<u>İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ</u>

TOPOLOJİK YALITKANLARIN VE TOPOLOJİK SÜPERİLETKENLERİN MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN TARAMALI UÇ MİKROSKOPLARI (TUM) TEKNİKLERİ İLE ARAŞTIRILMASI

DOKTORA TEZİ Kübra ÇELİK

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

ARALIK 2017



<u>İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ</u>

TOPOLOJİK YALITKANLARIN VE TOPOLOJİK SÜPERİLETKENLERİN MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN TARAMALI UÇ MİKROSKOPLARI (TUM) TEKNİKLERİ İLE ARAŞTIRILMASI

DOKTORA TEZİ

Kübra ÇELİK (521112003)

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Hakan Özgür ÖZER Eş Danışmanı: Prof. Dr. Ahmet ORAL

ARALIK 2017



İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 521112003 numaralı Doktora Öğrencisi Kübra ÇELİK, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı "TOPOLOJİK YALITKANLARIN VE TOPOLOJİK SÜPERİLETKENLERİN MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN TARAMALI UÇ MİKROSKOPLARI (TUM) TEKNİKLERİ İLE ARAŞTIRILMASI" başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı :	Doç. Dr. Hakan Özgür ÖZER İstanbul Teknik Üniversitesi	
Eş Danışman :	Prof. Dr. Ahmet ORAL Orta Doğu Teknik Üniversitesi	
Jüri Üyeleri :	Prof. Dr. Mustafa Kamil ÜRGEN İstanbul Teknik Üniversitesi	
	Prof. Dr. Bulat Z. RAMİ Gebze Teknik Üniversitesi	
	Doç. Dr. Kaan GÜVEN Koç Üniversitesi	
	Doç. Dr. Ahmet Levent SUBAŞI İstanbul Teknik Üniversitesi	
	Doç. Dr. Seda AKSOY ESİNOĞLU İstanbul Teknik Üniversitesi	

Teslim Tarihi: 19 Ekim 2017Savunma Tarihi: 14 Aralık 2017







ÖNSÖZ

Doktora çalışmalarımda her zaman destek veren, bilgi birikimi ile yol gösteren ve zor zamanlarda ışık tutan sayın danışman hocam Doç. Dr. Hakan Özgür Özer'e sağladığı tüm imkânlar ve yardımları için teşekkürlerimi bir borç bilirim. Tez çalışmalarımda hep yanımda olan, projeleri ile her zaman beni destekleyen, sayın eş danışman hocam Prof. Dr. Ahmet Oral'a bilgi birikimi, yol göstericiliği ve sunduğu tüm imkânlar için sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Sunduğu tüm alet-teçhizat, laboratuvar ve altyapı olanakları için Nanomanyetik Bilimsel Cihazlar firmasına özel bir teşekkürü bir borç bilirim.

Deneysel çalışmalarım sırasında anlayış ve desteklerini gördüğüm arkadaşlarım Dr. Özgür Karcı'ya, Dr. Münir Dede ve tüm Nanomanyetik çalışanlarına, Dr. Haluk Eren'e ve Süleyman Çelik'e çok teşekkür ederim.

Ortak çalışmalar yaptığım değerli hocalarım Prof. Kazuo Kadowaki'ye, Prof. Hyunsoo Yang'a, Dr. Dutta Tanmay'a ve Dr. Shumaila Karamat'a sağladığı numuneler ve destekleri için teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımda manevi olarak hep yanımda olan, çalışkanlığı ile örnek olan sevgili babam Hüseyin'e, en büyük destekçim ve yol göstericim olan fedakâr annem Sevgi'ye ve her anımda desteğini hissettiğim varlığı ile beni gururlandıran sevgi dolu kardeşim Sevda'ya gösterdikleri sabır, sevgi ve anlayış için çok teşekkür ederim.

İki küçük yavruma hayattaki ilk yıllarında benim zor zamanlarıma katlandıkları için, o tatlı ve huzur dolu varlıkları sayesinde bana hep güç verdikleri için, anneliği bana tattırdıkları için kızım Tuğba Meryem'e, oğlum Furkan Mehmet'e çok teşekkür ederim.

Son olarak yardım ve önerileri ile katkılarını esirgemeyen, zor zamanlarımda hep yanımda olan, yol göstericim, eşim, dostum, ailemizin temel direği sayın Dr. Ümit Çelik'e sonsuz sevgilerimi ve teşekkürlerimi sunarım. O olmasaydı hiçbir şey mümkün olmazdı.

Aralık 2017

Kübra Çelik



İÇİNDEKİLER

<u>Sayfa</u>

ÖNSÖZ	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xi
SEMBOLLER	xiii
ÇİZELGE LİSTESİ	XV
ŞEKİL LİSTESİ	xvii
ÖZET	xxi
SUMMARY	XXV
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı	3
1.2 Tezin Kapsamı	
1.3 Tez Çalışmasının Ana Hatları	4
2. TARAMALI UÇ MİKROSKOPİLERİ TEKNİKLERİ VE SO	OĞUTMA
SİSTEMLERİ	7
2.1 Taramalı Uç Mikroskobisi Teknikleri	7
2.1.1 Taramalı tünelle mikroskobu	9
2.1.2 Atomik kuvvet mikroskobu	10
2.1.2.1 AKM algılama tipleri	11
2.1.2.2 AKM yüzey tarama tekniği	12
2.1.2.3 AKM görüntüleme modları	13
2.1.3 Taramalı hall aygıtı mikroskobu	17
2.1.4 TUM bileşenleri	
2.1.4.1 TUM kontrol elektroniği	
2.1.4.2 TUM sensör	
2.1.4.3 TUM taray101	
2.1.4.4 TUM yazılım	
2.1.5 Düşük sıcaklık taramalı uç mikroskopları ve bileşenleri	
2.1.5.1 Süperiletkenlerde manyetik girdap görüntüleme teknikleri	
2.2 Soğutma Sistemleri	
2.2.1 Kriyostat çeşitleri ve çalışma prensipleri	
2.2.1.1 Kapalı devre kriyostatları	
2.2.1.2 Sürekli akışlı kriyostatlar	
2.2.1.3 Banyo kriyostatları	
2.2.1.4 Çok kademeli kriyostatlar	
2.2.2 Kapalı devre soğutma sistemleri ve bileşenleri	
3. SÜPERİLETKENLER VE TOPOLOJİK YALITKANLAR LİTER	ATÜR.29
3.1 Süperiletkenler	
3.1.1 Kullanım alanları	
3.1.2 Meissner etkisi	
3.1.3 Süperiletkenlik teorileri	

