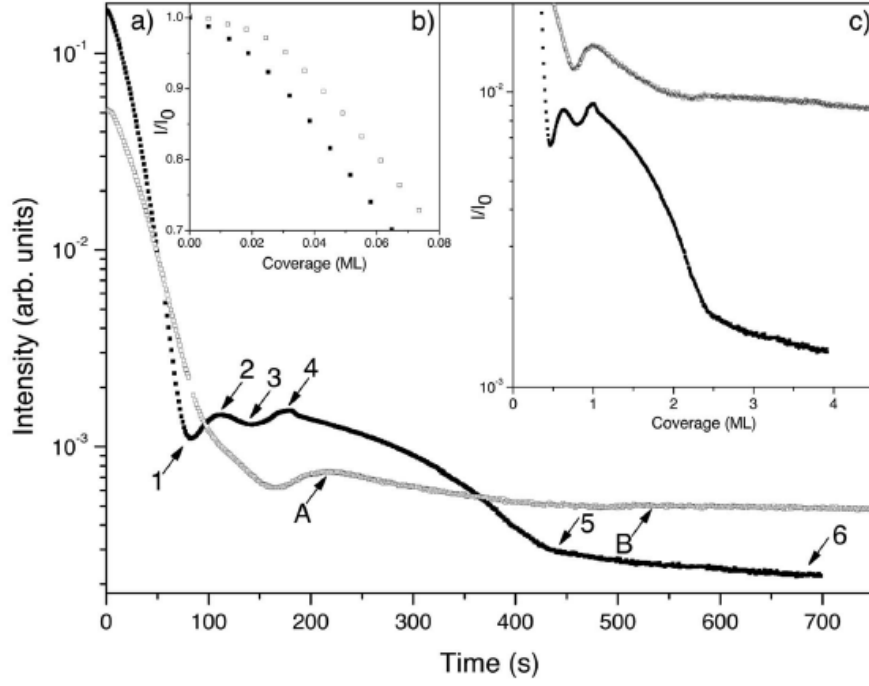
Organik İFT'lerin performansını etkileyen diğer önemli bir unsur ise, yük taşıyıcıların elektrotlardan organik film tabakasına aktarılmasıdır. Çünkü dielektirik tabaka üzerindeki organik film ne kadar iyi özelliklere sahip olsa da (yük taşıyıcı hızı organik film içinde ne kadar fazla olsa da), yük taşıyıcıların elektrotlardan bu tabakaya aktarılma verimi, aygıt performansını sınırlamaktadır. Dolayısıyla aygıt performansının optimize edilmesi ya da en azından performansı sınırlayan şartların anlaşılması için, pentacene gibi organik moleküllerin (başlıca elektrot materyali olan) altın gibi metaller üzerinde oluşturdukları filmlerin yapılarının ve büyüme koşullarının anlaşılması önemli bir araştırma konusu olarak ön plana çıkmıştır. SiO₂ yüzeylere göre daha fazla olan yüzey-adsorbate etkileşimi soy metaller üzerinde, pentacene ve benzeri moleküllerin difüzyon miktarını azaltmakta ve sonuç olarak fakir bir sıralanma ve küçük domain boyutlarına sebep olmaktadır. Difüzyon miktarının artırılması için yüzey sıcaklığının yükseltilmesi ise domain boyutlarının büyümesine sebep olmakla birlikte, yüzey-molekül ve moleküller arası etkileşimler arasındaki dengeye bağlı olarak Stranski-Krastanov veya Volmer-Weber büyüme tarzlarından biriyle sonuçlanmaktadır (Chkoda, Schneider *et al.*, 2003; Krause, Du?Rr *et al.*, 2003; Beernink, Strunskus *et al.*, 2004). Pentacene benzeri moleküllerin yüksek derecede yön bağımlı olan yapıları, bu moleküllerin

birçok polimorf oluşturmaya sebep olmakta, buda sonuçta aygıt performansını olumsuz olarak etkilemektedir. Yüzey-molekül etkileşimleri, soy metaller üzerinde ilk film katmanındaki moleküllerin yüz üstü yatmasına sebep olmakta ve bu oryantasyon ile moleküllerin kristal örgüsü arasındaki uyumsuzluk yüzünden de düzenli üst tabakaların büyümesi mümkün olmamaktadır. Dolayısıyla son yıllarda metal yüzeyler üzerindeki araştırmalar yukarıda bahsedilen komplikasyonları daha iyi anlamaya ve nihayetinde ortadan kaldırmaya (ya da en azından minimize etmeye) odaklanmıştır. Bu doğrultuda yapılan araştırmalarda konuya değişik açılardan yaklaşmış, bir kısım çalışmalar birinci film tabakasını ve bu tabaka ile üst film katmanları arasındaki yapısal geçişi daha iyi anlayıp, kontrol etmeye yönelik, diğer bir kısım ise film büyütme şartlarıyla (yüzey sıcaklığı, moleküllerin akı ve enerjisi, yüzey modifikasyonu) oynayarak film büyüme dinamiklerini anlamaya ve optimum film yapısını elde etmeye yönelik olarak gerçekleştirilmiştir.

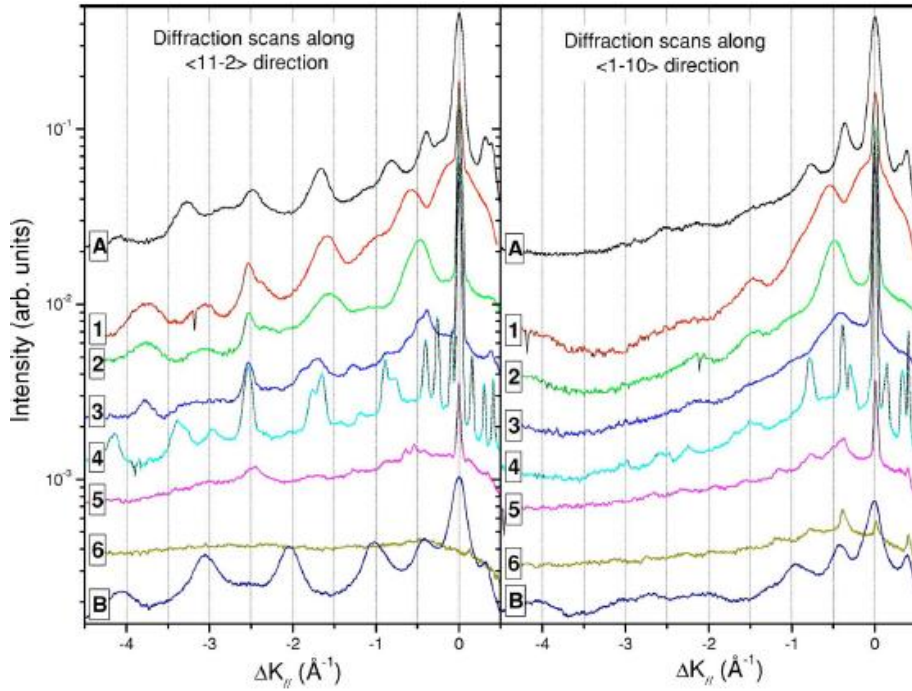
Yukarıda değinilen birinci kısım araştırmalar çerçevesinde pentacene ince filmlerin yapıları çeşitli tek kristal metal (Ag(111) (Eremtchenko, Temirov *et al.*, 2005), Ag(110) (Corradini, Menozzi *et al.*, 2003; Wang, Ji *et al.*, 2004), Au(111) (France, Schroeder *et al.*, 2003; Kang e Zhu, 2003; Beernink, Strunskus *et al.*, 2004; Kang e Zhu, 2006), Au(110) (Guaino, Carty *et al.*, 2004; Floreano, Cossaro *et al.*, 2006), Cu(110) (Lukas, Witte *et al.*, 2002; Sohnchen, Lukas *et al.*, 2004), Cu(119) (Baldacchini, Betti *et al.*, 2004; Gavioli, Fanetti *et al.*, 2004; Gavioli, Fanetti *et al.*, 2005; Fanetti, Gavioli *et al.*, 2006)) yüzeyler üzerinde daha çok Taramalı Uç Mikroskopisi (TUM), ve X-Işını teknikleri ile araştırılmıştır. Bu çalışmaların büyük kısmı tek katman ya da daha az kaplama alanına sahip filmler üzerine yapılmış ve değişik pentacene film fazlarının karakterizasyonuna yönelik olarak gerçekleştirilmiştir. Özellikle Au(111) yüzeyler üzerinde düşük kaplama oranlı (tek-tabaka ya da daha az) filmler için kaplama oranına bağlı olarak birçok değişik film dokusu gözlenmiştir. Değişik araştırma grupları tarafından rapor edilen bu yapılar genelde birbirlerine çok benzer olsa bile, tek-tabakadan daha kalın filmler için birbiriyle çelişen sonuçlara rastlanabilmektedir. Örneğin Kang ve Zhu Taramalı Tünelleme Mikroskopisi (TTM) kullanarak (Kang e Zhu, 2003; 2006), 18 tabakaya kadar, moleküler düzlemleri yüzeye paralel olarak uzanmış moleküllerden meydana gelen, tabakalar bildirirken, Beernink ve arkadaşları X-Işını teknikleri kullanarak (Beernink, Strunskus *et al.*, 2004), yüzeyi ıslatan (yüzeye paralel olarak uzanmış moleküllerden oluşmuş ve tüm yüzeyi kaplayan) birinci bir tabakadan sonra, yüzeye dik moleküllerden meydana gelen üst tabakaların oluştuğunu bildirmiştir. Bu iki gurup arasındaki çelişki Beernink ve arkadaşları tarafından, Kang ve Zhu'nun TTM sonuçlarını yanlış yorumlamalarına bağlanmıştır. Şunu da belirtmek gerekir ki, bu ve yukarıda bahsedilen diğer çalışmaların çoğunda organik filmlerin kalınlıkları ya TUM teknikleri kullanılarak tespit edilmiş ya da film büyütme esnasındaki organik molekül akısı

KKMT ile tespit edilerek *nominal* bir kalınlık değerine ulaşılmıştır. Ancak bu iki metot da kendine has sorunlar içermektedir. Öncelikle organik moleküller yeterince iletken olmadıkları için, bir tabakadan kalın filmler söz konusu olduğunda, güvenilir TTM sonuçları elde etmek güçleşmekte ve bir takım sonuçlara ulaşılsa bile bunların değerlendirilmeleri sorunlu olabilmektedir(Beernink, Strunskus *et al.*, 2004; Kafer, Ruppel *et al.*, 2007). KKMT kullanılarak elde edilen *nominal* kalınlık değerleri ise, bir referans olarak her ne kadar değerli olsalar da, organik filmlerin büyütüldüğü yüzeyler (aktif alttaş) ile akının üzerinde ölçüldüğü KKMT yüzeyinin farklı olması (yapısal ve bileşim açısından) ve yine aktif alttaş ve KKMT yüzeyinin, organik molekül kaynağına göre, farklı konum ve aranjmanlarda olması ve bu konum/aranjmanların değişik araştırma guruplarına ait film büyütme sistemlerinde değişiklikler göstermesi sebebiyle, KKMT yüzeyinde ölçülen akının, aktif alttaş üzerindeki film kalınlığına çevrilmesinde belirsizlikler ortaya çıkmakta ve değişik araştırma guruplarının rapor ettiği *nominal* film kalınlıklarının farklı *gerçek* film kalınlıklarına tekabül etme ihtimali bulunmaktadır. Bu nedenle, organik film yapısındaki kalınlığa bağlı değişimlerin güvenilir bir şekilde belirlenmesi için, film kalınlığı ölçümündeki bu belirsizliklerin giderilmesi büyük önem arz etmektedir.

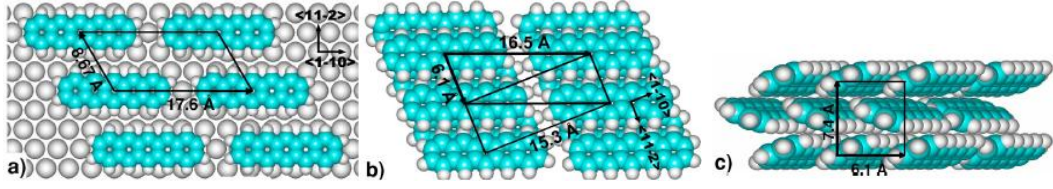
Metal yüzeyler üzerindeki organik film yapısını iyileştirmeye yönelik çalışmalarda ise, film büyütme parametreleriyle oynama (Casalis, Danisman *et al.*, 2003; Ruiz, Choudhary *et al.*, 2004; Witte e Woll, 2004; Danisman, Casalis *et al.*, 2005; Toccoli, Pallaoro *et al.*, 2006) ya da metal yüzeyi önce farklı bir organik tabakayla modifiye ederek, bu yeni tabakanın üzerinde istenilen esas filmi büyütme yollarına gidilmiştir (Hu, Tao *et al.*, 2005; Ihm, Kim *et al.*, 2006; Kafer, Ruppel *et al.*, 2007). Scoles araştırma grubu, Süpersonik moleküler demet (SMD) tekniğiyle, pentacene moleküllerinin enerjileri artırıldığı takdirde, yüksek basamak yoğunluğuna sahip bir Ag(111) yüzeyi üzerinde büyütülen filmlerin konvansiyonel tekniklerle büyütülen filmlere nazaran çok daha düzenli olduğunu göstermiştir (Casalis, Danisman *et al.*, 2003). Fakat yine aynı grup tarafından çok düşük basamak yoğunluğuna sahip bir Ag(111) yüzeyi üzerinde aynı sonuçlara ulaşılamamış ve film kalitesinin moleküllerin enerjilerinden etkilenmediği gözlenmiştir (Danisman, Casalis *et al.*, 2005). Aşağıda verilen şekilde de görüleceği üzere farklı basamak yoğunluğuna sahip Ag(111) yüzeyleri üzerinde helyum aynasal yansıma şiddeti, pentasen film kalınlığına bağlı olarak farklı şekilde değişmektedir. Her iki yüzeyde de aynı birinci tek tabaka yapısı elde edilmesine rağmen (şekil 3 a), basamaklı yüzey üzerinde kırınım doruğu genişlikleri, domain boyutlarının küçük olması nedeni ile, çok daha fazladır (şekil 2). Düzenli üst tabakalar ise sadece basamaklı yüzeyde elde edilebilmiş ve bunun sebebinin üst tabakalardaki pentasen moleküllerinin eğimli geometrilerinin (şekil 3 c) ancak basamak kenarları tarafından karalı hale getirilebilmesi olarak açıklanmıştır.



Şekil 1 (a) Düz (dolu kareler) ve basamaklı (boş karaler) Ag(111) yüzeyleri üzerinde 200 K yüzey sıcaklığında helyum aynasal yansıma şiddetinin Pentasen kaplama süresine göre değişimi. Normalize edilmiş aynasal yansıma şiddetinin kaplanma oranına göre değişimi, kaplamanın erken (b) ve geç (c) dönemleri için iç figür olarak verilmiştir. Kaplanma oranı düz yüzey için “4” numaralı noktayı, basamaklı yüzey için ise “A” noktasını 1 tek tabaka (1 monolayer) kabul ederek hesaplanmıştır. Danisman, Casalis et al., 2005’den çoğaltılmıştır.



Şekil 2 Şekil 1’de gösterilen noktalarda kaydedilen helyum kırınım desenleri.



Şekil 3 Birinci pentasen tabakası (a) ve üst tabakalar için üstten (b) ve yandan (c) önerilen kristal yapıları.

Bu veriler neticesinde Scoles araştırma grubu, yüzey basamak yoğunluğunun film kalitesi üzerinde belirleyici bir rol üslendiği sonuca varmış ve moleküllerin enerjilerinin artırılmasının her durumda film kalitesinde bir artış sağlamayabileceğini belirtmişlerdir. Bu çalışmalarında Scoles araştırma grubu, film yapısı ve kalınlığını incelemek için Helyum Atomu Kırınımı (HAK) tekniğini kullanmış ve moleküllerin hızını direk olarak ölçebilecek donanıma sahip olmadıkları içinde, moleküllerin enerjilerini, taşıyıcı gazın cinsini değiştirerek, değiştirme yoluna gitmişlerdir. Dolayısıyla bu araştırmacıların da makalelerinde kısmen değindiği gibi, SMD tekniğinin tam olarak hangi koşullarda (yüzey basamak yoğunluğu, moleküllerin enerjileri, molekül akısı) üstün özelliklere sahip filmler meydana getirdiği belirlenememiştir. Bu nedenlerle Scoles araştırma grubu tarafından kabaca keşfedilmiş olan bu geniş parametre uzayının daha sistematik ve detaylı olarak incelenebilmesi için, moleküllerin enerjilerin ve akısının ölçülmesi ve yüzey basamak yoğunluğunun, rastgele iki yüzey kullanmak yerine, basamaklı (vicinal) yüzeyler kullanılarak sistematik olarak değiştirilmesi gerekmektedir. Ve yine bu araştırmacılar tarafından bildirilen farklı film fazlarının, değişik film tabakalarına mı ait olduğu, yoksa ilk film tabakasının (farklı yoğunluklara sahip) değişik fazları mı olduğunun kesin olarak bulunması, literatürdeki belirsizliklerin giderilmesi açısından büyük önem arz etmektedir. Bunun içinde film kaplama alanın, aynı anda hem HAK yöntemiyle hem de bağımsız ikinci bir teknikle ölçülmesi ve bu sonuçların birbiriyle karşılaştırılması gerekmektedir. Ancak bu araştırmalar sonucunda SMD tekniğinin film yapısına etkileri açık/kesin olarak belirlenebilir.

Bu projede yukarıda değinilen noktaları açıklığa kavuşturmak üzere pentasen moleküllerinin düz ve basamaklı Ag(111) ve Au(111) yüzeyler üzerinde oluşturduğu filmlerin HAK ve KKMT yöntemleriyle incelenmesi, film büyüme dinamiklerinin anlaşılması ve optimum film büyüme şartlarının bulunması hedeflenmiştir. Bu nihai hedefe ulaşmak içinde aşağıdaki çalışmalar gerçekleştirilmiştir:

a) AT düzleminde kesilmiş kuvars yüzeyler üzerinde atomik seviyede düz alanlar içeren altın tabakaların büyütülmesi.

b) Bu şekilde büyütülen altın filmlerin KKMT uygulamalarında kullanılabilmesi için özel bir KKMT sürücü devresinin/sisteminin (bundan sonra ODTÜ-KKMT ya da sadece KKMT olarak adlandırılacaktır) geliştirilmesi.

c) HAK sistemin kurulumunun tamamlanması.

d) SMD sisteminin kurulumunun tamamlanması.

e) Uçuş zamanı (UZ) ölçümleri ile film büyütme sırasında moleküllerinin enerjilerinin ölçülebilmesi amacı ile bir KS'nin HAK sistemine eklenmesi.

f) Film büyütme sırasında moleküler akının ölçülebilmesi için Inficon marka ticari bir KKMT sisteminin (bundan sonra Inficon çökeltme monitörü olarak adlandırılacaktır) HAK sistemine eklenmesi.

g) Tüm bu sistemler birlikte kullanılarak Ag(111) yüzeyleri üzerinde pentasen filmlerin yüzey basamak yoğunluğu, enerji, akı ve film kalınlığı ile değişimini tespit etmek.

Bu çalışmalardan (a) ve (g) şıklarında belirtilenler bulgular bölümünde, (b) – (f) şıklarında belirtilenler ise yöntem bölümünde tartışılacaktır.

Yöntem

a)HAK sisteminin kurulumu

HAK sistemi orijinal olarak (Princeton'dan ODTÜ'ye taşınmadan önce) şekil 4.a'da gösterilen (1), (2) ve (3) numaralı odacıklardan oluşmakta idi. Sistem ODTÜ'deki laboratuvarımıza taşındıktan sonra (1) ve (2) numaralı odacıklar olduğu gibi kurulurken, (3) numaralı odacık modifiye edilmiş, (4) numaralı kısım ise sıfırdan dizayn edilmiştir. (3) ve (4) numaralı odacıklarda yapılan değişiklikler/çalışmalar sonraki bölümlerde ayrıca açıklanacaktır. Bu bölümde ise sadece (1) ve (2) numaralı odacıkların oluşturduğu helyum kırımım sisteminin kurulumu için yapılan çalışmalar aşağıda verilen resim ve şemalar üzerinden maddeler halinde özetlenecektir.