3.1.4 Tip I süperiletkenler	32
3.1.5 Tip II süperiletkenler	33
3.1.5.1 Abrikosov girdap kafes yapısı	36
3.1.5.2 Tip II süperiletkenlerde sınıflandırma	36
3.1.5.3 Kuprat perovskite yapısındakiler (bakır oksitler) (YBCCO, BSCO	CO) 37
3.1.5.4 Demir esaslı süperiletkenler	37
3.1.5.5 FeSe-FeSeTe süperiletkenlerinin özellikleri	39
3.2 Topolojik Yalıtkanlar	41
3.2.1 Tarihçe	42
3.2.2 Kullanım alanları	44
3.2.3 Topolojik yalıtkanların özellikleri	45
3.2.4 Spin-hall etkisi	46
3.2.5 Bi ₂ Se ₃ 'te spin hall etkisinin incelendiği literatür örnekleri	47
4. DENEY DÜZENEĞİ KURULUMU	51
4.1 Düşük Sıcaklık Manyetik Kuvvet Mikroskobu (DS-MKM)	51
4.2 Düşük Sıcaklık Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu (DS-THAM)	55
4.3 Soğutma Sistemi	55
4.4 Direnç-Sıcaklık ölçen Tc tayini deney düzeneği	56
4.5 Deney Düzeneği Optimizasyonları	57
4.5.1 Elektriksel problemlerin iyileştirilmesi	58
4.5.2 Mikroskop iyileştirmeleri	58
4.5.3 Kriyostat iyileştirmeleri	58
4.5.4 Titreşim masası	58
4.6 Kriyostat ve Mikroskop Sistemi Temel Testleri	60
4.6.1 Gürültü testleri	60
4.6.2 MKM deneyleri	61
4.6.3 BSCCO ile yapılan sistem kalibrasyon testleri	64
4.6.4 MKM-AKM karakterizasyon uygulamaları	67
4.6.4.1 Proton ışıması tekniği ile üretilmiş Co/Pd ferromanyetik nano ada	aların
MKM ile karakterizasyonu	67
4.6.4.2 Kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile SrTiO ₃ altlık üzerine nano)
grafen biriktirilmesi	71
5. SUPERILETKEN FeSe VE FeSeTe'DE MANYETIK GIRDAP YAPIS	ININ
DS-MKM VE DS-THAM ILE INCELENMESI	77
5.1 Deney Duzenegi ve Ornek Haziriama	/ /
5.1.1 DS-MKM the rese manyetik girdap yapisi goruntuleme	/ð
5.1.1.1 DS-MKM tartişma-sonuçlar	80
5.1.2 DS-THAM the manyelik girdap yapisi goruntuleme	00
5.1.2.1 DS-1 HAM taruşma-sonuçlar	90
5.2 Taruşma ve Sonuçiar	
U. IVI ULUJIN I ALIINAN DI2003 IE SPIN-HALL EINISININ DO-M II F INCEI ENMESI	11/171 02
ILE INCELENNESI	73
6.2 BisSee Spin Hell Ethisi DS MKM Depart	73
6.3 Tartisma ve Sonuclar	100
7 CENEL SONIICI AR VE ÖNERİLEP	100 101
KAYNAKLAR	101

KISALTMALAR

TUM	: Taramalı Uç Mikroskobu
TTM	: Taramalı Tünelleme Mikroskobu
AKM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
GM-AKM	: Genlik Modülasyonu AKM
THAM	: Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu
DS-MKM	: Düşük Sıcaklık Manyetik Kuvvet Mikroskobu
DS-THAM	: Düşük Sıcaklık Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu
TY	: Topolojik Yalıtkan
KHE	: Kuantum Hall Etkisi
KSHE	: Kuantum Spin Hall Etkisi
BSCCO	: BiSrCaCuO
SQUID	: Superconducting Quantum Interference Device
FC	: Field Cooling-örnek soğuturken uygulanan manyetik alan
FS	: Field Scanning-örnek taranırken uygulanan manyetik alan



SEMBOLLER

а

- : Uygulanan voltaj fonksiyonu : Elektron kütlesi \mathbf{I}_{o}
- m
- : İndirgenmiş Planck sabiti
 : Hall potansiyeli
 : Hall elektrik alanı ħ
- V_{H}
- E_{H}
- Single Flux quantum (her bir girdap'ın taşıdığı akı)
 Elektron yükü
 Girdaplar arası mesafe Φ_0
- e



ÇİZELGE LİSTESİ

<u>Sayfa</u>

: Dört önemli süperiletken grubunun özelliklerinin karşılaştırılması [5	;7].
	36
: KHE ve KSHE karşılaştırması [118]	46
: Titreşim masalı sistemin gürültü testi sonuçları	61
: Harddisk-farklı liftoff değerlerinde MKM'de oluşan farklılıklar	62
	 Dört önemli süperiletken grubunun özelliklerinin karşılaştırılması [5 KHE ve KSHE karşılaştırması [118] Titreşim masalı sistemin gürültü testi sonuçları Harddisk-farklı liftoff değerlerinde MKM'de oluşan farklılıklar



ŞEKİL LİSTESİ

<u>Sayfa</u>

Şekil 2.1	: Ultra yüksek vakumda Si (111) TTM görüntüsü 7x7 yeniden yapılanmış
	yüzey birim hücre
Şekil 2.2	: AKM çalışma prensibinin şematik açıklaması. AKM konseptinde
	parmak ucu ile yüzey hissediliyor, gerçekte ise yüzey çok sivri bir uç ile
	algılanıyor [17] 10
Şekil 2.3	: Kuvvet tepki eğrisi, örnek yüzeyi arasındaki mesafenin fonksiyonları
_	olarak çizilen uç ve örnek arasında etkiyen çekici ve itici kuvvetlerin
	grafiği [18] 11
Şekil 2.4	: Kantilever sapmasını algılamak için kullanılan çeşitli prensipler [19-
	26]12
Şekil 2.5	: Izgara tarama şematiği13
Şekil 2.6	: Solda: Kuvvet-mesafe grafiğinde değen kip AKM'nin çalışma noktası,
	sağda: Değen kip taramada tip hareketi [16] 14
Şekil 2.7	: GM-AKM çalışma kuvvet bölgesi ve tipin yüzey üzerindeki
	hareketi15
Şekil 2.8	: MKM çalışma prensibi 16
Şekil 2.9	: MKM'de çift geçiş tarama tekniği, (a) ileri tarama-topografi görüntüsü,
	(b) geri tarama-manyetik faz görüntüsü [18] 17
Şekil 2.10	: Hall aygıtı ve yüzeyi taramada kullanılan TTM ucu
Şekil 2.11	: Îletken üzerinde Hall Etkisi şematik gösterimi [33] 19
Şekil 2.12	: Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu (THAM) şematik gösterimi [41]. 19
Şekil 2.13	: THAM ile hard disk yüzeyi (a) eşzamanlı topografi ve (b) manyetik
	alan görüntüsü örneği [41] 20
Şekil 2.14	: Düşük sıcaklık taramalı uç mikroskobu bileşenleri
Şekil 2.15	: Manyetik görüntüleme tekniklerinin çözünürlük, hassasiyet ve fiyat
~ • • • • • •	bakımından karşılaştırılması
Şekil 2.16	: Düşük Sıcaklık Sistemi (Kriyostat) şematiği [43]
Şekil 2.17	: Dilution Soğutucu kriyostatta 'He- ⁴ He faz diyagramı [44]
Şekil 2.18	: Deneylerde kullanılan kapalı devre soğutma sıstemi (kuru kriyostat)
	örneği, Sistem Soldan sağa: He tanki, kompresör, tank ve kontrol
01921	$\begin{array}{c} \text{unitesinden oluşmaktadır [46].} \\ unitesinden oluşmakta$
Şekil 3.1	: Civa numunesinde direncin sicakliga bagli olarak degişimi [48] 30
Şekil 3.2	: Superiletkenlerin bulundukları yıla karşılık kritik sıcaklık I_c degerleri
G . I91 2 2	[52]
Şekii 3.3 Səlvil 2-4	: Ivieissner Etkisi ile manyetik akinin dişarlanması
Şekii 3.4	: Alan De nin aluna duşluğunde 11p I superlietken silindirde akimin
Salvil 2 5	uişarianması. Denge durumunda tuzaklanmış aki yoktur [50]
Şekii 3.5	: Normai çekirdek bolgeleri ve eirafinda sarili superlietken bolgeleri
	içeren girdap bolgesi şemalığı [54]

Şekil 3.6	: Tip I ve Tip II Süperiletkenlerde Sıcaklık-Manyetik Alan grafiği.
	Süperiletken, normal ve karışık davranış gösterdiği bölgeler
	görülmektedir [54]
Şekil 3.7	: Süperiletken malzemede malzeme içerisindeki çekirdek bölgelerden
	geçen manyetik alan [54]
Şekil 3.8	: Demir esaslı süperiletkenlerin şematik kristal yapısı [57]
Şekil 3.9	: Demir esasli süperiletkenlerin dört ailesi, (a)1111, (b)122, (c)111, (d)11
G 1 1 2 10	tipleri [64]. 38 E TT 50 1 1 Diff.
Şekil 3.10	: FeTe $_{0.66}$ Se $_{0.44}$ tek kristalinde vortex yapisi, 5Oe alan altinda Bitter
Gal-9 2 11	decoration teknigi ile goruntulenmiştir $[6/]$ 40
Şekii 3.11	: FeSe/Sr $\Pi O_3(001)$ numunesinde manyetik vortex yapıları (a) Taraman Tünəlləmə Snəktroskonu görüntüsü $\mathbf{P}=11\mathbf{T}$ (b) təkil yortex (a) [100] ya
	[110] vönlorinda alunan aizgi profili (d) [100] vönünda alunan snaktrum
	[110] yonunde annañ çizgi promi (d) [100] yonunde annañ spektrum [68]
Sekil 3 12	• Topolojik transistör (2011) [112] 44
Şekil 3 13	• Topolojik kuantum kanasitör (2012) [113]
Şekil 3.14	: (a) TY'ların bant aralığında Dirac-konişi şeklinde enerji şpektrumu. (b)
Şenn evi i	TY'ların 3D ters uzavda Dirac-konisinin sematik görünümü, (c) TY'ların
	geri sacılım vapmaması durumu [118]
Sekil 3.15	: Topolojik yalıtkanlarda spin up ve spin down şeklinde polarize olmuş
3	elektronların şematiği [101,119]
Şekil 4.1	: Düşük sıcaklık taramalı uç mikroskobu bileşenleri
Şekil 4.2	: Düşük Sıcaklık Manyetik Kuvvet Mikroskobu kafası
Şekil 4.3	: DS-MKM örnek tutucu ve zırh detayları53
Şekil 4.4	: DS-MKM'nda Fiber ucu ve kantilever fotoğrafi [132]54
Şekil 4.5	: Fiber optik interferometre [132]
Şekil 4.6	: Fiber interferometre ayarlarının yapıldığı arayüz penceresi
Şekil 4.7	: Deneylerde kullanılan kapalı devre kriyostat sistemi örneği, Sistem He
G 1 1 4 0	tankı, kompresör, tank ve kontrol ünitesinden oluşmaktadır [133] 56
Şekil 4.8	: 1 _c geçişi gösteren örnekler için Direnç-Sicaklik ölçen sistem
Şekil 4.9 Səlvil 4 10	: 4 nokladan kontak alman BSCCO ornegi
ŞEKII 4.10	Temperature: Kelvin) 57
Sekil 4 11	• Tez calışmaşında kullanılan titreşim maşaşı taşarımı ve montaiı 50
Şekil 4.12	: Gürültü testlerinde taranan kalibrasyon numunesi 60
Şekil 4.13	: Harddisk örneği MKM görüntüleri, (a) Topografi (b) Manyetik faz.
·;····	300K, 110nm liftoff, 100nm serbest genlik, 50nm set genlik
Şekil 4.14	: HardDisk MKM faz görüntüsü, +7000Oe/-7000Oe uygulanan manyetik
,	alan, 300K, 100nm serbest genlik, 115nm liftoff
Şekil 4.15	: HardDisk MKM faz görüntüleri, (a) 120K, (b) 77K, 100nm serbest
	genlik, 120nm lift off
Şekil 4.16	: CoPt MKM faz görüntüleri, (a) $4x4\mu m^2$, (b) $1x1\mu m$, 300K, 100nm
	serbest genlik, 50nm set genlik, 75nm lift off
Şekil 4.17	: BSCCO girdap kafes yapısı DS-MKM görüntüsü, 4.5K, 100Gauss FC,
	3.5x3.5µm ² , Sebest Genlik: 85nm, Genlik: 50nm, Lift off:75nm,
011440	Girdaplar arasi mesate 510 nm
Şekil 4.18	: BSCCO girdap kates yapısı DS-MKM görüntüsü, 4.5K, 100Gauss FC,
	1x1µm ⁻ , Serbest Geniik: 85nm, Geniik: 50nm, Lift off: 80nm