1) Yurt dışından getirilen pompa ve elektronik ekipmanların çalıştırılabilmesi için gerekli elektrik ve soğutma suyu altyapısı (**Şekil 7**) tamamlanmıştır.

2) (1) ve (2) numaralı odacıklar vakuma alınarak test edilmiştir.

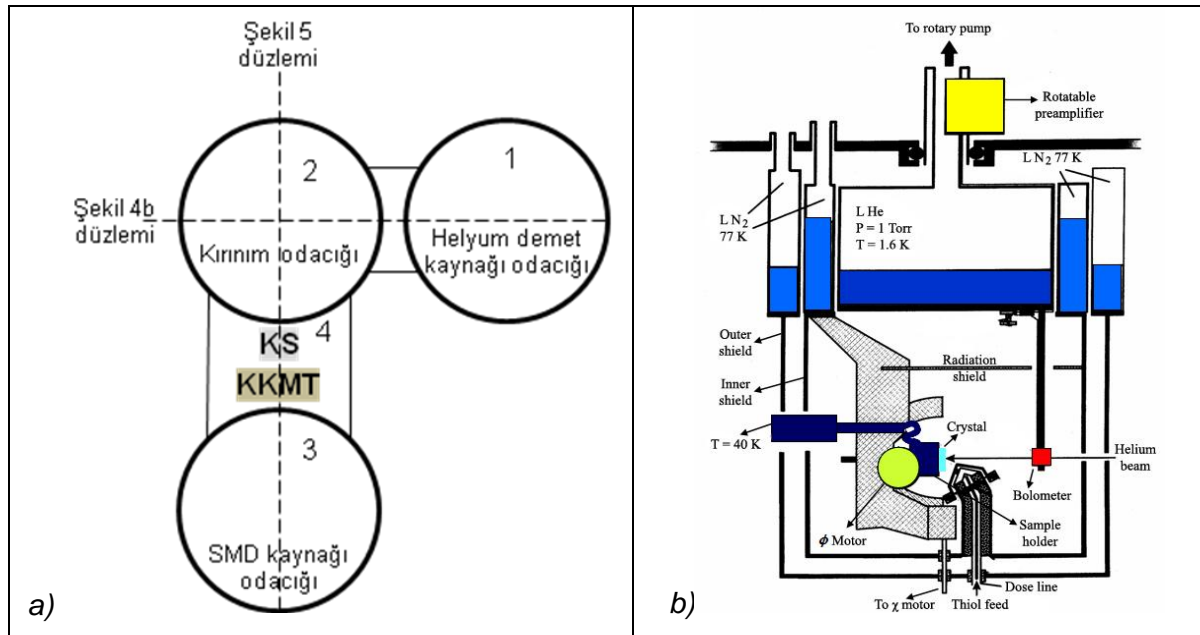
3) Gonyometreyi kontrol eden ve veri toplamak için kullanılan bilgisayar (**Şekil 6** (16)) ve yazılım yenilenmiştir.

4) Mevcut eski sıcaklık monitörü ve helyum kaynağı sıcaklık kontrolcüsü yenilenmiş (**Şekil 6 (6) ve (9)**), eksik olan örnek sıcaklık kontrolcüsü eklenmiştir (**Şekil 6 (8)**).

5) Helyum kaynağının sistemdeki demet şekillendirme elemanları, örnek ve detektör ile hizası kontrol edilmiş ve en iyi hiza elde edilmeye çalışılmıştır. Ancak tüm çabalarımıza ana helyum demeti şiddeti en yüksek seviyeye (sistemin ODTÜ'de yeniden kurulumu öncesindeki orijinal değerine) çıkarılamamıştır. Buna rağmen, **Şekil 8**'de de görüleceği üzere, doruk genişliği orijinal genişlikle aynıdır. Bu şartlar, en iyileri olmasa bile, veri toplama süresinin biraz artırılması ile, kırınım deneyleri gerçekleştirmeye yeterlidir. Sistemi (en yüksek helyum şiddetini veren) orijinal konfigürasyonuna getirmek için tüm gonyometre ve dedektör kısmının tamamen sökülmesi gerekmektedir. Bu ise çok uzun zaman alacağı ve proje çalışmaları elde edilen nispeten düşük sinyal seviyesiyle de yürütülebileceği için, böyle bir iyileştirmeye gerek duyulmamıştır.

6) Son olarak sistemin elektrik kesintilerinden etkilenmemesi için yüksek kapasiteli bir kesintisiz güç kaynağı devreye alınarak (**Şekil 7**) sistemin kesintisiz çalışması sağlanmıştır.

Tüm bu çalışmalar sonucunda düzenli ve verimli bir şekilde çalışan bir helyum kırınım sistemi elde edilmiş ve projede önerilen deneyler için kullanılmıştır.



Şekil 4 a) HAK sisteminin halihazırda bulunan konfigürasyonunu gösteren şema. b) Kırınım odacığının detaylı yapısı.



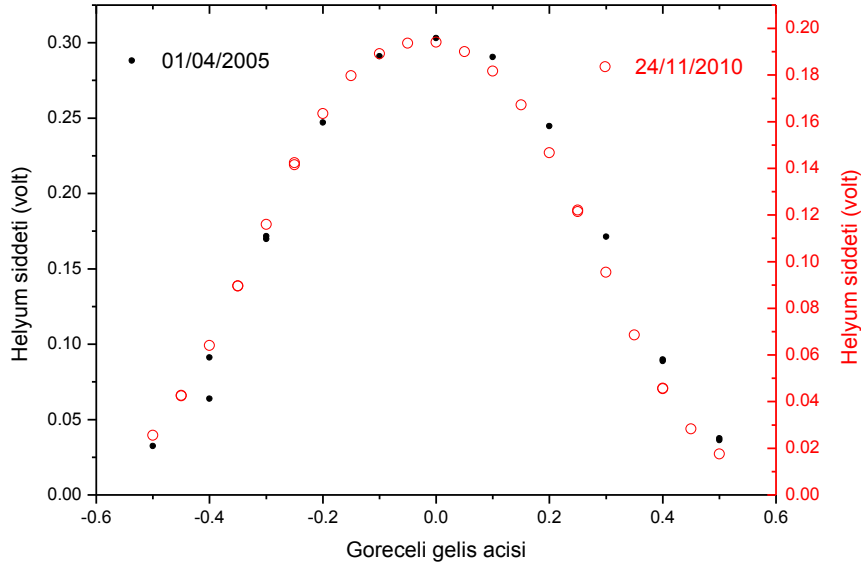
Şekil 5 HAK sisteminin (Deney odası) Ocak 2011 tarihli görüntüsü. (1): 1 numaralı vakum odacığı, (2): 2 numaralı vakum odacığı (a: saçılma odacığı, b: pompa odacığı), (3): 3 numaralı vakum odacığı, (4) KS, (5) Inficon çökeltme monitörü.



Şekil 6 HAK sisteminin kontrol elektroniği bileşenleri. SMD odacığı (1) helyum demeti odacığı (2) ve kırım odacığı (3) basınç göstergeleri. (4) Helyum demet biçici kontrolcüsü, (5) Eşzamanlı Amplifikatör (EA) helyum kırım sinyali için, (6) Sıcaklık monitörü, (7) SMD biçici kontrolcüsü, (8) Örnek sıcaklık kontrolcüsü, (9) helyum demeti kaynağı sıcaklık kontrolcüsü, (10) SMD kaynağı ısıtıcısı, (11) Inficon çökeltme monitörü kontrolcüsü, (12) Örnek gonyometre motor kontrolcüsü, (13) KKMT sürücü devresi elemanları [(a) Eşzamanlı Amplifikatör (EA), (b) frekans sentezleyici, (c) amplifier/rectifier, (d) veri toplama kartı], (14) KS kontrolcüsü, (15) Argon saçtırma tabancası kontrolcüsü, (16) Tüm sistemi kontrol eden bilgisayar.



Şekil 7 HAK sisteminin (Makine odası) Ekim 2008 tarihli görüntüsü (sağdaki iki resim). (1): Elektrik panosu, (2): Trafo, (3): 1 ve 2 numaralı vakum odacıklarını besleyen mekanik pompa seti, (4): 3 numaralı vakum odacığını besleyen mekanik pompa seti, (5): Kapalı devre helyum soğutucularını besleyen kompresör, (6): Bolometre detektörü besleyen mekanik pompa seti, (7): Difüzyon pompaları ve helyum kompresörü için soğutma suyu temin eden soğutucu ünitesi. Sisteme sonradan takılan 80 KVA'lık kesintisiz güç kaynağının görünümü (soldaki resim)

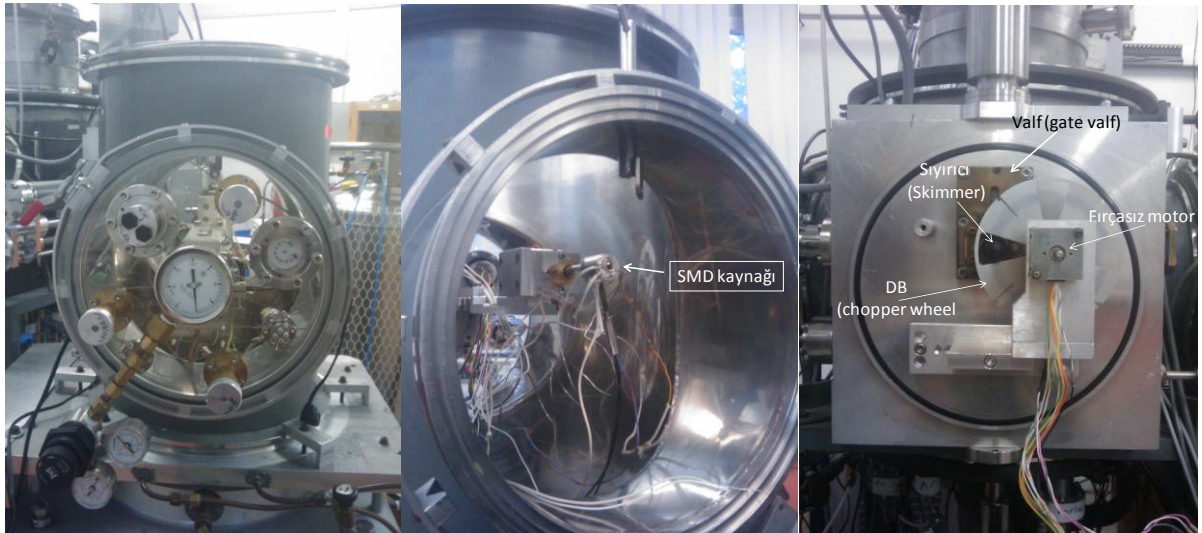


Şekil 8 HAK sistemi için gelen helyum demeti şiddeti dağılımı grafiği. Orijinal (tekrar kurulum öncesi) değerler siyah, güncel değerler ise kırmızı noktalar ile gösterilmiştir. Farklı y eksenleri değerlerine dikkat ediniz.

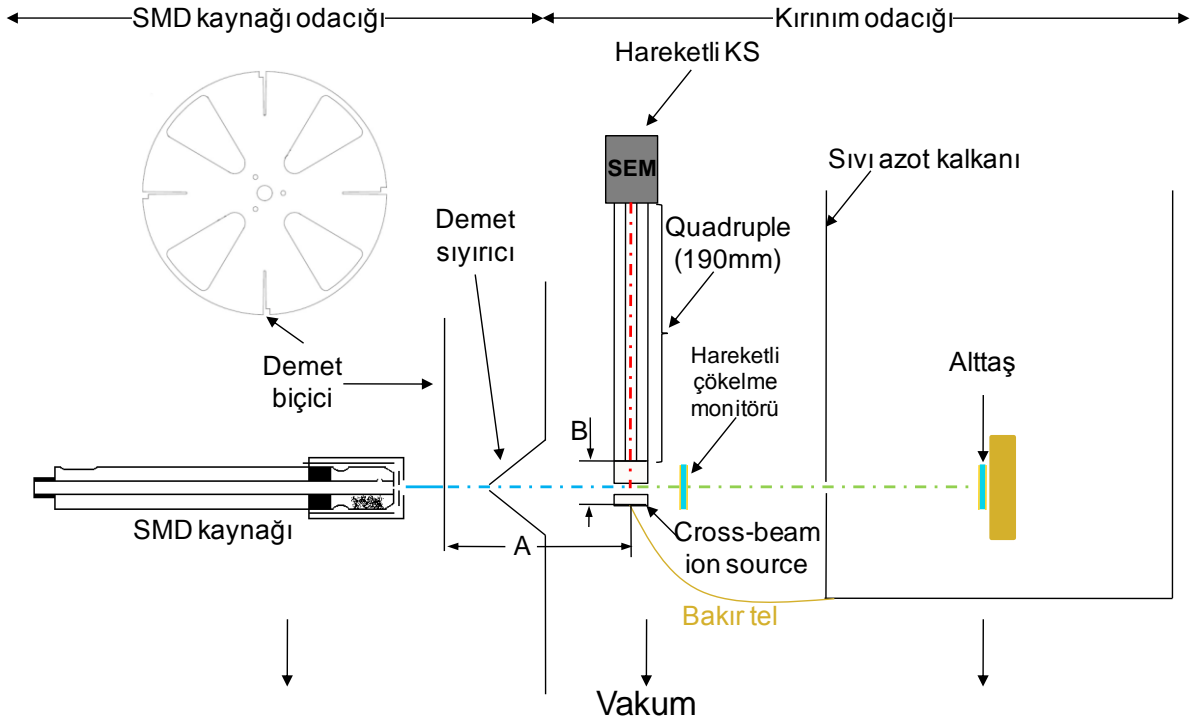
b) SMD sisteminin kurlumu

SMD sistemi, organik moleküler demeti oluşturmak için kullanılan bir kaynak, kaynağı hareket ettirmek için kullanılan manipulatör, demet şekillendirme elemanları ve yüksek miktarda gaz pompalayabilecek vakum pompa sisteminden oluşmaktadır (**Şekil 9**, **Şekil 10**).

Bu bileşenlerden en önemlisi olan kaynak kısmının şematik görüntüsü aşağıda verilmiştir (**Şekil 10 SMD**). Bu kaynak, ucunda yaklaşık 100 mikron çapında bir delik olan kuvars bir tüpten oluşmaktadır. Bu tüpün için yerleştirilen organik materyal tüpün gövdesinin ısıtılmasıyla buharlaşmakta ve yine tüpün içinden geçen taşıyıcı soy gazla karışıp uçtaki delikten vakuma genişleyerek süpersonik bir demet oluşturmaktadır. BU genişleme sırasında organik madde buharının uçtaki delik kısmında katılaşmasını önlemek ve demet enerjisini kontrol edebilmek için delik ikinci bir ısıtıcıyla gövdeden bağımsız olarak ısıtılmaktadır. Bu demet daha sonra biçilmekte ve merkezi bir sıyrıcı vasıtası ile kırınım çemberine alınmaktadır. Bu proje sırasında demet biçici ve bu biçiciyi kontrol eden motor ve elektronik devre baştan tasarlanmıştır. Bu sayede demet biçicinin dönüş frekansı Uçuş Zamanı (UZ) ölçümleri için gerekli kararlılıkta kontrol edilebilmiştir (bu konu UZ ölçümleri bölümünde detaylı bir şekilde tartışılacaktır). Buna ilave olarak demetin örnek haznesindeki alttaşıla çok daha hassas bir şekilde hizalanmasına olanak veren yeni bir manipulatör flanji tasarlanmış ve sisteme eklenmiştir. Son olarak kaynağı gerekli sıcaklığa çıkaracak ısıtıcılar yeniden tasarlanmış ve yurt içinde bir firmaya yaptırılmıştır. Tüm bu iyileştirmeler sonucunda SMD büyütme sistemi şu an sorunsuz olarak ve orijinaline göre çok daha iyi bir şekilde çalışmaktadır. Proje çalışmaları bu sistem kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 9 SMD kaynağı odacığının son hali. Manipulatör flanji (sol), SMD kaynağı (orta) ve demet şekillendirici elemanlar (sağ).

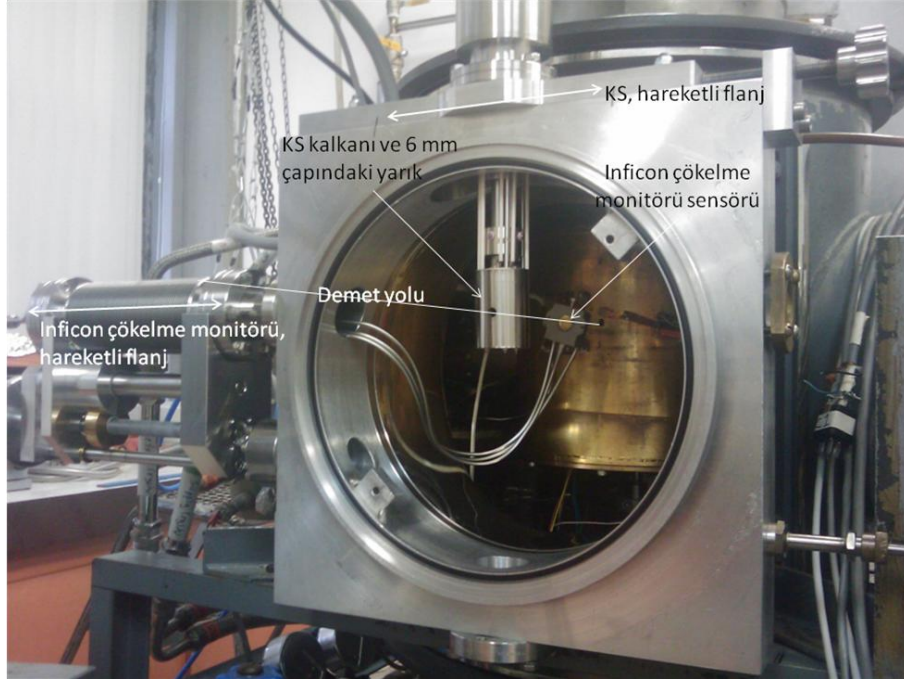


Şekil 10 Organik demet yolunu ve bu yol üzerindeki sistem bileşenlerini gösteren şema.

c) KS'nin HAK sistemine eklenmesi

Projenin bu kısmında Hiden firmasından (Hiden Analytical Ltd., Warrington, England) alınan Atımlı İyon Sayma (pulse ion counting) özelliğine sahip KS'nin HAK sistemine eklenebilmesi için gerçekleştirilen çalışmalar aşağıda maddeler halinde özetlenmiştir:

- KS'nin (4) numaralı vakum odacığına takılabilmesi ve KS'nin (gerektiğinde demet yolundan çıkarılabilmesi amacıyla) demet yoluna dik olarak hareket ettirilebilmesi için bu odacık modifiye edilmiş ve hareketli bir vakum flanji tasarlanıp yaptırılmıştır. Bu ilaveler **Şekil 11**'de gösterilmiştir.
- UZ ölçümleri için gerekli Çok Kanallı Skalar Kartın (multi channel scalar card) ve diğer elektronik kontrol aygıtlarının HAK sistemi kontrol/kumanda bilgisayar ve ekipmanlarına entegrasyonu tamamlanmıştır.
- En iyi sinyal seviyesini ve şeklini elde etmek için KS'nin iyonlaştırma bölgesi (ion source) modifiye edilmiştir.



Şekil 11 Organik moleküler demet yolu üzerindeki sistem bileşenlerini gösteren resim.

- Son olarak saf helyum ve pentasen demetleriyle UZ ölçümleri gerçekleştirilerek, KS çalışma koşulları ve sinyal seviyesi optimize edilmiş ve UZ'deki belirsizlik/hata miktarları tayin edilmiştir. BU bağlamda yapılan çalışmalar aşağıda detaylı bir şekilde açıklanmıştır.

i. Uçuş yolu uzunluğunun tespit edilmesi.

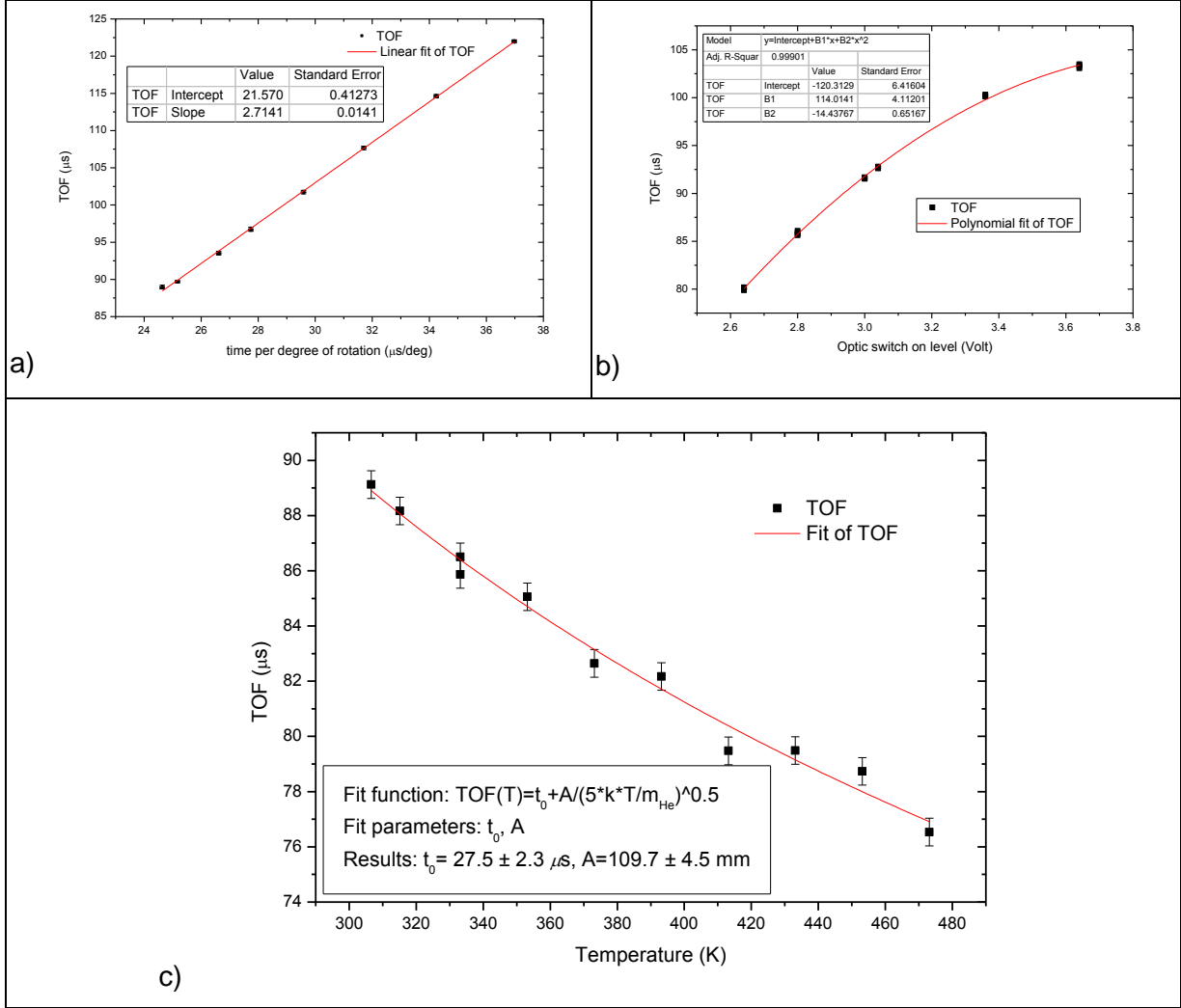
Şekil 6.a'da gösterildiği üzere SMD kaynağından çıkan parçacıkların UZ ölçümleri sırasında kat ettikleri toplam mesafe mavi ve kırmızı kesikli yolların toplam uzunluklarına eşittir. Bu mesafe birkaç milimetre hata payıyla ölçülebilmesine rağmen, parçacıkların iyonlaşma bölgesinden quadruple'a giriş yollarındaki belirsizlik yüzünden bu ölçüm doğru uçuş mesafesine eşit olmayacaktır. Bunun sebebi parçacıkların iyonlaşma bölgesinde iyonlaştıkları konumun ve quadruple'a kadar aldıkları mesafenin değişiklik göstermesidir. Bu nedenle de uçuş yolu uzunluğu, helyum UZ değerlerinin SMD meme sıcaklığıyla değişiminin bir model fonksiyona fit edilmesi yoluyla tespit edilmeye çalışılmıştır. Kullanılan fit fonksiyonu aşağıda detaylandırılmıştır.

$$UZ = t_{os} + t_{cw} + t_q + t_p$$

Burada, t_{os} , referans zaman sinyalini sağlayan optik anahtar devresinde kaynaklanan ve bu devrenin sağladığı referans sinyalinin seviyesine göre değişen sabit bir zaman

değeridir. t_{cw} , referans sinyalinden ne kadar süre sonra demet kırıcının demet yolu üzerinden çekildiğini veren diğer bir sabit zaman değeridir. Bu süre demet kırıcının yerleştirilme konuma bağlıdır ve demet biçicinin konumuyla oynandığında yeniden tespit edilmesi gerekmektedir. Bu iki sabit zaman değeri, tek bir, t_0 , değeri altında toplanabilir. t_q , iyonlaşmış parçacıkların quadruple içinde geçirdikleri süreye tekabül etmektedir. Bu süre parçacıkların SMD kaynağı çıkışında sahip oldukları enerjiye değil, iyon kaynağı kafesine uygulanan voltaja (normal çalışma koşullarında 5 V- 10 V) ve iyon kütlelerine bağlıdır ve 190 mm'lik quadruple uzunluğu ve iyon kütleleri kullanılarak hesaplanabilir. t_p ise nötr parçacıkların demet kırıcıdan iyonlaşma noktasına ulaşana kadar (Şekil 10'daki mavi kesikli yol) geçirdikleri süreye tekabül etmektedir, ve SMD meme sıcaklığına ve parçacık kütlelerine bağlıdır. Dolayısı ile SMD kaynağından çıkan parçacıkların (helyum ya da pentasen) enerjilerinin hesaplanabilmesi için esas bilinmesi gereken Şekil 10'daki A mesafesi ve bu mesafenin ne kadar sürede alındığıdır (yani t_p).

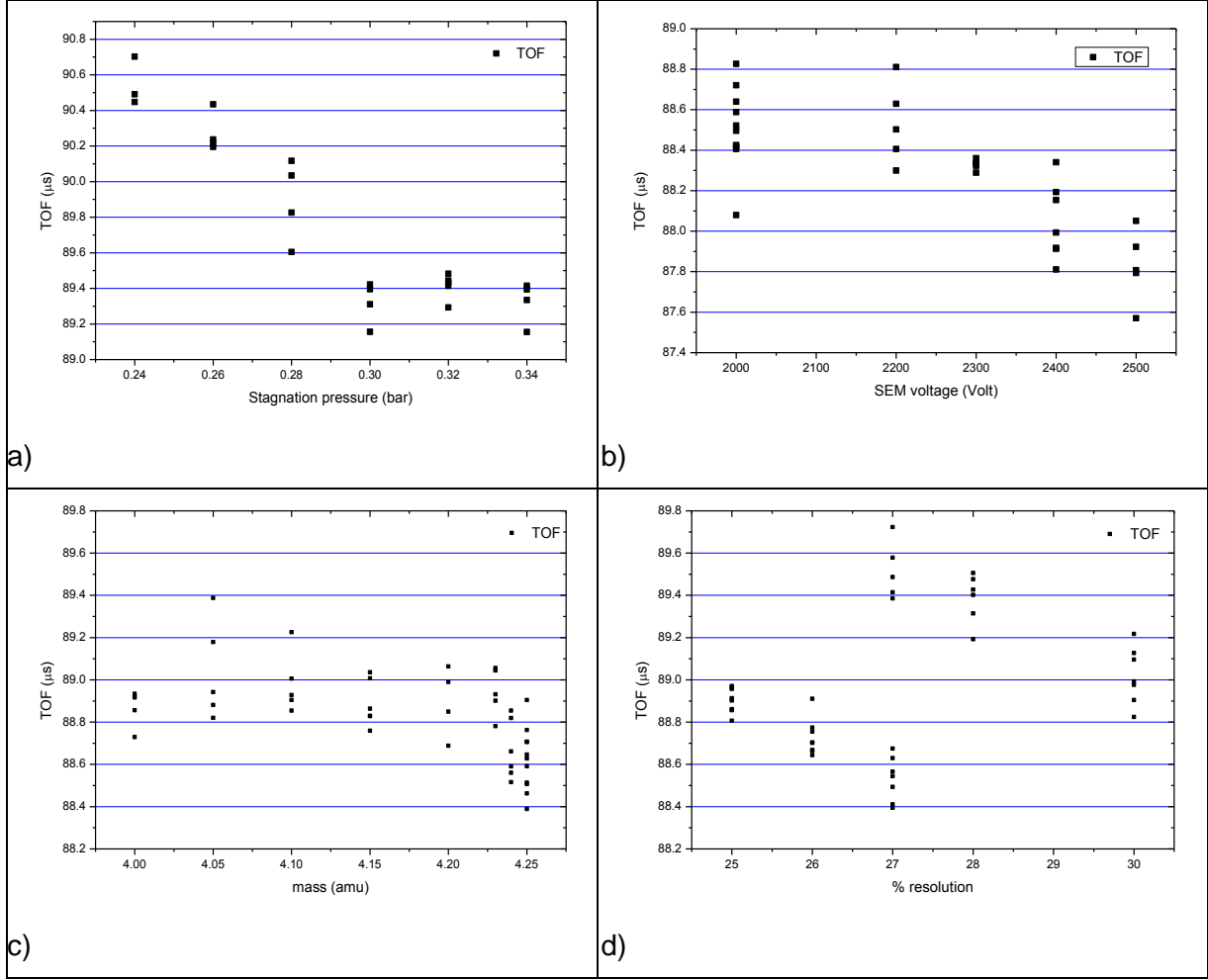
Bu doğrultuda öncelikle optik anahtar devresi sinyal seviyesi ve demet kırıcı konumunun UZ'ye etkisi tespit edilmiş ve takiben helyum UZ değerlerinin SMD kaynağı meme sıcaklığıyla değişiminin bir model fonksiyona fit edilmesi yoluyla A mesafesi belirlenmiştir. Şekil 12.a'daki grafik demet kırıcı farklı frekanslarda sürülerek elde edilmiş ve bir doğruya fit edilerek demet kırıcı açık konumu ile optik anahtar açık konumu arasındaki açısal fark 2.714° olarak bulunmuştur. Bu değer kullanılarak her hangi bir frekans için t_{cw} 'nin ne kadar olacağı bulunabilir. Bu değer bilinmesinin önemi demet biçici frekansındaki kayma ya da oynamaların UZ değerlerinde ne kadar bir kayma ya da oynamaya sebep olacağını tespit etmeye imkân sağlamasıdır. Örneğin 450 Hz'te sürülen demet biçicinin frekansında meydana gelen ± 1 Hz'lik bir oynama (normal şartlarda sistemimizdeki motor kontrolcüsü bundan daha fazla bir oynama göstermemektedir) UZ'de ± 0.15 μs 'lik oynamaya sebep olacaktır. Şekil 12.b'de ise optik anahtar devresi sinyal seviyesinin UZ'ye etkisi gösterilmektedir. Örneğin sinyal seviyesinin 3.00 volt'dan 3.04 volt'a çıkarılması UZ'de 1.24 μs 'lik bir artışa sebep olmaktadır. Görüldüğü gibi optik anahtar devresi sinyal seviyesindeki çok küçük oynamalar bile UZ'ye çok fazla etki etmektedir. Bu nedenle UZ ölçümleri sırasında anahtar devresi belirli bir seviyede sabit tutulmuştur. Son olarak tüm bu verilenler ışığında şekil 12.c'de verilen grafik kullanılarak A mesafesi 109.7 ± 4.5 mm olarak hesaplanmıştır. Bu değer yukarıda bahsedilen belirsizliklerde göz önüne alındığında kabul edilebilir görülmektedir.



Şekil 12 Helyum UZ'nin demet kırıcı frekansı ile değişimi gösteren grafik. Bu grafiğin eğimi demet kırıcı açık konumu ile optik anahtar açık konumu arasındaki açısal farkı vermektedir. b) Helyum UZ'nin optik anahtar devresi sinyal seviyesi ile değişimini gösteren grafik. c) Helyum UZ'nin SMD kaynağı meme sıcaklığı ile değişimini gösteren grafik.

ii. Deney şartlarının UZ'ye etkileri

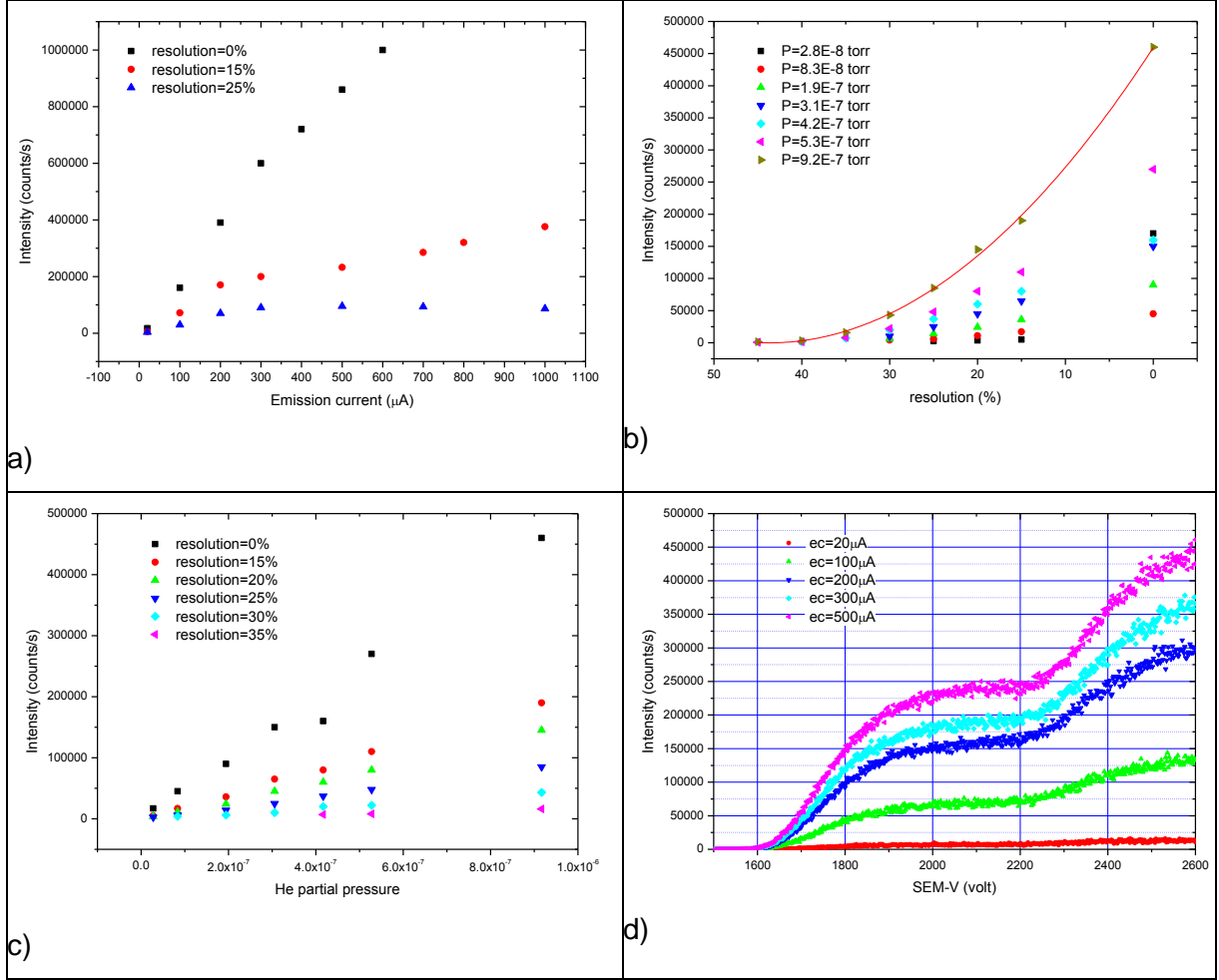
Aşağıdaki şekilde değişik deney şartlarının (oda sıcaklığındaki SMD kaynağı için) helyum UZ'ye etkileri gösterilmiştir. Bu grafikten de görülebileceği üzere tüm şartlar sabit olduğunda UZ'deki yayılım (spread) $0.5 \mu\text{s}$ 'i geçmemektedir. Buna ilave olarak şartlardan herhangi birindeki değişim UZ'yi en fazla $2 \mu\text{s}$ değiştirmektedir. Bu veriler ışığında farklı şartlarda gerçekleştirilen helyum ve pentasen UZ ölçüm sonuçlarının birbirleriyle kıyaslanabileceği sonucuna ulaşılmıştır.



Şekil 13 Değişik deney parametrelerinin oda sıcaklığındaki SMI kaynağı için helyum uçuş zamanına etkileri a) UZ'nin SMI kaynağındaki helyum basıncıyla değişimi. Bu ölçümlerde kullanılan SMI kaynağı memesinin çapı 110 μm 'dir ve ideal bir süpersonik demet için UZ kaynak basıncından bağımsız olmalıdır. B) UZ'nin KS'daki SEM-V ile değişimi. Teorik olarak SEM-V'deki 500 voltluk bir değişim UZ'yi ancak birkaç nano saniye değiştirebilir. C) UZ'nin iyon kütlesi ile değişimi. D) UZ'nin quadruplen çözünürlüğü ile değişimi.

iii. KS şartlarının sinyal seviyesine etkileri ve KS iyonlaştırma verimliliğinin tespiti

Bu bölümde farklı KS şartlarında ölçülen helyum ve pentasen şiddetlerinin birbiriyle kıyaslanarak bu maddelerin demet içindeki göreceleri oranlarını tespit edebilmek için, KS şartlarının helyum sinyal şiddetine etkileri ölçülmüştür. Bu bağlamda gerçekleştirilen ölçümlerin sonuçları aşağıda şekilde verilmiştir.



Şekil 14 Değişik parametrelerinin KS'deki helyum sinyal şiddetine etkileri: a) İyon kaynağı emisyon akımının helyum şiddetine etkisini farklı KS çözünürlük değerleri için gösteren grafik. b) KS çözünürlüğün helyum şiddetine etkisini farklı helyum kısmi basınçları için gösteren grafik. c) Helyum kısmi basıncının helyum şiddetine etkisini farklı KS çözünürlük değerleri için gösteren grafik. d) SEM-V'nin helyum şiddetine etkisini farklı İyon kaynağı emisyon akımı değerleri için gösteren grafik.

Bu veriler ışığında varılan sonuçlar şu şekilde özetlenebilir: KS'deki sinyal şiddeti hiçbir KS parametresi ile doğrusal bir bağıntı göstermediği gibi, bu bağıntının şekli diğer parametre değerlerine de bağlıdır. Bu nedenle belli bir parametre seti değerindeki sinyal şiddetinden başka bir parametre seti değerindeki sinyal şiddetini, basit oranlar kullanarak, elde etmek mümkün görünmemektedir. Dolayısı ile demet içindeki helyum ve pentasen miktarlarını kıyaslayabilmek için en iyi yol, detektörü doyurmadan her iki madde içinde yeterli sinyal şiddetini veren bir parametre seti seçmek olarak görünmektedir. Ancak bu mümkün olmazsa sinyal şiddetinin parametre değerleriyle doğrusal olarak değiştiği bir aralıkta çalışmak da yeterli olabilir.