Şekil 4.19	: BSCCO DS-MKM görüntüsü, (a) +1000G FS, (b) +100G FS, 4.5K, 3x3um ² , Serbest Genlik: 85nm, Genlik: 50nm, Lift off: 80 nm, kırmızı
	hakla bozulan girdap vapısını gösterivor
Şekil 4.20	: BSCCO girdap kafes yapısı DS-MKM görüntüsü (a) 2K, (b) 15K, (c) 20K, farklı sıcaklıklarda alınan tarama sonucları
Şekil 4.21	: BSCCO DS-MKM görüntüsü girdap yapısı, 15x6μm ² , 4.8K, Lift Off:
-	60nm, Serbest Genlik: 100nm, Genlik: 48nm
Şekil 4.22	: Co/Pd ferromanyetik çok katmanlı yapısının (a) geleneksel litografi
	yöntemleri ve (b) proton ışıması sonucu faz dönüşümü tekniği ile üretimi.
Şekil 4.23	: (a) 50nm'lik aralığa sahip 10 nm çaplı delikleri gösteren SEM
	görüntüsü. (b) Proton ışıması sonucu XRD θ -2 θ spektrumu
Şekil 4.24	: Yüksek hassasiyetli atomik kuvvet mikroskobu
Şekil 4.25	: (a) Co/Pd MKM görüntüsü, 10 nm'lik manyetik nano-adalar.
	(400nm×400nm), lift off: 75nm (b)Yeşil çizgi boyunca ölçülen nano-
	adaların MFM faz profili
Şekil 4.26	: Grafen AKM Topografi görüntüleri (a) boş STO altlık, (b) G-STO 3s,
G 1 1 4 97	(c) G-S10 4s ve (d) G-S10 /s
Şekii 4.27	: Graien AKM goruntulerinin 3D gorunumu (a) STO altlik, (b) G-STO 3
Solvil 5 1	saal, (c) G-STO 4 saal ve (d) G-STO 7 saal olifikuirilen ornekier
Şekii 5.1	bulunuvor 78
Sekil 5-2	• FeSe örneği için Direnç sıçaklık grafiği T:83K 78
Şekil 5.2 Sekil 5.3	• FeSe DS-MKM Tonografi görüntüsü (a) 300K 4x4um ² (b) 2K
Şekii 5.0	15x15um ² Genlik: 50nm Serbest Genlik: 100nm 79
Sekil 5.4	: FeSe, DS-MKM Topografi görüntüsü ve cizgi profili grafiği, 4x4um ² ,
3	50nm step, 2K, Genlik: 54nm, Serbest Genlik: 100nm
Şekil 5.5	: FeSe, DS-MKM (a) Topografi görüntüsü, (b) MKM faz görüntüsü
	5x5µm ² , (c) MKM faz görüntüsü 2x2.5µm ² , 2K, -0.015T, Lift off: 75nm,
	Genlik: 50nm, Serbest Genlik:100nm
Şekil 5.6	: FeSe, DS-MKM görüntüleri (a) Topografi, (b) MKM faz görüntüsü,
	3x3µm ² , 2K, -0.015T, Lift off: 75nm, Genlik: 50nm, Serbest Genlik:
~ 	100nm
Şekil 5.7	: FeSe, DS-MKM goruntuleri, 2K, -0.015T, Lift off: /5nm, Genlik:
	50nm, Serbest Geniik:100nm, (a) 10pografi, (b) MKM faz goruntusu $6x6um^2$ (c) MKM faz görüntüsü $2x4um^2$ (d) MKM faz görüntüsü
	$3x_{3}um^2$
Sekil 5 8	• FeSe DS-MKM (a) Topografi görüntüsü (b) MKM faz görüntüsü
ŞUMI 5.0	$1 \times 1 \times 10^{-2}$ 2K -0.015T Lift off: 75nm Genlik: 50nm Serbest
	Genlik-100nm
Sekil 5.9	: (a) BSCCO Bitter decoration görüntüsü, girdap zincir vapısı, 70° 35G
·; ····· · · ·	manyetik alan uygulanmış, (b) BSCCO SHPM görüntüsü, girdap zincir
	yapısı ve bireysel girdaplar, 2G açılı manyetik alan, 27 G düzlem
	yönünde manyetik alan uygulanmış [134,135]
Şekil 5.10	: FeSe TTM görüntüsü (a) 150 nm × 150 nm topografi görüntüsü, 3 adet
	ikiz düzlemi görülüyor V = 10 mV , I = 0.1 nA , (b) Simultane alınan TTS
	görüntüsü (ZBC) 2T'de girdapları gösteriyor $V = 10 \text{ mV}$ ve $I = 0.1 \text{ nA}$.
	(c) Şematik görüntü, beyaz çizgiler ikiz düzlemleri, kırmızı noktalar
	girdapları gösteriyor [136]85