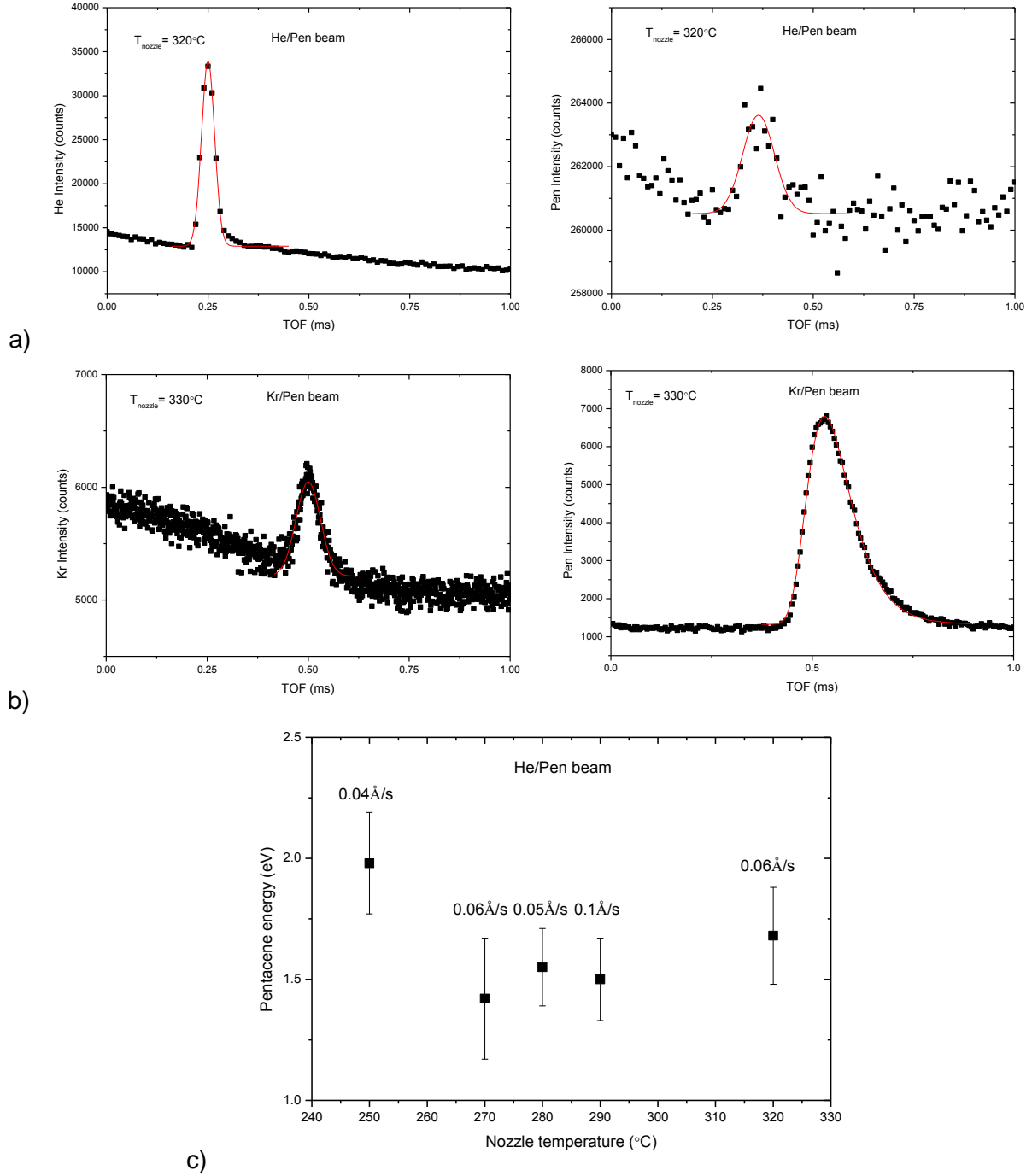
iv. UZ sonuçları

Değişik sıcaklıklarda helyum ve pentasen UZleri ölçülmüş ve bu UZler kullanılarak pentasen enerjileri sıcaklığa bağlı olarak aşağıda özetlenen şekilde elde edilmiştir: Öncelikle oda sıcaklığında saf helyum demeti için UZ ölçülmüş ve helyum için bu sıcaklıktaki teorik t_p değeri yukarıda verilen A mesafesi kullanılarak hesaplanmıştır. Sonraki adımda bu değerler ve helyum için t_q değeri kullanılarak t_0 süresi tespit edilmiştir. Son olarak pentasen için belli bir SMD kaynağı meme sıcaklığındaki enerji değeri, bu t_0 süresi ve pentasenin o sıcaklıktaki deneysel UZsi kullanılarak hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki grafiklerde özetlenmiştir. Şekillerden de görülebileceği üzere pentasen film büyütme için kullanılan SMD kaynağı meme sıcaklıklarında (250-300 °C) enerji yaklaşık olarak 1.5 eV ile 2.0 eV arasında değişmektedir. Normal olarak pentasen enerjisinin sıcaklıkla artması gerekirken şekil 15.c'de görüleceği üzere 250°C'de enerji en yüksek değere ulaşmaktadır. Bunun sebebi, ideal bir karışım demeti için, pentasen enerji değerinin teorik olarak, aşağıdaki formülde verildiği üzere, demetin ortalama kütlelerine yani demet içerisindeki pentasen oranına da bağlı olmasıdır.

$$E_{kin} = \frac{5}{2} \frac{m_{or}}{\bar{m}} RT$$

Bu formülde m_{or} organik bileşenin kütlesi, \bar{m} demetin ortalama kütlesi, T ise meme sıcaklığıdır. Deneysel olarak, demet içindeki pentasen oranını belirleyen SMD kaynağı gövde sıcaklığı, meme sıcaklığından tamamen bağımsız olmadığı için artan meme sıcaklığı ile gövde sıcaklığı da artmakta ve demet içerisindeki pentasen oranı ve dolayısı ile ortalama demet kütlesi de artış göstermektedir. Bu nedenle 250°C'de meme sıcaklığı nispeten düşük olsa bile demet içindeki pentasen oranı daha düşük olduğu için pentasen enerjisi diğer sıcaklıklarda daha yüksektir.

Aynı ölçümler kripton taşıyıcı gaz ile gerçekleştirildiğinde pentasen enerji değerinin 0.2 ± 0.2 eV olduğu görülmüştür. Kripton çok daha ağır bir taşıyıcı gaz olduğu için pentasen enerji değeri sıcaklıkla ve demet içerisindeki pentasen oranıyla, helyum taşıyıcı gaza göre, çok daha az değişim göstermektedir.

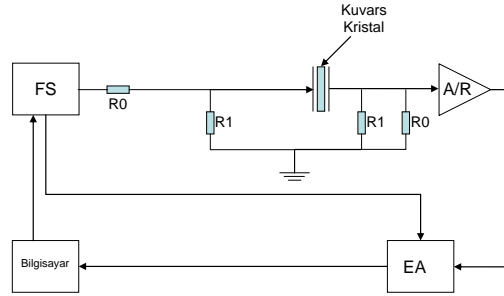


Şekil 15 Tipik çalışma basıncı olan 0.4 bar taşıyıcı gaz kaynağında elde edilen UZ eğrileri. (a) – (b) Farklı SMD meme sıcaklıklarında, He/Pen karışım demetinden elde edilen UZ eğrilerinden iki örnek. (c) – (d) Farklı SMD meme sıcaklıklarında, Kr/Pen karışım demetinden elde edilen UZ eğrilerinden iki örnek. (e) He/Pen karışım demeti için pentasen enerjisinin sıcaklıkla değişimini gösteren grafik. Her sıcaklıktaki en düşük pentasen akı değeri o sıcaklığa ait noktanın üzerinde belirtilmiştir.

d) KKMT sürücü devresinin/sisteminin geliştirilmesi ve Inficon çökeltme monitörünün kurulumu

Projenin bu aşamasında öncelikle Inficon çökeltme monitörünü (4) numaralı vakum odacığına takabilmek için bu odacık yeniden tasarlanmış ve çökeltme monitörü sensörü demet yolundan çıkarılabilecek şekilde hareketli bir flanaj vasıtasıyla (4) numaralı odacığa takılmıştır (bakınız **Şekil 11**).

ODTÜ-KKMT sürücü devresi ise, Bruschi ve ekibi tarafından önerilmiş (Bruschi, Delfitto *et al.*, 1999) ve aşağıdaki şekilde şematik olarak gösterilmiş olan, frekans modülasyonu yöntemi kullanılarak tasarlanmıştır. Bu teknikte kuvars kristali, bir frekans sentezleyici tarafından rezonans frekansında sürülür ve sürme frekansını düşük frekanslı ikinci bir sinyal tarafından modüle edilmektedir. Bu sayede kuvars kristalin rezonans frekansında (kristal üzerindeki metal film/elektrot yüzeyinde büyüyen film nedeniyle) meydana gelen değişim ve dolayısıyla da film kalınlığı ölçülebilmektedir.

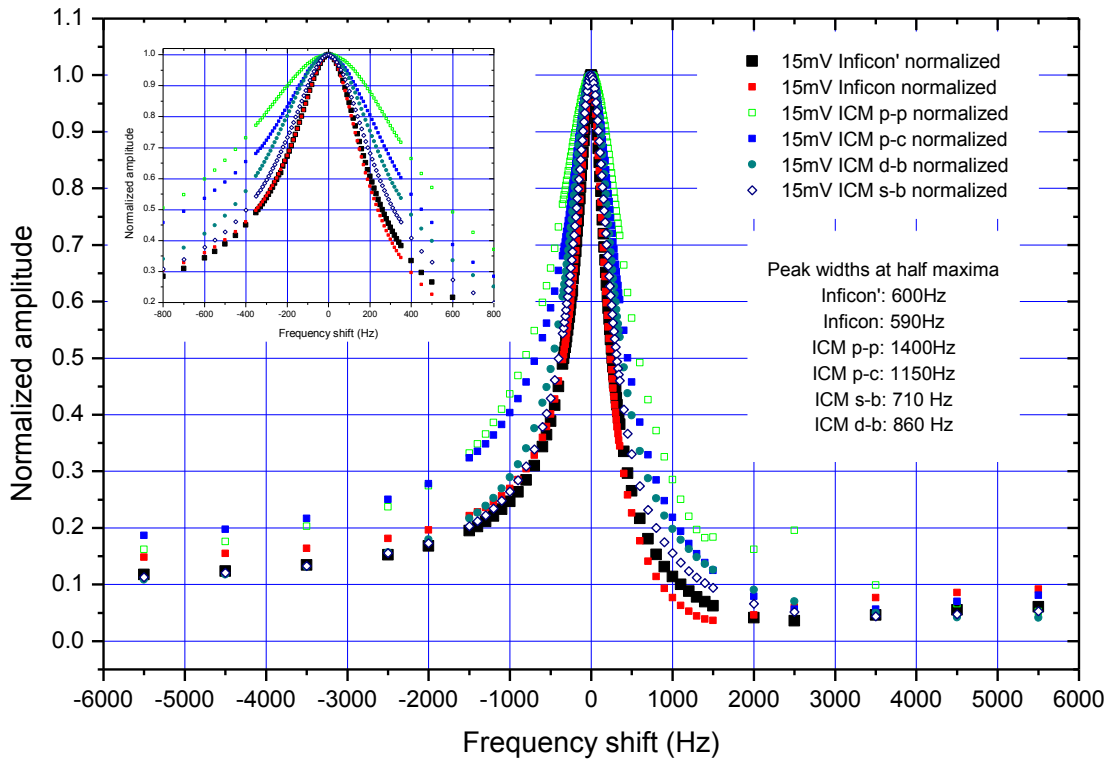


Şekil 16 Kuvars kristalleri sürmek için kullanılması düşünülen sistem. FS: Frekans sentezleyicisi, A/R: Amplifikatör/Rektifikatör bloğu, EA: Eşzamanlı Amplifikatör, R: Direnç.

Şekil 12'da gösterilen bileşenlerden FS, EA ve verileri bilgisayara aktarmak için kullanılan veri toplama kartı ticari firmalardan satın alınmış, A/R bloğu ticari bir firmaya özel olarak yaptırılmış (bu bileşenler **Şekil 6**'da da gösterilmiştir) ve son olarak sistemi kontrol eden bilgisayar yazılımı laboratuvarımızdaki öğrencilerin de katkısıyla özel bir şirkete hazırlanmıştır. Sistemin kurulumundan sonra farklı kuvars kristaller bu sistem ile sürülerek, HAK sistemi örnek haznesine uygun en iyi kristal çeşidi tespit edilmiştir. Aşağıdaki tabloda farklı kristaller için ölçülen kalite faktörü değerleri listelenmiştir. Bu tabloda görüleceği üzere en iyi sonuçlar cilalanmamış kristallerden elde edilmiştir. Ancak bu tip kristaller HAK ölçümlerine uygun olmadığı için sadece referans olarak kullanılmışlardır. Cilalı kristaller arasında en iyi sonuç ise tek tarafı şevli kristallerden elde edilmiştir.

Tablo 1 Değişik kuvars kristallerin özelliklerini ve ölçülen kalite faktörlerini gösteren tablo.

İsim	Özellikler	Ölçülen kalite faktörü (± 100)
Inficon	Inficon çökeltme monitörlerinde kullanılan ticari kristal. 14 mm çapında bir yüzü düzlemsel (planar) diğer yüzü dışbükey (convex) cilalanmamış 6 MHz rezonans frekansına sahip kristaller.	10200
Inficon'	Yukarıda özellikleri verilen ticari kristalin altın elektrotları temizlenerek, yerlerine HAK sistemi örnek haznesine uyumlu geometriye sahip yeni altın elektrotların tarafımızdan büyütülmesiyle elde edilen kristal.	10000
ICM p-c	ICM firmasına özel olarak yaptırılan 12 mm çapında bir yüzü cilalı ve düzlemsel diğer yüzü cilasız ve dışbükey olan 6 MHz rezonans frekansına sahip kristaller.	5200
ICM p-p	ICM firmasına özel olarak yaptırılan 12 mm çapında her iki yüzü de cilalı ve düzlemsel olan 6 MHz rezonans frekansına sahip kristaller.	4300
ICM d-b	ICM firmasına özel olarak yaptırılan 14 mm çapında her iki yüzü de cilalı, düzlemsel ve iki tarafının da kenarları şevli (beveled) olan 5 MHz rezonans frekansına sahip kristaller.	5800
ICM s-b	ICM firmasına özel olarak yaptırılan 14 mm çapında her iki yüzü de cilalı, düzlemsel ve tek tarafının kenarları şevli (beveled) olan 5 MHz rezonans frekansına sahip kristaller.	7000



Şekil 17 15 mV ta sürülen 4 farklı kristal için çıkış voltajının rezonans frekansından sapmaya bağlı değişimini gösteren kalite faktörü eğrileri. İÇteki şekil aynı eğrinin rezonans frekansı etrafında büyütülmüş halini göstermektedir

Bu aşamanın ardından KKMT sürücü devresinin performansı Inficon çökeltme monitörü kullanılarak test edilmiştir. Bu amaçla SMD kaynağı ile oluşturulan pentasen demetinin akışı, farklı koşullarda, her iki sistem kullanılarak ölçülmüş ve sonuçlar kıyaslanmıştır. Bu deneyler

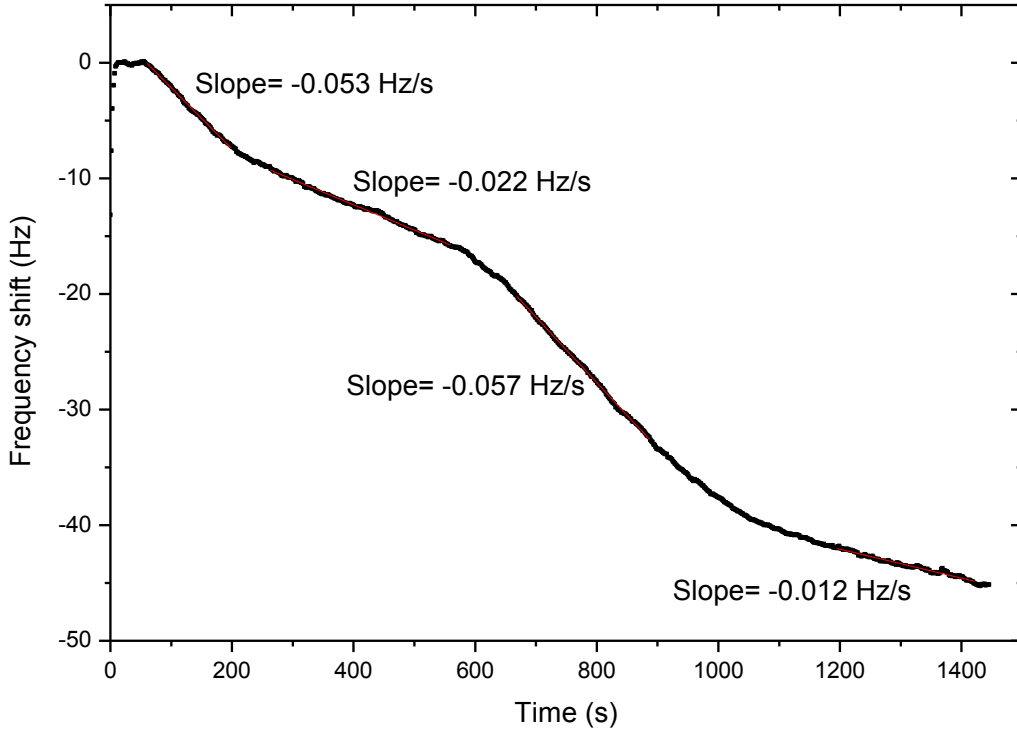
sonucunda elde edilen verilen aşağıdaki şekil (**Şekil 18** ve **Şekil 19**) ve tablolar (Tablo 2 ve Tablo 3) da özetlenmiştir. Bu verilerden de görüleceği üzere ODTÜ-KKMT sistemi ve Inficon çökeltme monitörü ile aynı şartlarda aynı çökeltme hızı ölçülmüştür (bakınız Tablo 2, birinci sıra ve Tablo 3, birinci sıra). Buda ODTÜ-KKMT sisteminin doğru bir şekilde çalıştığını göstermektedir.

Tablo 2 Değişik deney koşulları için ODTÜ-KKMT sistemi ve ICM p-c kristal ile ölçülen çökeltme hızı. Demet biçici=1 demet biçicinin dönüyor olduğuna, Demet biçici=0 ise biçicinin açık konumda sabit olduğuna işaret etmektedir. KS=1 KS'nin demet yolu üzerinde olduğuna, KS=0 ' KS'nin demet yolu dışında olduğuna işaret etmektedir.

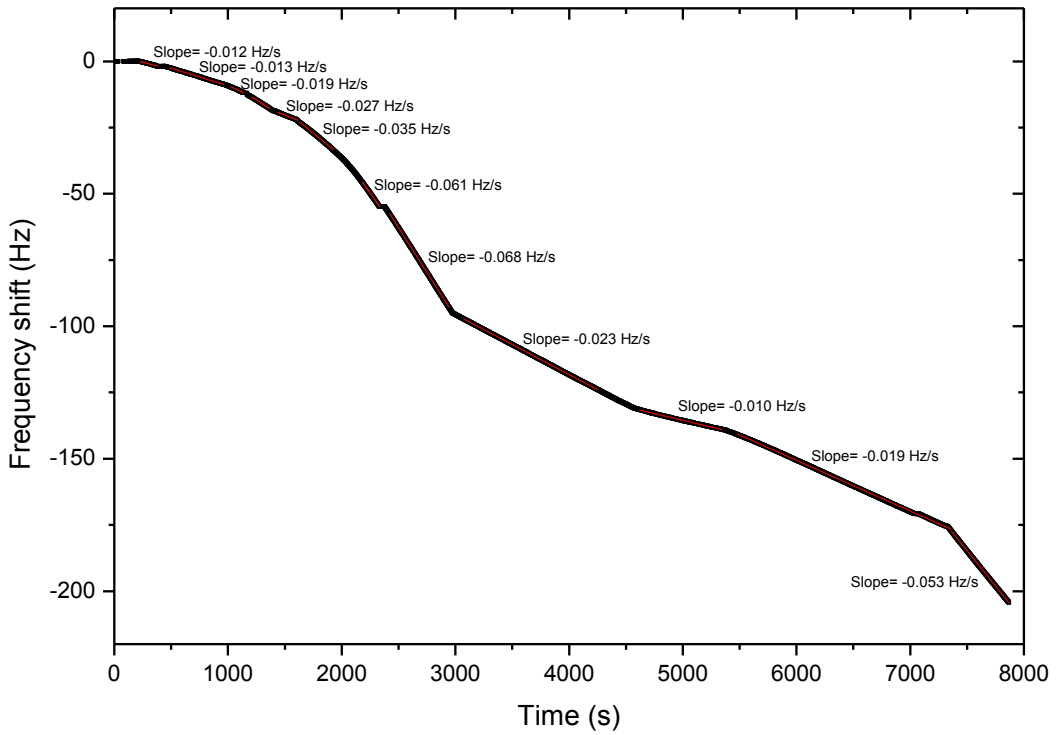
Kaynak basıncı	Organik kaynak odacığı basıncı	Kırınım odacığı basıncı	Kaynak meme (nozzle) sıcaklığı	Kaynak gövde sıcaklığı	Demet biçici	QMS	Çökeltme hızı
bar	torr	torr	C	C			Hz/s
0.3	6.50E-06	1.90E-07	265	282	0	0	-0.053
0.5	1.80E-05	3.80E-07	265	282	0	0	-0.022
0.2	4.00E-06	1.40E-07	265	282	0	0	-0.057
0.2	--	--	260	245	0	0	-0.012

Tablo 3 Değişik deney koşulları için Inficon çökeltme monitörü ile ölçülen çökeltme hızı. Demet biçici=1 demet biçicini dönüyor olduğuna, Demet biçici=0 ise biçicinin açık konumda sabit olduğuna işaret etmektedir. KS=1 KS'nin demet yolu üzerinde olduğuna, KS=0 KS'nin demet yolu dışında olduğuna işaret etmektedir.

Kaynak helyum basıncı	Organik kaynak odacığı basıncı	Kırınım odacığı basıncı	Kaynak meme (nozzle) sıcaklığı	Kaynak gövde sıcaklığı	Demet biçici	KS	Çökeltme hızı
bar	torr	torr	C	C			Hz/s
0.3	6.50E-06	1.90E-07	265	282	0	0	-0.053
0.3	6.50E-06	1.30E-07	265	282	1	0	-0.019
0.3	6.50E-06	1.30E-07	265	282	1	1	-0.019
0.5	1.80E-05	1.90E-07	266	280	1	1	-0.01
0.2	4.00E-06	1.10E-07	265	279	1	1	-0.023
0.2	4.00E-06	1.40E-07	262	279	0	1	-0.068
0.2	4.00E-06	1.40E-07	261	277	0	0	-0.061
0.2	4.00E-06	1.40E-07	258	266	0	0	-0.035
0.5	2.00E-05	4.10E-07	258	267	0	0	-0.017
0.3	--	--	257	268	0	0	-0.027
0.3	--	--	255	265	0	0	-0.019
0.3	9.00E-06	2.40E-07	253	250	0	0	-0.013
0.3	9.00E-06	2.40E-07	253	250	0	1	-0.012

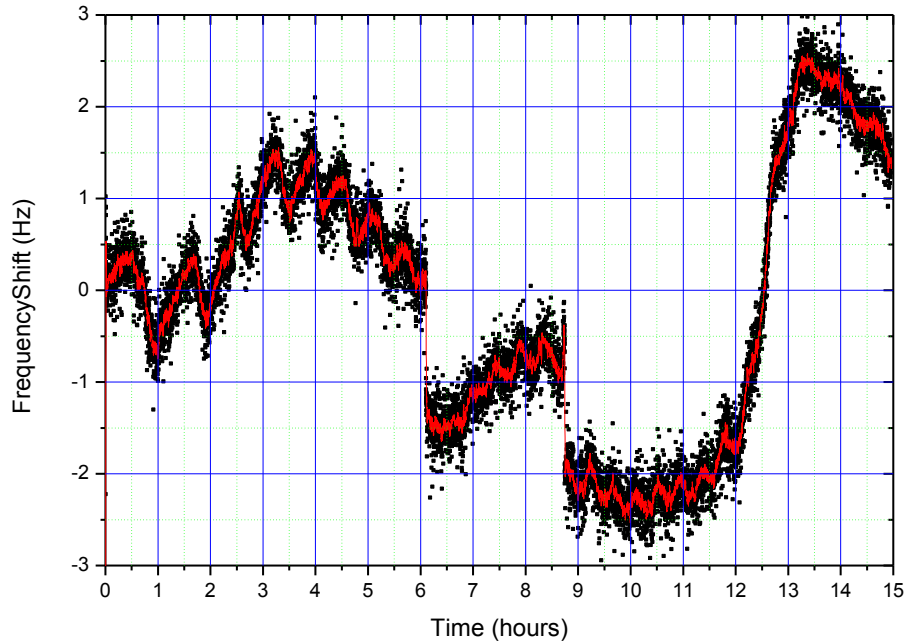


Şekil 18 Tablo 2’de verilen deney koşullarında, ODTÜ-KKMT devresi ile ölçülen, ICM p-c kristalin rezonans frekansında meydana gelen kaymayı gösteren grafik.



Şekil 19 Tablo 3’de verilen deney koşullarında, Inficon-ÇM ile ölçülen, Inficon kristalin rezonans frekansında meydana gelen kaymayı gösteren grafik.

Bu aşamadan sonra, son olarak KKMT sistemimin kararlılığı test edilmiştir (**Şekil 20**). Bu test sırasında, ölçümleri kolaylaştırmak/hızlandırmak amacıyla, kristal HAK örnek haznesine değil organik demet yolu üzerindeki ticari çökelme monitörü (Inficon) kristal haznesine bağlanmış ve bu nedenle kristalin sıcaklığı kontrol edilememiştir. Şekilde görüleceği üzere KKMT sistemi kısa zaman periyotlarında (bir-iki saat) oldukça kararlıdır (örneğin 9. ve 11. saatler arasında frekanstaki kayma 0.5 Hz'den azdır). Ancak uzun zaman aralıklarında frekansta önemli kaymalar ve/veya oynamalar görülmektedir. Bu kayma ve oynamaların sebebi zaman içinde kristalin sıcaklığında meydana gelene değişimlerdir. Bu ölçüm sırasında kristal sıcaklığı sabitlenemediği için oda sıcaklığı ile birlikte gün içinde değişim göstermiştir. Bunun dışında frekanstaki ani kaymalar (6, 9 ve 12. saatler) ve kısa periyotlu küçük oynamalar, KKMT sistemin diğer HAK sistemi bileşenleri ile elektronik etkileşiminden, elektrik şebekesindeki gürültülerden ve HAK sisteminin vakum seviyesindeki oynamalardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Ancak esas film büyütme deneyleri sırasında kristal HAK örnek haznesine yerleştirileceği için, hem sıcaklığı çok hassas kontrol edilebilecek hem de HAK sistemi vakum seviyesinde meydana gelen değişimlerden çok daha az etkilenecektir. BU durumda rezonans frekansında meydana gelen kayma en aza inecektir. Tüm bu veriler ışığında, farklı sıcaklık ve frekanslarda çalışabilen, çok hassas, universal bir sürücü devresinin başarıyla kurulduğu ve bu devreyle sürülecek KKMT sisteminin ileride planlanan film büyütme deneyleri için yeterince kararlı olduğu söylenebilir.



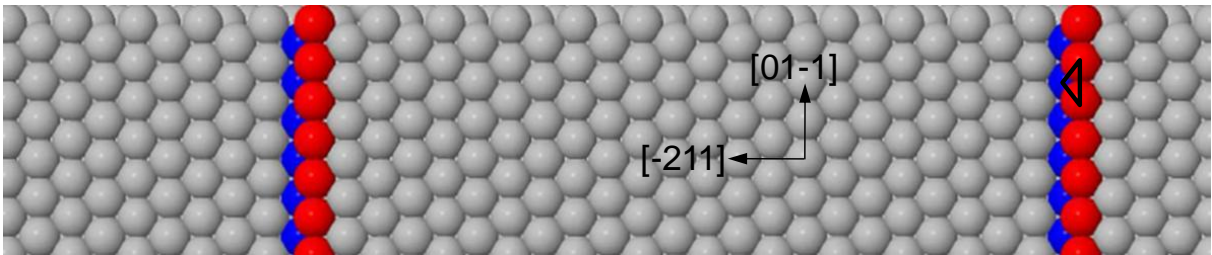
Şekil 20 15 mV ta sürülen tek tarafı şevli kristalin rezonans frekansında zamanla meydana gelen kaymayı gösteren grafik.

e) Kuvars kristaller üzerinde altın ve gümüş filmlerin büyütülmesi

Metal kaynağı olarak Kurt J. Lesker firmasından (East Sussex,UK) temin edilen en az 99.998% saflıkta altın, gümüş ve krom kullanılmıştır. Metal filmler ICM firmasından (Oklahoma City, ABD) temin edilen AT düzleminde kesilmiş cilalı 6 MHz'lik kuvars kristaller üzerinde büyütülmüştür. Büyütme işlemi ODTÜ-Fizik bölümünde mevcut olan buharlaştırma sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu sistemdeki termal buharlaştırma ve saçtırma yöntemlerinin her ikisi de kullanılmıştır. Metal filmler iki farklı Atomik Kuvvet Mikroskobu ile analiz edilmiştir. Bunlar, ODTÜ-Kimya bölümünde Prof. Dr. Gülsün Gökağaç'ın araştırma grubuna ait olan Multi Mode SPM Nanoscope IVA model Veeco marka cihaz ile Bilkent-UNAM'daki PSIA XE-100E model Park Systems marka cihazdır. AKM görüntüleri esas olarak temas modunda ve Nanosensors marka katkılanmış silikon tipler kullanılarak alınmıştır. Büyütülen filmlerin karakterizasyonu her filmin en az üç farklı noktasında farklı ölçeklerde AKM görüntüleri alınarak gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar kısmında verilecek pürüzlülük değerleri filmlerin farklı noktalarındaki pürüzlülük değerlerinin ortalaması alınarak hesaplanmıştır.

f) Ag(111) yüzeyleri üzerinde pentasen filmlerin büyütülmesi

Alttaş olarak Mateck GmbH (Jülich, Almanya) firmasından temin edilen (111) düzlemine en fazla 0.1° derece açı ile kesilmiş Ag(111) tek kristali (bundan sonra düz Ag(111) olarak adlandırılacaktır) ve (111) düzlemine [01-1] yönü etrafında 2.31° açı ile kesilmiş Ag(11,12,12) tek kristali kullanılmıştır. Bu yüzeylerin yapıları aşağıda verilmiştir.



Şekil 21 Ag(11,12,12) yüzeyinin şematik diagramı. Bu yüzey birbirlerinden {111} basamaklarla ayrılmış (111) teraslardan oluşmaktadır. Basamaklar [01-1] yönüne paralel, [-211] yönüne diktir. Teraslar 24 gümüş sırasından oluşmaktadır ve 58 Å genişliğindedir. Her basamak kenarındaki üst katmandaki gümüş atomları kırmızı ile alt katmandakiler mavi ile gösterilmiştir.

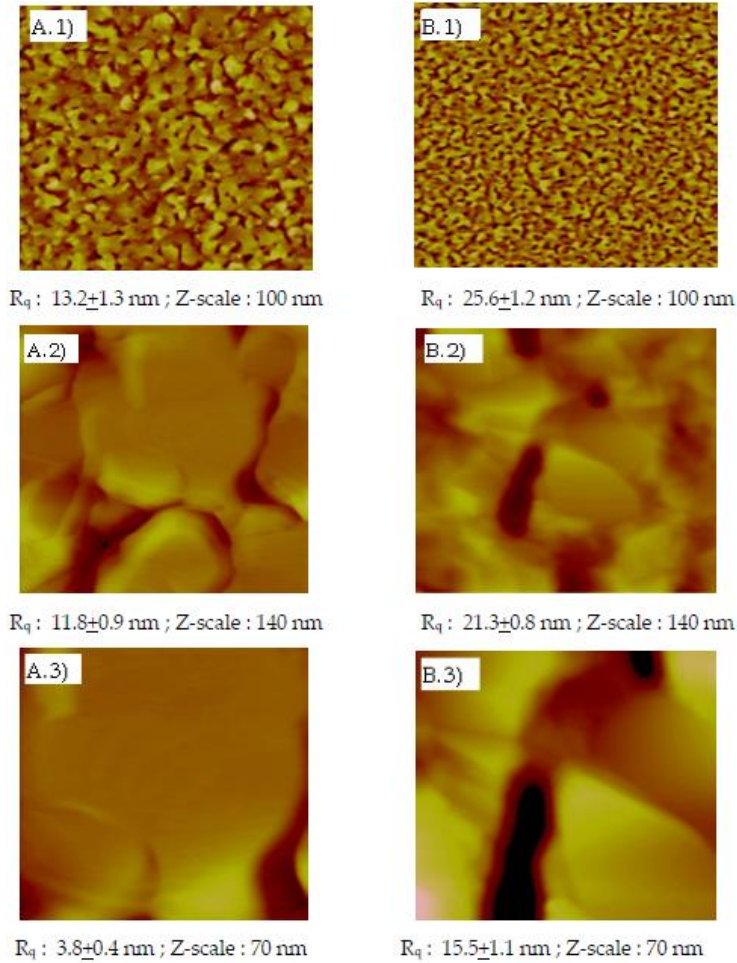
Bu alttaşlar üzerinde SMD metoduyla büyütülen pentasen filmlerin özellikleri yukarıdaki bölümlerde detaylandırılan metotlar/sistemler kullanılarak araştırılmıştır.

Bulgular ve tartışma

a) Kuvars kristaller üzerinde altın ve gümüş filmlerin büyütülmesi

i. Yapıştırıcı tabaka

Projenin bu kısmında öncelikle saçtırma büyütme yöntemi denenmiş ve kuvars üzerinde Cr yapıştırıcı tabakanın altın film morfolojisine etkisi araştırılmıştır. Bu doğrultuda öncelikle kuvars yüzeyler üzerinde oda sıcaklığında 6 nm kalınlığında Cr tabakası büyütülmüş ve bu tabakanın üzerinde de 250°C yüzey sıcaklığında 0.3 Å/s hızla 100 nm kalınlığında (bu şartlar bunda sonra standart büyütme şartları, SBŞ, olarak adlandırılacaktır) altın film büyütülmüştür. Aşağıdaki şekilde bu film ile aynı şartlarda ama Cr yapıştırıcı tabaka olmadan büyütülen diğer bir altın filmin AKM görüntüleri verilmiştir.

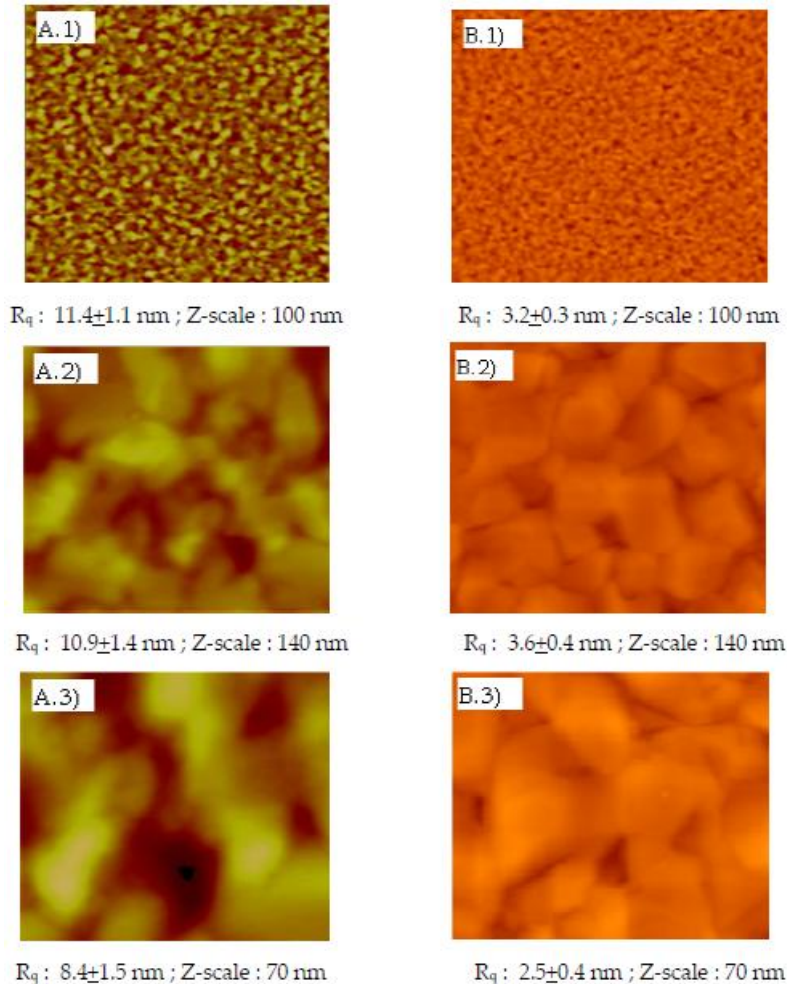


Şekil 22 Cr yapıştırıcı tabaka olmadan (A) ve yapıştırıcı tabaka ile (B) büyütülmüş altın filmlerin AKM görüntüleri. Görüntü boyutları: 10 µm x 10 µm (1), 1 µm x 1 µm (2), 500 nm x 500 nm (3)

Şekilde de görüleceği üzere yapıştırıcı tabaka ortalama grain boyutunun azalmasına ve pürüzlülük değerinin, hem büyük ölçekte (10 µm x 10 µm) hem de küçük ölçekte (500 nm x 500 nm), artmasına sebep olmuştur.

ii. Ön tavlama

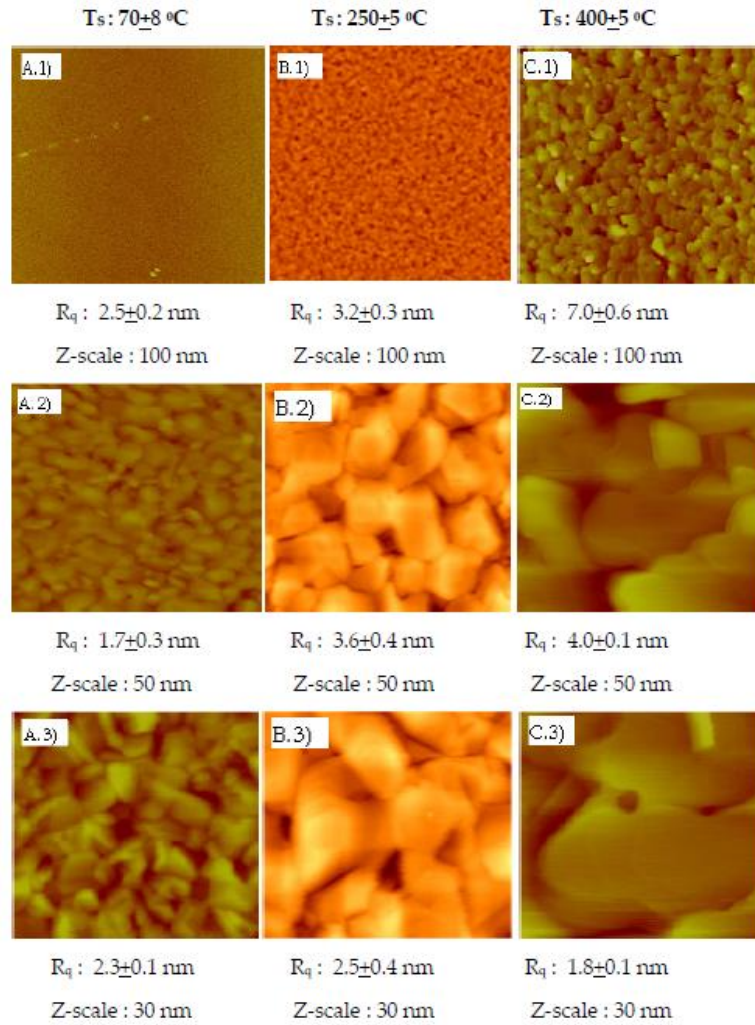
Kuvars kristale ön tavlama yapılmasının film morfolojisine etkileri, kuvars kristal 300 -350 °C'de 4 saat ön tavlama tabii tutularak araştırılmıştır. Aşağıdaki şekilde SBŞ'de çıplak kuvars üzerinde (Cr yapıştırıcı tabaka olmadan) ön tavlama yapılarak ve yapılmadan büyütülmüş iki farklı filmin AKM görüntüleri verilmiştir. Şekilde de görülebileceği üzere ön tavlama film pürüzlülüğünün düşmesine ve ortalama grain boyutunun artmasına sebep olmuştur.