Şekil 5.11	: FeSe DS-MKM görüntüsü, (a) Topografi, (b) MKM Faz, 7x10µm ² ,
	300K, Lift off: 50nm, Genlik:50nm, Serbest Genlik: 100nm
Şekil 5.12	: FeSeTe Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu görüntüsü ve çizgi profili,
	2K, 30 Oe, Girdap-Antigirdap yapısı görüntülenmiştir
Şekil 5.13	: FeSeTe DS-THAM görüntüleri, (a) 2K, (b) 20K, (c) tekrar 2K
Şekil 5.14	: (a) Girdap-Antigirdap üzerinden akan süperakım ve manyetik alan
	çizgilerinin şematiği, (b) Pb, girdap-antigirdap çifti THAM görüntüsü
	[140]
Şekil 5.15	: Taramalı uç mikroskoplarında kullanılan (a)0° ve (b) 90° açılarda
	kantileverin izlediği yolu gösteren şematik
Şekil 5.16	: FeSeTe örneği DS-THAM görüntüleri, 0.58G FC, 2K, 15x15µm ² , (a)
	0° açıda ileri tarama, (b) 0° açıda geri tarama, (c) 0° tarama açısında
	girdap pozisyonları şematiği, (d) 90° açıda ileri tarama, (e) 90° açıda geri
	tarama, (c) 90° tarama açısında girdap pozisyonları şematiği
Şekil 5.17	: FeSeTe DS-THAM görüntüleri, 0.058FC, (a)2K, (b)20K,
	15x15µm ²
Şekil 6.1	: Bi ₂ Se ₃ SEM görüntüsü
Şekil 6.2	: Bi ₂ Se ₃ örneği
Şekil 6.3	: Topolojik yalıtkanlarda uygulanan akımın izlediği yol ve spin
	polarizasyonu şematiği [119]94
Şekil 6.4	: Örnek yüzeyinden akım geçirilen düzenek
Şekil 6.5	: Bi ₂ Se ₃ üzerinden 4K'da 60mA ve 40mA akım geçirildiğinde MKM
	tarama ucunun faz kayması osiloskop görüntüsü
Şekil 6.6	: Bi ₂ Se ₃ MKM topografi görüntüsü ve çizgi profili (300K)96
Şekil 6.7	: (a) Bi ₂ Se ₃ (a) Topografi, (b) MKM faz görüntüsü, 300K, 0mA +10mA
	-10mA akım geçirildi, lift off: 100nm
Şekil 6.8	: Şekil 6.7(b)'deki MKM görüntüsünün çizgi profili bilgileri
Şekil 6.9	: Bi ₂ Se ₃ (a) Topografi, (b) MKM görüntüsü ve (c) MKM kesiti ve alınan
	çizgi profili, 150K, 0mA +10mA akım geçirildi, lift off: 100nm99
Şekil 6.10	: Şekil 6.9(c)'deki MKM görüntüsünün çizgi profili bilgileri, Bi ₂ Se ₃ ,
	150K, 0mA +10mA akım geçirildi

TOPOLOJİK YALITKANLARIN VE TOPOLOJİK SÜPERİLETKENLERİN MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN TARAMALI UÇ MİKROSKOPLARI (TUM) TEKNİKLERİ İLE ARAŞTIRILMASI

ÖZET

Nanoteknoloji atomik ve moleküler seviyedeki olayları araştıran, modelleyen ve fonksiyonelleştiren, kavramı 1959 yılında Feynman tarafından ortaya atılan disiplinler arası bir bilim dalıdır. Yeni nesil kuantum malzemelerin özelliklerinin araştırılmasında, karakterize edilmesinde nano ölçekte çalışmaların yapılması yaygındır. Malzemelerin kütle manyetik özellikleri ve yüzey manyetik özellikleri nano boyuta küçültülmüş sistemlerde farklı karakteristikler göstermektedir. Bu sebeple manyetizma mekanizmaları nano boyutta yaygın olarak araştırılmaktadır. Taramalı uç mikroskopları tekniklerinden Manyetik Kuvvet Mikroskobu ve Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu nanomanyetizma araştırmalarında sıklıkla kullanılan yöntemlerdendir.