Şekil 23 Ön tavlama yapmadan (A) ve yapılarak (B) kuvars üzerinde elde edilen altın filmlerin AKM görüntüleri. Görüntü boyutları: 10 µm x 10 µm (1), 1 µm x 1 µm (2), 500 nm x 500 nm (3)

iii. Alttaş sıcaklığı

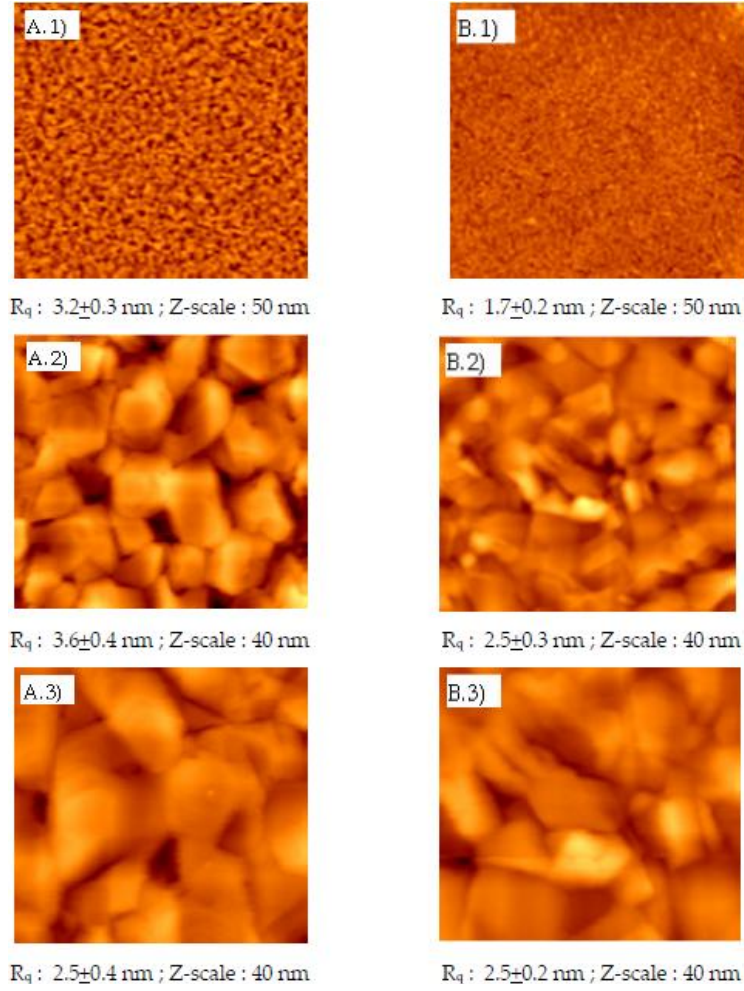
Alttaş sıcaklığının film morfolojisine etkileri, ön tavlama yapılmış çıplak kuvars kristaller üzerinde farklı alttaş sıcaklıklarında filmler büyütülerek incelenmiştir. Aşağıdaki şekilde üç farklı alttaş sıcaklığında ama aynı kalınlık ve hızda büyültmüş altın filmlerin AKM görüntüleri verilmiştir. Şekilde de görüleceği üzere alttaş sıcaklığı arttıkça ortalama grain boyutu artmakta buda büyük ölçekte ($10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ ve $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$) pürüzlülük değerini artırmaktadır. Bu artışın sebebinin artan alttaş sıcaklığı ile altın atomlarını difüzyon mesafelerinin artması ve dolayısı ile çekirdeklenme merkezlerinin sayısının düşmesi olduğu düşünülmektedir. Ancak film morfolojisi küçük ölçekte ($500\ \text{nm} \times 500\ \text{nm}$) incelendiğinde, atomik seviyede düz terasların ortalama boyutunun arttığı ve pürüzlülük değerinin düştüğü görülmektedir.



Şekil 24 $70\ ^\circ\text{C}$ (A), $250\ ^\circ\text{C}$ (B) ve $400\ ^\circ\text{C}$ 'de (C) alttaş sıcaklıklarında, ön tavlama yapılmış çıplak kuvars üzerinde elde edilen altın filmlerin AKM görüntüleri. Görüntü boyutları: $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ (1), $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ (2), $500\ \text{nm} \times 500\ \text{nm}$ (3)

iv. Kaplama hızı

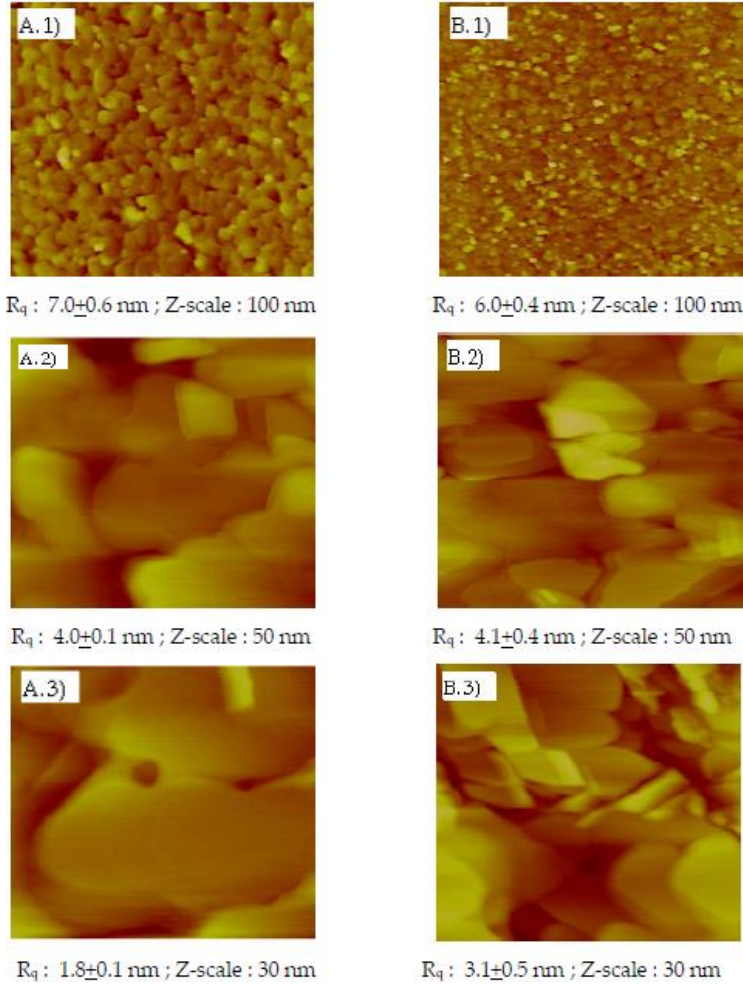
Kaplama hızının film morfolojisine etkileri farklı hızlarda büyütülen filmler incelenerek araştırılmıştır. Aşağıda iki farklı hızda çıplak kuvars kristaller üzerinde büyütülen altın filmlere ait AKM görüntüleri verilmiştir. Şekilde de görüleceği üzere kaplama hızındaki artış çekirdeklenme merkezlerinin sayısını artırmış buda daha küçük grainlerden oluşan daha homojen bir film morfolojisinin ortaya çıkmasına sebep olmuştur. Ancak bu değişim atomik seviyede düz terasların boyutunu düşürmüştür.



Şekil 25 0.3 Å/s (A) ve 5.0 Å/s (B) kaplama hızında, ön tavlama yapılmış çıplak kuvars üzerinde elde edilen altın filmlerin AKM görüntüleri. Görüntü boyutları: 10 μm x 10 μm (1), 1 μm x 1 μm (2), 500 nm x 500 nm (3)

v. Film kalınlığı

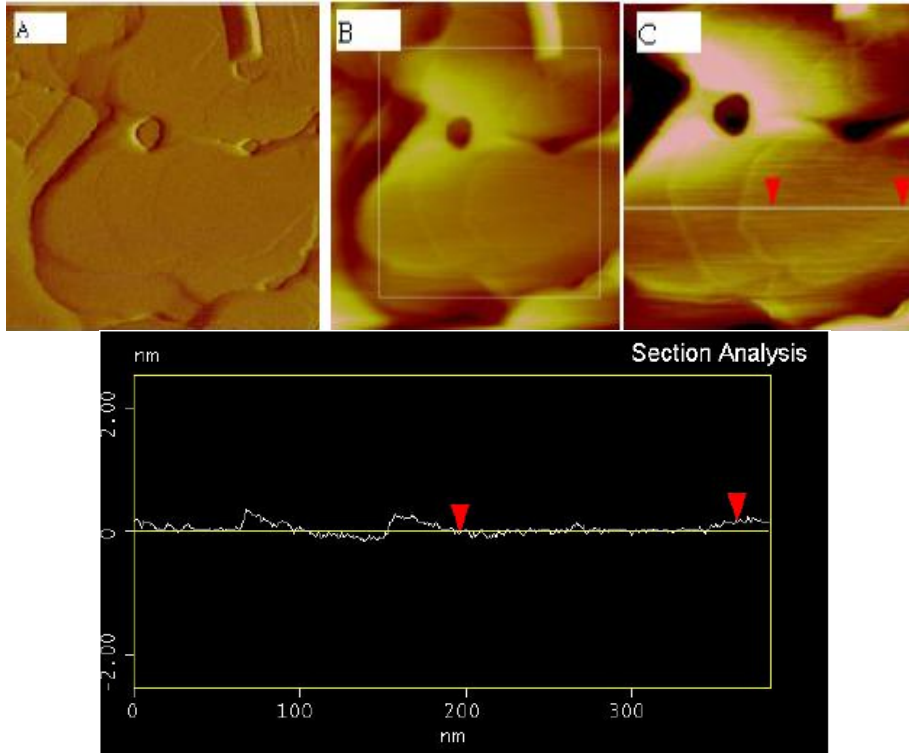
Kalınlığın film morfolojisine etkileri farklı kalınlıklarda filmler büyütülerek araştırılmıştır. Aşağıda iki farklı kalınlıkta film için AKM görüntüleri verilmiştir. Şekilde de görüleceği üzere düşük kalınlıkta grain boyutları küçülmüş ancak pürüzlülük değerleri büyük ölçekte anlamlı miktarda değişmemiştir. Küçük ölçekli görüntüler incelendiğinde ise film kalınlığındaki artışın pürüzlülük değerini artırdığı ve atomik seviyede düz terasların ortalama genişliğini düşürdüğü görülebilir.



Şekil 26 100 nm (A) ve 50 nm (B) kalınlığında, ön tavlama yapılmış çıplak kuvars üzerinde elde edilen altın filmlerin AKM görüntüleri. Görüntü boyutları: 10 μm x 10 μm (1), 1 μm x 1 μm (2), 500 nm x 500 nm (3)

vi. Sonuç

Özetlenen veriler ışığında en büyük atomik seviyede düz teras genişliğine sahip filmlerin ön tavlama yapılmış çıplak kuvars yüzeyler üzerinde, 400 °C alttaş sıcaklığında, 0.3 Å/s kaplama hızı ile büyütülmüş 100 nm kalınlığındaki filmler olduğu görülmüştür. Elde edilen bu sonuçlar literatürde belirtilen film büyütme parametrelerin film yapısına etkileri hakkındaki sonuçlarla aynı paraleldedir (Levlin, Laakso *et al.*, 1997; Liu, Brown *et al.*, 1997; Hopfner, Hehl *et al.*, 1999; Semaltianos e Wilson, 2000; Higo, Fujita *et al.*, 2006). Bu filmlere ait topografi ve bükülme (deflection) AKM görüntüleri ve bu görüntüler üzerinde gerçekleştirilmiş bir kesit analizi, film yapısını daha iyi anlaşılabilmesi için aşağıda verilmiştir. Kesit analizinde de görülebileceği üzere çok düşük pürüzlülükteki geniş alanlar (teraslar) birbirlerinden 0.2 – 0.3 nm'lik basamaklarla ayrılmaktadır. Au(111) tabakaların teorik kalınlığının 0.236 nm olduğu göz önüne alındığında, kesit analizinden görülen düz alanların atomik seviyede düz teraslar olduğu ve bunların birbirlerinde tek tabakalık basamaklarla ayrıldığı sonucuna varılabilir. Bu filmlerde atomik seviyedeki düz terasların alanları geniş bir dağılım göstermekteyse de, bu terasların en küçüğü yaklaşık 200 nm²'lik bir alana sahiptir. Bu genişlikteki teraslar helyum kırını deneyleri için yeterli olacaktır.



Şekil 27 En iyi yapıya sahip filmlerin bükülme (A), topografi (B) ve büyütülmüş topografi görüntüleri. Altta (C)'de gösterilen çizgi üzerinde gerçekleştirilmiş kesit analizi gösterilmektedir.

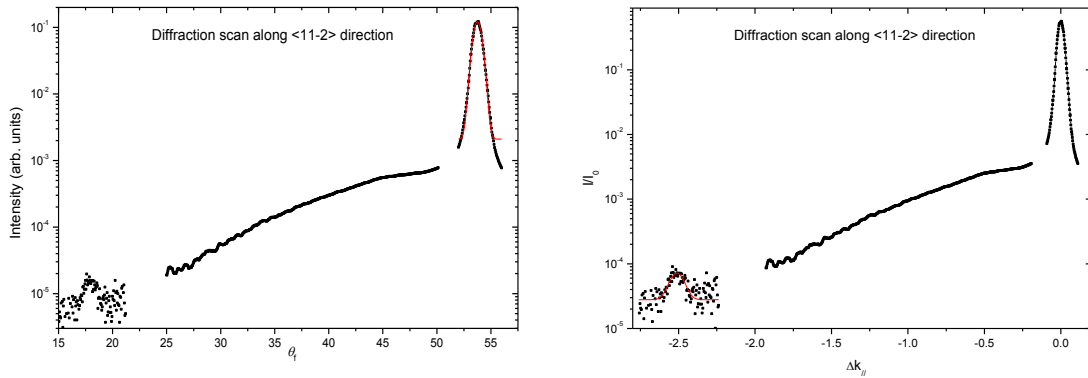
Son olarak teras alanlarını daha da artırmak için filmler vakumda büyütüldükten sonra alevde tavlınmaya (Dishner, Ivey *et al.*, 1998; Nogues e Wanunu, 2004) çalışılmıştır. Ancak KKMT çalışmalarına uygun kuvars kristaller çok ince oldukları için alevle tavlama sırasındaki yüksek sıcaklığın yol açtığı strese dayanamayıarak parçalanmıştır.

b) Pentasen filmlerin helyum kırınımı ile araştırılması

Projenin bu kısmında metot bölümünde belirtilen iki farklı gümüş (111) yüzeyi üzerinde SMD tekniği ile büyütülmüş pentasen filmlerin yapıları helyum HAK tekniği ile incelenmiştir. Bu iki farklı yüzey üzerinde elde edilen sonuçlar aşağıda ayrı ayrı özetlenecek ve daha sonra bu sonuçları karşılaştırmalı olarak, literatürle de kıyaslamalı bir şekilde, tartışılacaktır.

i. Ag(111) yüzeyi

Aşağıda temiz Ag(111) yüzeyinden elde edilen helyum kırınım eğrileri verilmiştir. Şekillerden de görüleceği üzere HAK sisteminde gerçekleştirilen püskürtme-tavlama döngüleri sonucunda Ag(111) yüzeyinden %65'e varan aynasal yansıma şiddeti ve seçilebilir bir kırınım doruğu gözlenmiştir. Bu kırınım doğrunun açılal konumu kullanılarak gelen helyum demetinin dalga vektörünün boyu 5.13 \AA^{-1} olarak tespit edilmiştir.

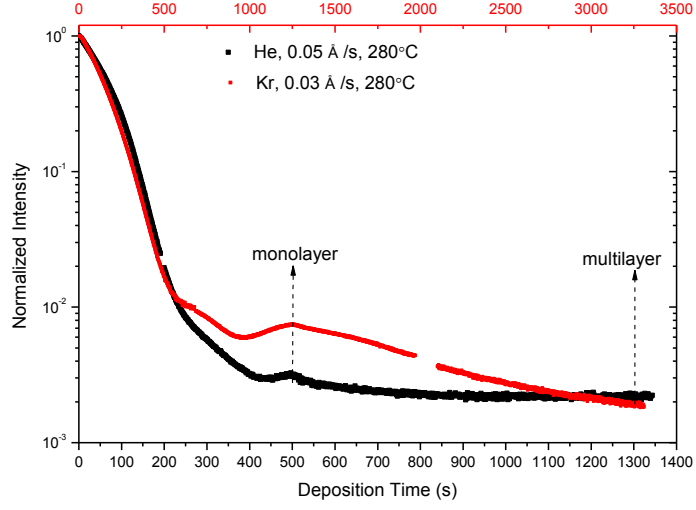


Şekil 28 Püskürtme-tavlama döngüleri sonucunda elde edilen temiz Ag(111) yüzeyinin helyum kırınım deseni. Bu yönde aynasal yansıma şiddetine gelen helyum şiddetinin %56'sı kadardır, farklı yönlerde bu oran %65'e kadar çıkmaktadır.

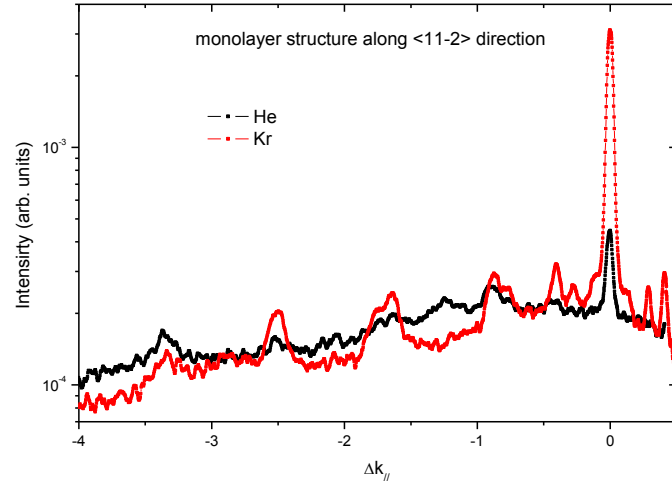
Bu şekilde gümüş yüzeyin temizliği ve düzgünlüğü teyit edildikten sonra bu yüzey üzerinde pentasen film büyütme çalışmalarına başlanmıştır. Aşağıdaki şekillerde helyum taşıyıcı gaz (yüksek enerji) ve kripton taşıyıcı gaz (düşük enerji) ile büyütülen filmler için helyum saçılma eğrileri verilmektedir. Şekil 29.a'da helyum aynasal yansıma şiddetinin pentasen çökeltme süresi ile değişimi gösterilmektedir. Şekilde de görüleceği üzere helyum ve kripton taşıyıcı gaz kullanıldığında çökeltme eğrileri farklılık arz etmektedir. Birinci tabaka

(monolayer) kripton ile daha yüksek aynasal yansıma şiddeti verirken, çoklu tabakalar (multilayer) büyüdükçe, kripton ile elde edilen şiddet helyum ile elde edilen değer altına düşmektedir. Bu verilerden, ilk tabakanın kripton ile daha düzenli ve düz bir yapıya sahip olduğu ancak kripton ile büyütülen çoklu tabakaların yapısının ve düzgünlüğünün helyum ile büyütülen çoklu tabakalardan daha aşağı olduğu sonucuna varılabilir. Aslında bu sonuç, şekil 29.b ve c'de verilen ilk tabaka ve çoklu tabaka helyum kırınım desenleri tarafından da teyit edilmektedir. İlk tabaka kırınım desenleri incelendiğinde her iki durumda da (helyum ve kripton) kırınım doruğu konumlarının aynı olduğu ancak doruk genişliklerinin ve şiddetlerinin kripton ile çok daha fazla olduğu görülebilir. Ayrıca her iki kırınım deseni de literatürde daha önce rapor edilen (Danisman, Casalis *et al.*, 2005) ve şekil 2 ve 3'de verilen tek tabaka kırınım desenleri ve yapıları ile uyumludur. Çoklu tabaka kırınım desenleri incelendiğinde ise, helyum ile, geniş de olsa, kırınım dorukları görülebilirken, kripton ile düzenli/periyojik bir yapının varlığına işaret eden herhangi bir kırınım doruğu görülememektedir. Helyum ile elde edilen kırınım deseni literatürde daha önce basamaklı Ag(111) yüzeyler üzerinde rapor edilen (Danisman, Casalis *et al.*, 2005) ve şekil 2 ve 3'de verilen çoklu tabaka kırınım desenleri ve yapıları ile uyumludur. Ancak doruk şiddet ve genişlikleri şekil 2'de basamaklı Ag(111) yüzeyler üzerinde görülenden çok daha kötüdür. Bu durum bu Ag(111) yüzeyin düz olması sebebiyle, düzenli bir çoklu tabaka (multilayer) yapısının, basamaklı bir yüzeydeki kadar kararlı hale getirilememesi ile açıklanabilir. Sonuç olarak düz Ag(111) yüzeyi üzerinde yüksek enerji ile belli oranda düzenli çoklu tabakalar oluşturulabilse bile bu tabakaların daha önce literatürde basamaklı Ag(111) yüzeyler üzerinde elde edilen çoklu tabaka filmlerden daha düzensiz ve daha küçük alanlara sahip olduğu söylenebilir. Yukarıda özetlenen ölçümler farklı pentasen akı değerleri içinde tekrarlanmış ve elde edilen sonuçların pensten akısı ile kayda değer bir değişim göstermediği görülmüştür (farklı akı değerlerindeki sonuçlar gösterilmemiştir.)

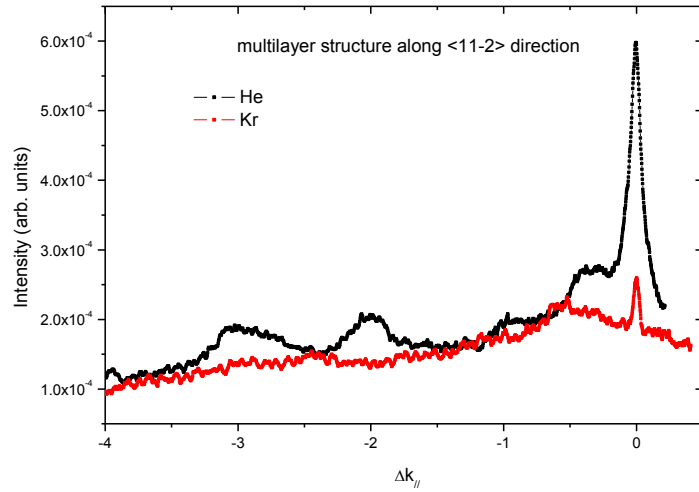
Bu aşamadan sonra elde edilen çoklu tabaka filmler tavlanaarak, tavlama sıcaklığının film yapısına etkileri ve çoklu tabakaların kararlılıkları araştırılmıştır. Şekil 30'da bu tavlama eğrileri görülebilir. Şekilde de görülebileceği üzere yaklaşık 400 K'de her iki taşıyıcı gaz ile büyütülen film için de bir desorpsiyon meydana gelmektedir. Ancak kripton ile büyütülen filmler için bu sıcaklığın biraz daha düşük olduğu görülebilir. Bunun sebebinin kripton ile büyütülen çoklu tabaka filmlerin helyum ile büyütülenlere göre daha düzensiz olması ve bu sebeple yüzeye/birbirlerine tutunma enerjilerinin biraz daha düşük olması ile açıklanabilir.



a)

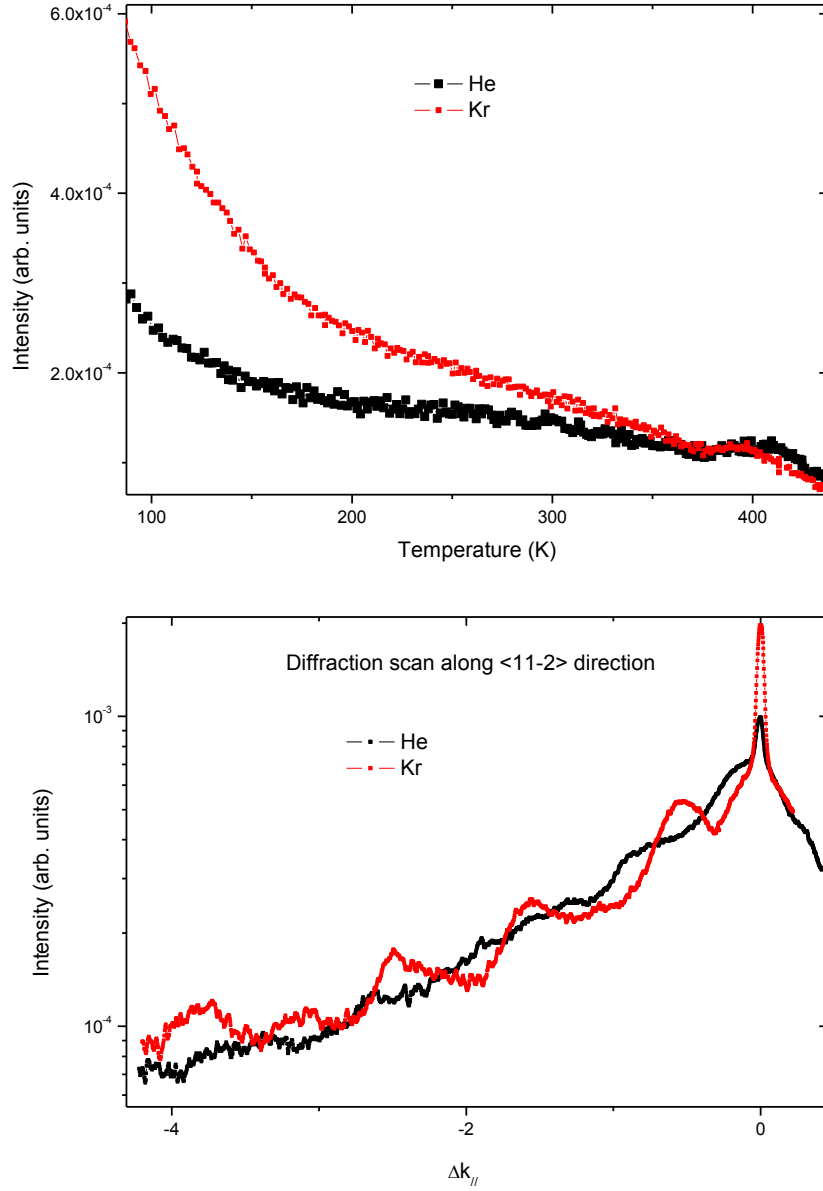


b)



c)

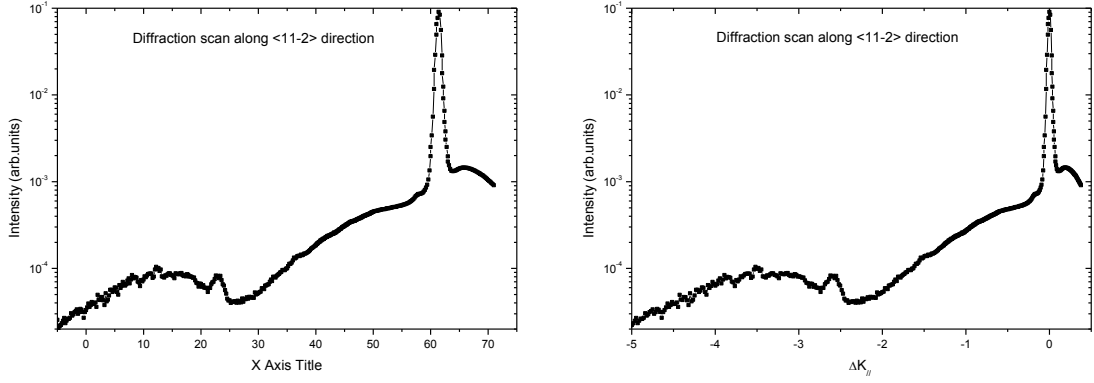
Şekil 29 Ag(111) yüzeyi üzerinde iki farklı enerjide büyütülen pentasen filmlerin çökme eğrileri ve helyum kırınım desenleri. Büyütme koşulları (taşıyıcı gaz cinsi, pentasen akışı ve SMB kaynağı meme sıcaklığı) şekil içlerinde verilmiştir.



Şekil 30 Şekil 29’de verilen filmlerin desorpsiyon eğrileri (üst panel) ve 500 K’de tavlama sonucunda elde edilen filmlerin helyum saçılma eğrileri (alt panel).

ii. Ag(11,12,12) yüzeyi

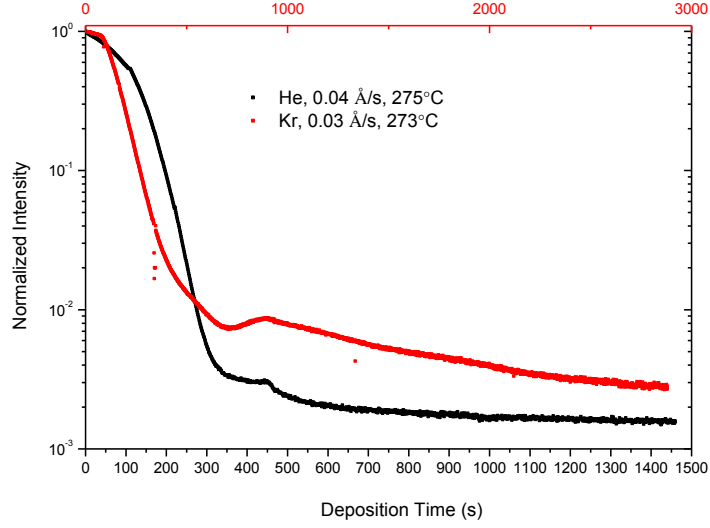
Aşağıda temiz Ag(11,12,12) yüzeyinden elde edilen helyum kırınım eğrileri verilmiştir. Şekillerden de görüleceği üzere HAK sisteminde gerçekleştirilen püskürtme-tavlama döngüleri sonucunda Ag(11,12,12) yüzeyinden %47’e varan aynasal yansıma şiddeti ve seçilebilir bir kırınım doruğu gözlenmiştir. Bir önceki bölümde verilen düz Ag(111) kırınım desenleri ile karşılaştırıldığında Ag(11,12,12) için aynasal yansıma ve kırınım dorukları etrafında geniş arka plan dorukları farklı olarak görülebilir. Bu geniş arka plan doruklarının sebebi Ag(11,12,12) yüzeyin basamaklı yapısıdır.



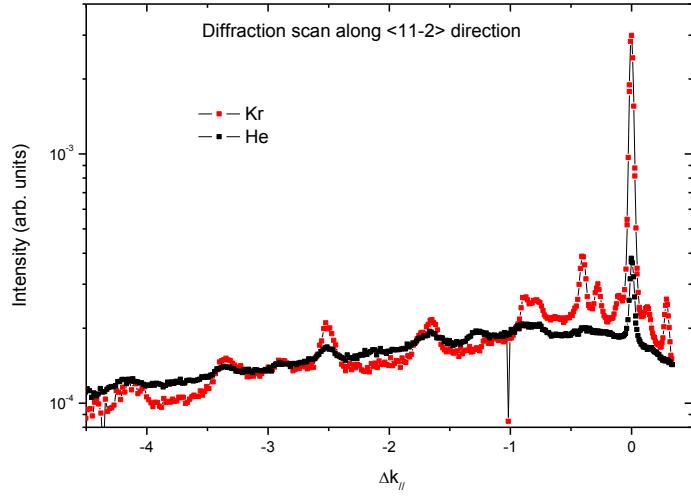
Şekil 31 Püskürtme-tavlama döngüleri sonucunda elde edilen temiz Ag(111) yüzeyinin helyum kırınım deseni. Bu yönde aynasal yansıma şiddetine gelen helyum şiddetinin %42'si kadardır, farklı yönlerde/günlerde bu oran %47'e kadar çıkmaktadır.

Bu şekilde gümüş yüzeyin temizliği ve düzgünlüğü teyit edildikten sonra bu yüzey üzerinde pentasen film büyütme çalışmalarına başlanmıştır. Aşağıdaki şekillerde helyum taşıyıcı gaz (yüksek enerji) ve kripton taşıyıcı gaz (düşük enerji) ile büyütülen filmler için helyum saçılma eğrileri verilmektedir. Şekil 32.a'da helyum aynasal yansıma şiddetinin pentasen çökeltme süresi ile değişimi gösterilmektedir. Şekilde de görüleceği üzere helyum ve kripton taşıyıcı gaz kullanıldığında çökeltme eğrileri farklılık arz etmektedir. Bu farklılık bir önceki bölümde düz Ag(111) yüzeyinde görülen farklılık ile aynı şekilde açıklanabilir. Yine Ag(11,12,12) yüzey üzerinde elde edilen ilk tabaka ve çoklu tabaka kırınım desenleri incelendiğinde bir önceki bölümde düz Ag(111) yüzeyinde elde edilen sonuçlarla aynı şekilde açıklanabileceği görülebilir. Ancak bu iki yüzeyden elde edilen sonuçlar arasında iki önemli fark mevcuttur. Bunlardan birincisi helyum ile elde edilen çoklu tabaka filmlerden ölçülen kırınım doruğu genişliklerinin, Ag(11,12,12) yüzeyi için Ag(111) yüzeyine göre daha düşük olmasıdır. Ag(11,12,12) yüzey üzerindeki filmlerin daha düzenli ve daha geniş alanlara sahip olduğunu gösteren bu durum Şekil 33'de açık olarak görülebilir. Bu gözlem literatürde daha önce rapor edilen üst tabakalardaki pentasen moleküllerinin eğimli geometrilerinin (şekil 3 c) ancak basamak kenarları tarafından karalı hale getirilebilmesi hipotezini güçlendirmektedir.

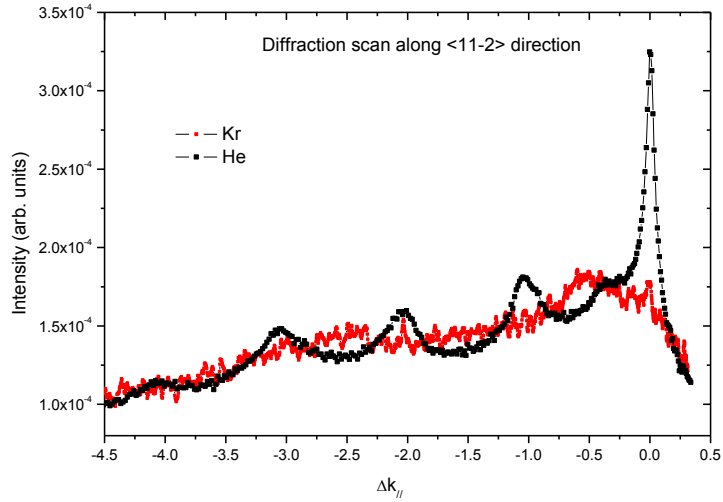
Ag(11,12,12) ve Ag(111) yüzeyleri arasındaki ikinci önemli fark çökeltme eğrilerinin başlangıcındaki aynasal yansıma şiddetinin azalma hızıdır. Şekil 34'de görülebileceği üzere gerek helyum, gerekse kripton ile çökeltmenin başlangıcında (ilk 200 saniye) helyum aynasal yansıma şiddeti Ag(111) üzerinde hızla düşerken, Ag(11,12,12) üzerinde çok daha yavaş bir şekilde azalmaktadır. Bu gözlem yine literatürde daha önce önerilen film oluşumunun basamak kenarlarından başladığı hipotezini teyit etmektedir.



a)

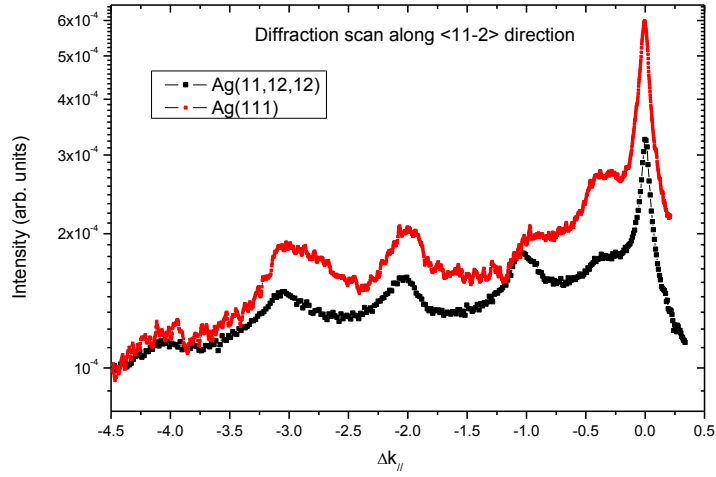


b)

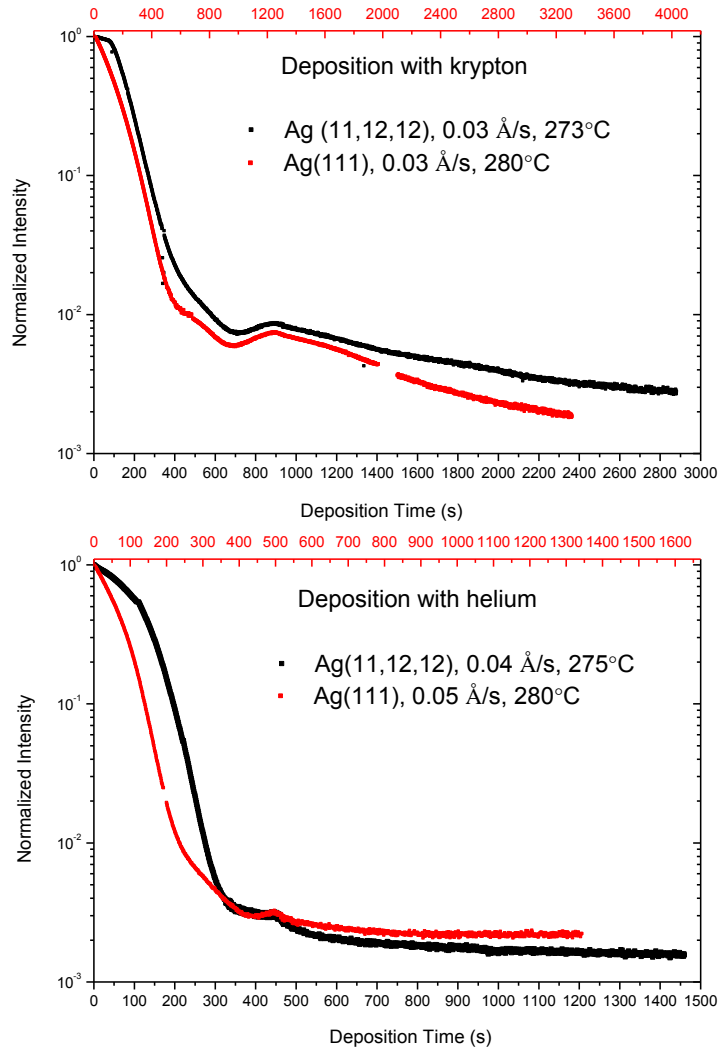


c)

Şekil 32 Ag(11,12,12) yüzeyi üzerinde iki farklı enerjide büyütülen pentasen filmlerin çökeltme eğrileri ve helyum kırınım desenleri. Büyütme koşulları (taşıyıcı gaz cinsi, pentasen akısı ve SMB kaynağı meme sıcaklığı) şekil içlerinde verilmiştir.



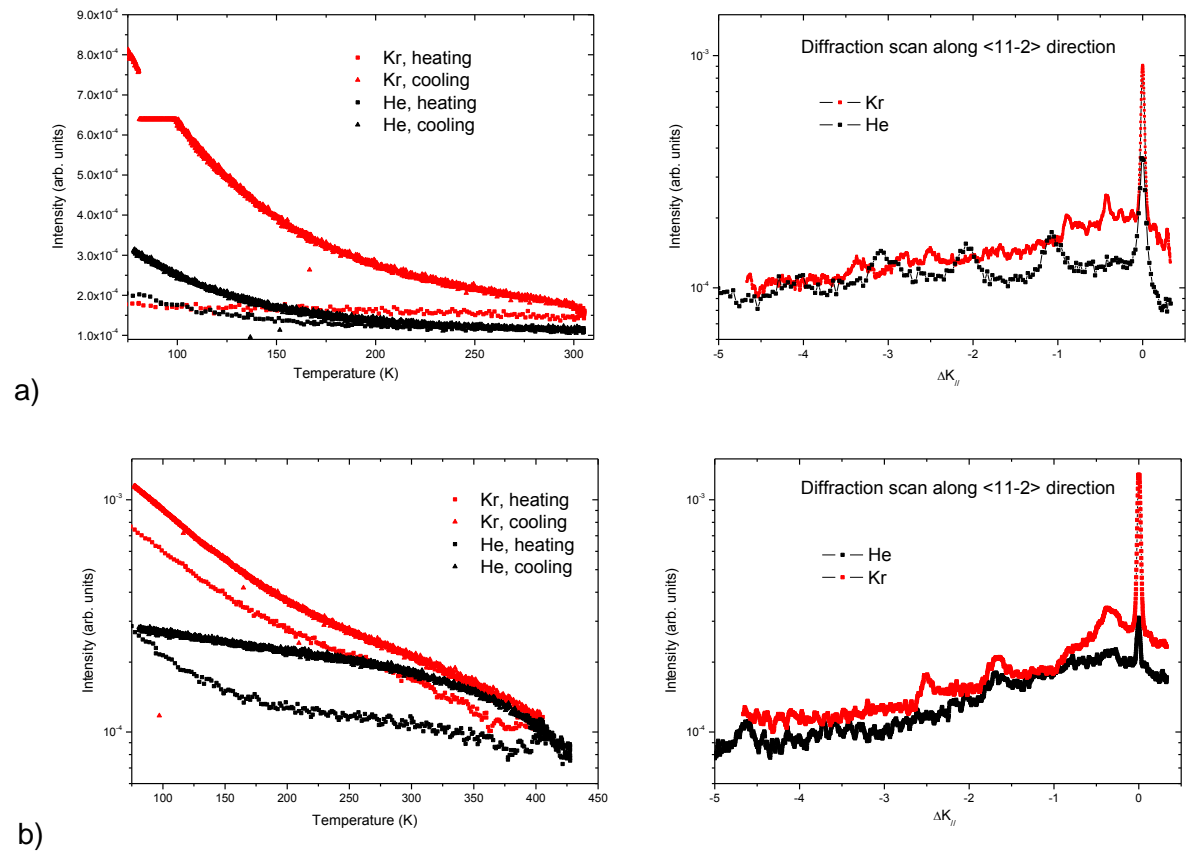
Şekil 33 Farklı gümüş yüzeyleri üzerinde helyum taşıyıcı gaz ile elde edilen pentasen çoklu tabaka kırınım desenleri.