Tarihsel gelişim sırasına göre nanoteknoloji yaklaşımının öngörülmesinin ardından 1982'de Taramalı Tünelleme Mikroskobu (TTM) ve 1986'da Atomik Kuvvet Mikroskobu (AKM) icat edilmiştir. Taramalı Uç Mikroskopları (TUM) genel ismi ile adlandırılan bu teknikler yüzey biliminde ve nanoteknoloji araştırmalarında sıklıkla başvurulan karakterizasyon tekniklerindendir. AKM'nin bir tarama modu olan Manyetik Kuvvet Mikroskobu (MKM) malzemelerin manyetik özelliklerinin araştırılmasında sıklıkla kullanılan nitel bir tekniktir. MKM tekniğinde manyetik özellikli bir sensör kullanılarak yüzeyin manyetik faz haritası çıkarılır. MKM tekniğinin avantajı sensör ucunun boyutuna bağlı olarak 10nm hassasiyette ölçüm alınabilmektedir. Manyetizma araştırmalarında kullanılan bir diğer taramalı uç mikroskobu çeşidi Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobudur (THAM). Sensör olarak kullanılan Hall aygıtı ile yüzeydeki manyetik alanlar nicel olarak ölçülebilmektedir. Tekniğin avantajı girişimsel olmayan bir yöntem olmasıdır. Aynı zamanda nanomanyetizma araştırmalarında kullanılan, 300K-1K aralığında çalışan düşük sıcaklık sistemleri ile entegre olacak şekilde tasarlanan Düşük Sıcaklık-Manyetik Kuvvet Mikroskobu (DS-MKM) ve Düşük Sıcaklık-Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu (DS-THAM) çeşitleri mevcuttur.

Süperiletkenler kritik bir sıcaklık ve manyetik alan değeri altında elektriksel direnci tamamen sıfıra inen iletken malzemelerdir. Sıfır dirence sahip olması sebebiyle teknolojik açıdan elektriksel dirençten kaynaklı enerji kayıplarını ortadan kaldırabilecek potansiyelde bir malzeme olarak karşımıza çıkmaktadır. Günümüzde ortam sıcaklığında ve basıncında süperiletken faza geçen bir malzeme henüz bulunamamıştır fakat yeterince düşük sıcaklıklara inildiğinde süperiletken faza geçen ve teknolojik olarak kullanım alanı bulan süperiletkenler ve uygulama örnekleri mevcuttur. Süperiletkenler karakteristik olarak süperiletken fazda manyetik alanı dışarlamaktadır, bu durum Meissner etkisi olarak adlandırılır. Tip II süperiletkenlerin özel karakteristiği olarak manyetik alanı altında kritik sıcaklık değerinin altına soğutulduklarında manyetik alanın bir kısmını dışarlarlar bir kısmını ise geçirirler.

Manyetik alanın süperiletken içine nüfuz ettiği noktalarda manyetik akı girdaplar oluşturarak karşı tarafa geçer. Tip II süperiletkenlerde oluşan bu manyetik girdaplar DS-MKM ve DS-THAM teknikleri ile incelenebilmektedir.

Topolojik yalıtkanlar kütle yalıtkanı olup yüzeylerinde tek atom tabakası iletken bir sınırı olan teknolojik öneme sahip bir malzeme grubudur. Bu eşsiz malzeme grubunun karakteristiği olan elektronların geri saçılım yapmaması özelliğinden dolayı, yüzeydeki iletken atomal tabakada sadece aynı yönde yönlenmiş spine sahip elektronların bulunması mümkündür. Bu özellik sayesinde topolojik yalıtkanlar spin polarizasyonu araştırmalarının yapılabileceği doğal bir malzeme grubu olarak bilim adamlarının ilgisini çekmektedir. Elektronun eksi yükü ve spin hareketi dolayısıyla fizikteki Hall etkisi prensibine dayanan karakteristik bir manyetik alanı bulunmaktadır. Elektronun sahip olduğu bu manyetik alan Spin Hall etkisi olarak adlandırılmaktadır ve dolaylı yollarla ölçülebilmektedir. Topolojik yalıtkan malzemelerden elektrik akımı geçirildiğinde yüzeyde spinlerin polarizasyonu sebebiyle belli bir manyetik alan oluşmaktadır ve bu manyetik alan manyetik ölçüm teknikleri ile ölçülebilmektedir.

Bu tez çalışmasında FeSe süperiletkenindeki manyetik girdap yapıları DS-MKM tekniği ile ve FeSeTe süperiletkenindeki manyetik girdap yapıları DS-THAM tekniği ile araştırılmıştır. Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında Spin-Hall etkisi DS-MKM ile 300K ve 150K sıcaklıklarında deneysel olarak incelenmiştir.

Tez kapsamında FeSe süperiletkeninde Meissner bölgesinde tuzaklanan manyetik girdap yapıları DS-MKM tekniği ile gözlemlenmiştir. İnceleme sonucunda FeSe yapısının demir kalkojen tipi süperiletken ailesinin temel özelliklerini taşıdığı görülmüştür. Girdaplar teorik çalışmalarla uyumlu olacak şekilde belli bir düzen dâhilinde olmadan konumlanmaktadır. Tez kapsamında yapılan deneysel çalışmalar sonucunda FeSe kristal yapısında manyetik girdapların zincir şeklinde konumlandığı özel hatlar gözlemlenmiştir. FeSe kristal yapısında bulunan ikiz düzlemleri farklı enerji düzeylerine sahip olması sebebiyle manyetik girdaplarda tuzaklama etkisi yapmış olabilir. Ayrıca bireysel konumlanmış tekil manyetik girdaplar yapıda mevcuttur. Deney bulgularına ek olarak oda sıcaklığında FeSe kristalinde faz ayrışması olan bölgeler tespit edilmiştir, farklı manyetik faz yapılarına sahip kısmi bölgeler DS-MKM tekniği ile gözlenebilmiştir.

Tez kapsamında FeSeTe süperiletkeni üzerinde DS-THAM tekniği ile yapılan incelemelerde Meissner bölgesinde tuzaklanmış girdap-antigirdap yapısı gözlenmiştir. Girdap-antigirdap yapısında +1.5G ve -1.5G olarak zıt yönlerde simetrik olarak konumlanmış eşit büyüklükte manyetik alanlar DS-THAM ile ölçülmüştür. FeSeTe üzerinde yapılan diğer deneylerde Meissner bölgesinde tuzaklanan manyetik girdap yapısı düzenli olarak incelenebilmiştir. FeSe yapısına Te katkısının kristal kusurlarını oluşturabildiği ve girdap yapısının FeSe'deki girdap zinciri oluşumundan farklı olarak daha düzenli hale geçebildiği düşünülmektedir.