Şekil 34 Farklı gümüş yüzeyleri üzerinde pentasen çökelme eğrileri.

Yukarıda özetlenen ölçümler farklı pentasen akı değerleri içinde tekrarlanmış ve elde edilen sonuçların pensten akısı ile kayda değer bir değişim göstermediği görülmüştür (farklı akı değerlerindeki sonuçlar gösterilmemiştir.)

Son olarak Ag(11,12,12) üzerinde elde edilen çoklu tabaka filmler tavlama sıcaklığının film yapısına etkileri ve çoklu tabakaların kararlılıkları araştırılmıştır. Şekil 35'de bu tavlama eğrileri görülebilir. Şekilde de görülebileceği üzere yaklaşık kripton ile büyütülen çoklu tabaka filmler 300 K'de yüzyi terk ederken, helyum ile büyütülen filmler için bu sıcaklık Ag(111) yüzeyinde olduğu üzere yaklaşık 400 K'dir. 400 K'de her iki taşıyıcı gaz ile büyütülen film için de bir desorpsiyon meydana gelmektedir. Ancak kripton ile büyütülen filmler için bu sıcaklığın biraz daha düşük olduğu görülebilir. Bunun sebebinin kripton ile büyütülen çoklu tabaka filmlerin helyum ile büyütülenlere göre daha düzensiz olması ve bu sebeple yüzeye/birbirlerine tutunma enerjilerinin biraz daha düşük olması ile açıklanabilir.



Şekil 35 a) 300 K'ye ısıtma ve soğutma eğrileri ve soğuma işlemi sonunda elde edilen kırınım desenleri. b) 400 K'ye ısıtma ve soğutma eğrileri ve soğuma işlemi sonunda elde edilen kırınım desenleri.

Sonuç

Bu projede öncelikle Türkiye’de bir ilk olarak Helyum Atom Kırınım (HAK) ve Süpersonik Moleküler Demet (SMD) Film Büyütme sistemleri kurulmuş ve bu sistemler birlikte ya da birbirinden bağımsız olarak düzenli/sağlıklı bir şekilde çalışır hale getirilmiştir. Bu sayede değişik organik filmlerin SMD tekniği ile büyütülebilmesi ve gerek bu filmlerin gerekse başka tip organik/inorganik ince filmlerin ve metal/inorganik yüzeylerin HAK tekniği ile incelenebilmesi için gerekli alt yapı ülkemize kazandırılmıştır. Sadece bu bile bu projede gerçekleştirilen diğer çalışmalardan bağımsız olarak başlı başına bir kazanımdır.

Projenin bir sonraki aşamasında HAK sistemine uçuş zamanı ölçümleri için bir kütle spektrometresi ve akı ölçümleri için biri ticari diğeri ise özel yapım iki adet kuvars kristal mikro terazi sistemi başarı ile eklenmiştir. Bu çalışmalara paralel olarak kuvars kristaller üzerinde altın ve gümüş filmler büyütülerek bunlar için en iyi film büyütme şartları tespit edilmiştir.

Nihayet projenin son aşamasında farklı basamak yoğunluklarına sahip iki farklı Ag(111) yüzeyi üzerinde SMD tekniği ile pentasen filmler büyütülerek bunların özellikleri akı ve enerjiye bağlı olarak HAK tekniği ile araştırılmıştır. Bu araştırmalar neticesinde yüksek pentasen enerjisinin ilk tabaka yapısında olumlu bir etkisi görülmezken, düzenli çoklu tabakaların ancak yüksek pentasen enerjilerin de büyütülebildiği görülmüştür. Buna ilave olarak basamak kenarlarının düzenli çoklu tabaka oluşumunu tetiklediği ve film oluşumunun basamak kenarlarından başladığı kesin bir şekilde teyit edilmiştir. Bu sonuçlar projenin son/uzatma döneminde elde edildiği için kantitatif veri analizleri halen devam etmektedir.

Bu sonuçlar ışığında ve proje başvurusunda belirtilen başarı ölçütleri göz önüne alındığında, projenin %90 oranında başarıya ulaştığı söylenebilir. Proje başvurusunda yapılması önerilen ancak gerçekleştirilemeyen tek çalışma Au(111) ve Kuvars/Au(111)-Ag(111) yüzeyler üzerinde pentasen filmlerin büyütülmesidir. Ancak bu deneylerin yapılabilmesi için teknik herhangi engel olmamakla birlikte, gerçekleştirilememelerinin tek sebebi zaman yetersizliğidir. Bu zaman yetersizliğinin kaynağı ise daha önce proje gelişme raporlarında da belirtildiği gibi, önem sırasına göre, (1) alt yapı eksikleri, (2) proje çalışmalarında istihdam edilecek öğrenci bulmadaki (Kimya bölümünde olmamız dolayısı ile gerekli fizik/mekanik/elektronik bilgisine ve bu alanda çalışma motivasyonuna sahip öğrenci sayısının az olması sebebiyle yaşadığımız) sıkıntılar ve bulunan öğrencilerin böyle bir sistemi kullanabilecek seviyeye getirilebilmeleri için gereken uzun zaman dolayısı ile özellikle HAK

deneylerinin çoğunun proje yürütücüsü tarafından bizzat gerçekleştirilmesi zorunluluğu ve (3) sıvı helyum teminindeki lojistik sorunlarıdır. Son iki sorun halen devam etmekle birlikte, bu projedeki en önemli başarı olarak, alt yapı sorunları büyük oranda giderilmiş ve HAK ve SMD sistemleri düzenli/verimli/sağlıklı bir şekilde çalışır hale getirilmiştir.

Bundan sonraki dönemde öncelikle eksik kalan deneylerin tamamlanması ve SMD kaynağının, meme sıcaklığının gövde sıcaklığından bağımsız bir şekilde kontrol edilebilmesine imkân verecek şekilde, modifiye edilerek moleküler enerjinin daha hassas bir şekilde kontrol edilebilmesi planlanmaktadır.

Referanslar

BALDACCHINI, C. et al. Electronic structure of long-range ordered pentacene structures on the stepped Cu(119) surface. **Surface Science**, v. 566, p. 613-617, 2004.

BEERNINK, G. et al. Importance of dewetting in organic molecular-beam deposition: Pentacene on gold. **Applied Physics Letters**, v. 85, n. 3, p. 398-400, 2004.

BRUSCHI, L.; DELFITTO, G.; MISTURA, G. Inexpensive but accurate driving circuits for quartz crystal microbalances. **Review of Scientific Instruments**, v. 70, n. 1, p. 153-157, Jan 1999. ISSN 0034-6748. Disponível em: < <Go to ISI>://000078186800028 >.

CASALIS, L. et al. Hyperthermal molecular beam deposition of highly ordered organic thin films. **Physical Review Letters**, v. 90, n. 20, p. 4, 2003.

CHKODA, L. et al. **Chem. Phys. Lett.**, v. 371, p. 548-552, 2003.

CORRADINI, V. et al. Growth morphology and electronic structure of 2D ordered pentacene on the Au(1 1 0)-(1 × 2) surface. **Surface Science**, v. 532-535, p. 249-254, 2003. Disponível em: < <http://www.scopus.com/scopus/inward/record.url?eid=2-s2.0-0038184111&partnerID=40&rel=R5.6.0> >.

DANISMAN, M. F.; CASALIS, L.; SCOLES, G. Supersonic molecular beam deposition of pentacene thin films on two Ag(111) surfaces with different step densities. **Physical Review B**, v. 72, n. 8, p. 9, Aug 2005. ISSN 1098-0121.

DIMITRAKOPOULOS, C. D.; MALENFANT, P. R. L. Organic thin film transistors for large area electronics. **Advanced Materials**, v. 14, n. 2, p. 99-117, 2002.

DISHNER, M. H. et al. Preparation of gold thin films by epitaxial growth on mica and the effect of flame annealing. **Journal of Vacuum Science & Technology a-Vacuum Surfaces and Films**, v. 16, n. 6, p. 3295-3300, Nov-Dec 1998. ISSN 0734-2101. Disponível em: < <Go to ISI>://000077023700020 >.

EREMTCHENKO, M. et al. Formation of molecular order on a disordered interface layer: Pentacene/Ag(111). **Physical Review B**, v. 72, n. 11, p. 9, 2005.

FANETTI, M. et al. Morphology of pentacene films deposited on Cu(119) vicinal surface. **Applied Surface Science**, v. 252, n. 15, p. 5568-5571, 2006.

FLOREANO, L. et al. Phase diagram of pentacene growth on Au(110). **Journal of Physical Chemistry B**, v. 110, n. 10, p. 4908-4913, 2006.

FORREST, S. R. Ultrathin organic films grown by organic molecular beam deposition and related techniques. **Chemical Reviews**, v. 97, n. 6, p. 1793-1896, 1997.

_____. The path to ubiquitous and low-cost organic electronic appliances on plastic. **Nature**, v. 428, n. 6986, p. 911-918, 2004. Disponível em: < <http://www.scopus.com/scopus/inward/record.url?eid=2-s2.0-2342486652&partnerID=40&rel=R5.6.0> >.

FRANCE, C. B. et al. Scanning tunneling microscopy study of the coverage-dependent structures of pentacene on Au(111). **Langmuir**, v. 19, n. 4, p. 1274-1281, 2003.

GAVIOLI, L. et al. Quasi-1D pentacene structures assembled on the vicinal Cu(119) surface. **Surface Science**, v. 566, p. 624-627, 2004.

_____. Long-range-ordered pentacene chains assembled on the Cu(119) vicinal surface. **Physical Review B**, v. 72, n. 3, p. 5, 2005.

GUAINO, P. et al. Long-range order in a multilayer organic film templated by a molecular-induced surface reconstruction: Pentacene on Au(110). **Applied Physics Letters**, v. 85, n. 14, p. 2777-2779, 2004.

HIGO, M. et al. Surface morphology of metal films deposited on mica at various temperatures observed by atomic force microscopy. **Applied Surface Science**, v. 252, n. 14, p. 5083-5099, May 2006. ISSN 0169-4332. Disponível em: < <Go to ISI>://000238168000023 >.

HOPFNER, U.; HEHL, H.; BREHMER, L. Preparation of ordered thin gold films. **Applied Surface Science**, v. 152, n. 3-4, p. 259-265, Nov 1999. ISSN 0169-4332. Disponível em: < <Go to ISI>://000084273000015 >.

HOROWITZ, G. Organic thin film transistors: From theory to real devices. **Journal of Materials Research**, v. 19, n. 7, p. 1946-1962, 2004.

HU, W. S. et al. Molecular orientation of evaporated pentacene films on gold: Alignment effect of self-assembled monolayer. **Langmuir**, v. 21, n. 6, p. 2260-2266, 2005.

IHM, K. et al. Molecular orientation dependence of hole-injection barrier in pentacene thin film on the Au surface in organic thin film transistor. **Applied Physics Letters**, v. 89, n. 3, 2006. Disponível em: < <http://www.scopus.com/scopus/inward/record.url?eid=2-s2.0-33746292945&partnerID=40&rel=R5.6.0> >.

KAFER, D.; RUPPEL, L.; WITTE, G. Growth of pentacene on clean and modified gold surfaces. **Physical Review B**, v. 75, n. 8, p. 14, 2007.

KANG, J. H.; ZHU, X. Y. Pi-stacked pentacene thin films grown on Au(111). **Applied Physics Letters**, v. 82, n. 19, p. 3248-3250, 2003.

_____. Layer-by-layer growth of incommensurate, polycrystalline, lying-down pentacene thin films on Au(111). **Chemistry of Materials**, v. 18, n. 5, p. 1318-1323, 2006.

KATZ, H. E. Recent advances in semiconductor performance and printing processes for organic transistor-based electronics. **Chemistry of Materials**, v. 16, n. 23, p. 4748-4756, 2004.

KELLEY, T. W. et al. Recent progress in organic electronics: Materials, devices, and processes. **Chemistry of Materials**, v. 16, n. 23, p. 4413-4422, 2004.

KRAUSE, B. et al. Thermal stability and partial dewetting of crystalline organic thin films: 3,4,9,10-perylenetetracarboxylic dianhydride on Ag(111). **Journal of Chemical Physics**, v. 119, n. 6, p. 3429-3435, 2003.

LEVLIN, M. et al. Evaporation of gold thin films on mica: Effect of evaporation parameters. **Applied Surface Science**, v. 115, n. 1, p. 31-38, May 1997. ISSN 0169-4332. Disponível em: < <Go to ISI>://A1997WX17800005 >.

LIU, Z. H.; BROWN, N. M. D.; MCKINLEY, A. Evaluation of the growth behaviour of gold film surfaces evaporation-deposited on mica under different conditions. **Journal of Physics-Condensed Matter**, v. 9, n. 1, p. 59-71, Jan 1997. ISSN 0953-8984. Disponível em: < <Go to ISI>://A1997WG76400009 >.

LOCKLIN, J. et al. Optimizing the thin film morphology of organic field-effect transistors: The influence of molecular structure and vacuum deposition parameters on device performance. **Polymer Reviews**, v. 46, n. 1, p. 79-101, 2006. Disponível em: <

<http://www.scopus.com/scopus/inward/record.url?eid=2-s2.0-32944476288&partnerID=40&rel=R5.6.0> >.

LUKAS, S.; WITTE, G.; WOLL, C. Novel mechanism for molecular self-assembly on metal substrates: Unidirectional rows of pentacene on Cu(110) produced by a substrate-mediated repulsion. **Physical Review Letters**, v. 88, n. 2, p. 4, 2002.

NOGUES, C.; WANUNU, M. A rapid approach to reproducible, atomically flat gold films on mica. **Surface Science**, v. 573, n. 3, p. L383-L389, Dec 2004. ISSN 0039-6028. Disponível em: < <Go to ISI>://000225762500001 >.

PRATONTEP, S. et al. Nucleation and growth of ultrathin pentacene films on silicon dioxide: effect of deposition rate and substrate temperature. **Synthetic Metals**, v. 146, n. 3, p. 387-391, 2004.

RUIZ, R. et al. Pentacene thin film growth. **Chemistry of Materials**, v. 16, n. 23, p. 4497-4508, 2004.

_____. Pentacene ultrathin film formation on reduced and oxidized Si surfaces. **Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics**, v. 67, n. 12, p. 1254061-1254067, 2003.

SEMALTIANOS, N. G.; WILSON, E. G. Investigation of the surface morphology of thermally evaporated thin gold films on mica, glass, silicon and calcium fluoride substrates by scanning tunneling microscopy. **Thin Solid Films**, v. 366, n. 1-2, p. 111-116, May 2000. ISSN 0040-6090. Disponível em: < <Go to ISI>://000087078800020 >.

SOHNCHEN, S.; LUKAS, S.; WITTE, G. Epitaxial growth of pentacene films on Cu(110). **Journal of Chemical Physics**, v. 121, n. 1, p. 525-534, 2004.

TOCCOLI, T. et al. Controlling field-effect mobility in pentacene-based transistors by supersonic molecular-beam deposition. **Appl. Phys. Lett.**, v. 88, n. 13, p. 3, 2006.

WANG, Y. L. et al. Structural evolution of pentacene on a Ag(110) surface. **Physical Review B**, v. 69, n. 7, p. 5, 2004.

WITTE, G.; WOLL, C. Growth of aromatic molecules on solid substrates for applications in organic electronics. **Journal of Materials Research**, v. 19, n. 7, p. 1889-1916, 2004.

YAGI, I.; TSUKAGOSHI, K.; AOYAGI, Y. Growth control of pentacene films on SiO₂/Si substrates towards formation of flat conduction layers. **Thin Solid Films**, v. 467, n. 1-2, p. 168-171, 2004.

**TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU**

Proje No: 107T408
Proje Başlığı: Ag(111) ve Au(111) Yüzeyleri Üzerinde Süpersonik Moleküler Işın Tekniğiyle Üretilen Pentacene İnce Filmlerin, Kuvars Kristal Mikro Terazi ve Helyum Atomu Difraksiyonu Teknikleri ile İncelenmesi ve Optimizasyonu
Proje Yürütücüsü ve Araştırmacılar: M. Fatih Danışman
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi: ODTÜ - Kimya Bölümü
Destekleyen Kuruluş(ların) Adı ve Adresi:
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri: 01/10/2007 – 01/01/2011
Öz (en çok 70 kelime) <p>Özellikle organik ince film transistörlerinin performanslarının artırılması için, pentacene ince filmlerin domain boyutlarının artırılması, değişik film fazlarının tespit edilmesi ve bunların kararlılıklarının saptanması gerekmektedir. Bu projede Au(111) ve Ag(111) yüzeyler üzerindeki pentacene ince filmlerin, film kalınlığına, film büyütme esnasındaki molekül akışı ve enerjisine, ve metal yüzeyin basamak yoğunluğuna bağlı yapılarının aydınlatılması ve dolayısıyla en yüksek kaliteli filmi veren parametrelerin ortaya çıkarılması hedeflenmiştir.</p>
Anahtar Kelimeler: Helyum kırınımı, organik yarı iletken ince filmler, süpersonik moleküler demet kaplama
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu mu? Evet <input type="checkbox"/> Gerekli Değil <input checked="" type="checkbox"/> Fikri Ürün Bildirim Formu'nun tesliminden sonra 3 ay içerisinde patent başvurusu yapılmalıdır.
Projeden Yapılan Yayınlar: <ul style="list-style-type: none">• Mehmet Fatih Danışman, Ersen Mete, Berrin Özkan, İlker Demiroğlu, Şinasi Ellialtıoğlu, "Structural and Electronic Investigation of Pentacene Thin Films on Flat and Stepped Ag(111) Surfaces", NanoTr-VI, Haziran 2010• M. Fatih Danışman, Berrin Özkan, "Kuvars Kristal Mikro Terazi Uygulamaları için Altın ve Gümüş Filmlerin Hazırlanması", 24. Ulusal Kimya Kongresi, Haziran 2010• Mehmet Fatih Danışman, Ersen Mete, Berrin Özkan, İlker Demiroğlu, Şinasi Ellialtıoğlu, "Structural and Electronic Investigation of Pentacene Thin Films on Flat and Stepped Ag(111) Surfaces", European Conference on Surface Science, Eylül 2010• Berrin Özkan, "Growth of Gold Films on Quartz Surfaces for Quartz Crystal Microbalance Application", Yüksek Lisans tezi, Temmuz 2010• Berrin Özkan, M. Fatih, Danışman, "Growth of Gold Films on Quartz Surfaces" Surface Science'a sunulmak üzere hazırlık aşamasında.• M. Fatih Danışman, "Simultaneous Detection of Surface Coverage by Helium Atom Diffraction and Quartz Crystal Microbalance Techniques" Review of Scientific Instruments'e sunulmak üzere hazırlık aşamasında.• Berrin Özkan, Erol Albayrak, Ginangelo Bracco, M. Fatih Danışman, "Pentacene thin films on Ag(11,12,12) surface" Journal of Physical Chemistry C'e sunulmak üzere hazırlık aşamasında.