Tez kapsamında Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında Spin-Hall etkisi deneysel olarak DS-MKM ile bu teknikle ilk defa gözlenebilmiştir. Çalışmada Bi₂Se₃ örneği FIB ile çubuk yapıları şeklinde desenlenmiştir. Bu çubuk yapılarının her bir kolundan +10mA ve -10mA akım MKM ile tarama esnasında dönüşümlü olarak geçirilmiştir, bu esnada manyetik sensör rezonans frekansında titreştirilirken yüzeye yaklaştırılmıştır. Örnek yüzeyinde Spin-Hall etkisi sebebiyle oluşan belli bir manyetik alan oluşmaktadır. Oluşan bu manyetik alan sebebiyle MKM sensörünün rezonans frekansı kaymaktadır. Akım yönü ters çevrildiğinde ters yönlü spine sahip elektronlar yüzeyde birikeceğinden Spin-Hall etkisi sebebiyle oluşan manyetik alanın yönünün işareti de ters yöne dönmektedir. MKM sensörüne etkiyen manyetik alanın yönü değişeceğinden rezonans frekansı zıt yönde kaymaktadır. Spin-up ve spin-down yönlü elektronların oluşturacağı manyetik alanlar çekici veya itici yönlü olmaktadır. Bu da MKM sensöründe itme veya çekme etkisi yapmaktadır. Böylece dolaylı olarak Bi₂Se₃ malzemesinde Spin-Hall etkisi MKM tekniği ile 300K ve 150K'da bu teknikle literatürde ilk defa gözlemlenebilmiştir.

Tez çalışması sonunda elde edilen sonuçlar topolojik yalıtkanların ve topolojik süperiletkenlerin özelliklerinin anlaşılmasına ve teorilerinin geliştirilmesine yardımcı olabilecektir. Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında Spin-Hall etkisi DS-MKM tekniği ile bu teknikle literatürde ilk defa olmak üzere 300K ve 150K'da gözlemlenebilmiştir. Yöntemin ilk defa Spin-Hall etkisi karakterizasyonunda kullanılması sebebiyle gelecekte spintronik araştırmalarında farklı uygulamalarda kullanım alanı bulabileceği düşünülmektedir. FeSe ve FeSeTe süperiletkenlerinin yüzey manyetik özellikleri ve girdap yapıları daha önce DS-MKM ve DS-THAM teknikleri ile araştırılması demir cinsi süperiletken ailesinin karakteristik özelliklerinin anlaşılmasına yardımcı olabilecektir. Bu tez kapsamında yapılan çalışmalar topolojik yalıtkanların ve topolojik süperiletkenlerin karmaşık yapılarının anlaşılmasına yardımcı olacaktır.



INVESTIGATION OF MAGNETIC PROPERTIES OF TOPOLOGICAL INSULATORS AND TOPOLOGICAL SUPERCONDUCTORS WITH SCANNING PROBE MICROSCOPY (SPM) TECHNIQUES

SUMMARY

Nanotechnology is an interdisciplinary science proposed by Feynman in 1959 to research, model, and functionalize the atomic and molecular level phenomena. The nanoscale characterizations are common on the investigation of new generation materials' properties. The bulk magnetic properties and the surface magnetic properties of materials show different characteristics in nanoscale systems. Thus, the mechanisms of magnetism are being investigated extensively in nano-scale. Among the Scanning Probe Microscopy (SPM) techniques; Magnetic Force Microscopy (MFM) and Scanning Hall Probe Microscopy (SHPM) techniques are widely used in nanomagnetism research.

The Scanning Tunneling Microscope (STM) and the Atomic Force Microscope (AFM) were invented in 1982 and 1986, respectively. These techniques, known as Scanning Probe Microscopes (SPM), are characterization techniques frequently used in surface science and nanotechnology research. MFM which is a scanning mode of AFM, is a qualitative technique that is widely used to investigate the magnetic properties of materials. In the MFM technique, the magnetic phase map of the surface is generated using a magnetic sensor. The advantage of the MFM technique is that it can achieve at a sensitivity of 10 nm, depending on the size of the sensor tip. Another type of microscope used in magnetism research is the SHPM. The magnetic field on the surface can be quantitatively measured by the Hall device employed as sensor. The major advantage of the SHPM technique is that it is non-invasive. These microscopic techniques can be integrated with low temperature systems operating in the range between 300K-1K environment for nanomagnetism researches such as Low Temperature-Magnetic Force Microscope (LT-MFM).

Superconductors are conductive materials whose electrical resistance is completely zero below a certain critical temperature and external magnetic field. Due to its zero resistance, they are a potential material to remove energy losses from electrical resistance. Until now, there has been no superconducting material used in ambient temperature and pressure yet, but there are superconductors and application examples when the temperature is low enough. In the superconducting phase; superconductors characteristically expel the magnetic field, this phenomenon is called the Meissner effect. Type II superconductors have inherent characteristics in which some of the magnetic field is expelled and some of the magnetic field locally penetrates, when they are cooled below the critical temperature value under a magnetic field. At that points where the magnetic field penetrates into the superconductor, the magnetic flux forms vortices and passes through the opposite side. These magnetic vortices formed in Type II superconductors could be investigated by LT-MFM and LT-SHPM techniques.

Topological Insulators are technological quantum materials, which are mass insulators with a conductive boundary on the surface of a single atomic layer. In this top conductive atomic layer only the electrons with the same spin could be positioned, because the electrons on topological insulators can not backscatter inherently. With these special characteristic topological insulators are natural material candidates for spin polarization research. Any electron has a characteristic magnetic field based on the principle of physical Hall Effect due to minus charge and spin motion. This magnetic field, which the electron possesses, is called the spin hall effect and can be measured. When electric current is applied from the topological insulator materials, a certain magnetic field is formed due to the polarization of the spins on the surface, and this magnetic field can be measured by magnetic measurement techniques.

In this thesis, the magnetic vortex structures in Meissner state in the FeSe superconductor were investigated by the LT-MFM technique and the magnetic vortex structures in Meissner state in the FeSeTe superconductor were investigated by the LT-SHPM technique. On topological insulator Bi_2Se_3 the Spin-Hall effect was experimentally investigated with LT-MFM at 300K and 150K. In the first additional study to the main work, 10nm Co/Pd ferromagnetic nanoislands fabricated by low energy proton irradiation technique with the selective phase transformation method were characterized with MFM technique. In the second additional study, the use of dielectric substrates and graphene growth mechanisms were investigated in the study of growth of nano-graphene on $SrTiO_3(111)$ substrate with chemical vapor deposition technique.

In the scope of the thesis, the magnetic vortices of FeSe superconductor in Meissner state were investigated by LT-MFM technique. As a result of the experiments the vortices are positioned randomly compatible with the theoretical studies for unconventional superconductors. Vortices have been observed as special lines that called vortex chain structure. The chain structure could form on the twin planes in the FeSe crystal structure. Vortices could position selectively on twin planes because of twin plane's different energy levels. Additionally, individual vortices have been observed except the chain structure. In addition to the findings of the experiments, phase separation zones were detected at room temperature, and partial regions with different magnetic phase structures were observed by LT-MFM technique. From all the findings it could be said that FeSe structure has the basic properties of the iron chalcogenide superconductor family.

The vortex structure of FeSeTe superconductors in Meissner state has been investigated with LT-SHPM technique. From the experiments vortex-antivortex structure were observed. On the vortex-antivortex structure +1.5G and -1.5G equivalent magnetic fields symmetrically located at opposite directions were measured with LT-SHPM sensor. In other experiments on FeSeTe, the regular magnetic vortex structure in the Meissner state was examined. It is thought that the addition of Te to the FeSe structure could create crystal defects and that the vortex structure could become more regular than the formation of the vortex chain in FeSe.

The Spin-Hall effect in Bi_2Se_3 topological insulator was experimentally observed with LT-MFM for the first time with this technique. The Bi_2Se_3 sample was patterned as bar structures with Focused Ion Beam (FIB). Through each arm of the bar structures alternately +10mA and -10mA current was passed respectively during scanning with MFM, while the magnetic sensor was tuned at the resonance frequency and brought closer to the surface. On the sample surface, a certain magnetic field is formed due to

electrons' Spin-Hall effect. Due to this magnetic field, the resonance frequency of the MFM sensor is shifting. When the direction of current is reversed, electrons with opposite spins accumulate on the surface, so that the magnetic field caused by the Spin-Hall effect also reverses. Since the direction of the magnetic field affecting the MFM sensor changes, the resonance frequency shifts in the opposite direction. The magnetic fields that spin-up and spin-down electrons generate are attractive or repulsive. This causes an attractive or repulsive effect on the MFM sensor. Thus, indirectly, Spin-Hall effect on Bi₂Se₃ material was observed for the first time in the literature with this technique at 300K and 150K with MFM technique.

In the first additional study in the scope of the thesis collaborated with Y. Hyunsoo's group. In the study 10nm Co/Pd ferromagnetic nanoislands patterned by selective phase transformation method with low energy proton irradiation technique were characterized with high sensitive MFM technique. According to the results obtained, 10nm sized magnetic storage devices have been produced. In the technique of selective lithography with the proton irradiation technique, a magnetic data storage device could be produced without damaging the base material with shortening the lithography steps.

The second additional study within the scope of the thesis carried out jointly with S. Karamat. In the study, the benefits of the use of dielectric substrates in the production of nano-graphene by chemical vapor deposition on $SrTiO_3(111)$ substrate were discussed. According to the results obtained, it is possible to selectively produce the graphene plates with smooth edge structures by forming active nucleation zones on the growth of the $SrTiO_3$ dielectric substrate. The graphene structures that were produced in the study were characterized by AFM in the thesis and worked on growth mechanisms.

The results obtained at the end of the thesis could help to develop theories and understand the properties of topological insulators and topological superconductors. The Spin Hall effect in the Bi₂Se₃ topological insulator observed at 300K and 150K for the first time in the literature by LT-MFM technique. Since it is the first time that the MFM method is used in the characterization of the spin-hall effect, it is thought that spintronic researchers may use this technique in different applications in the future. Surface magnetic properties and vortex structures of FeSe and FeSeTe superconductors have not been investigated previously with LT-MFM and LT-SHPM techniques. The investigation of the vortices of FeSe and FeSeTe superconductors may help to understand the characteristics of the iron superconductor family. Studies carried out within the scope of this thesis will undoubtedly help to understand the complex structures of topological insulators and topological superconductors.



1. GİRİŞ

Nanoteknoloji, çevremizdeki fiziksel dünyayı atomik ölçeğe kadar anlama, karakterize etme ve kontrol etme çabası içinde olan bir bilimdir. 1959'da Richard Feynman'ın söylediği ünlü sözü 'Aşağılarda çok yer var' tanımından sonra gözle görülmeyecek kadar küçük ortamlarda araştırılmayı bekleyen daha büyük bir dünyanın var olduğu genel kabul görmeye başlamıştır. Nanoteknoloji tanımı daha sonraları kullanılmaya başlanmıştır. Sonrasında 1982'de icat edilen Taramalı Tünelleme Mikroskobu (TTM) [1] ve 1986'da icat edilen Atomik Kuvvet Mikroskobu (AKM) [2] ile Feynman'ın geleceğe yönelik öngörüleri doğrulanmaya devam etmiştir.

Bu iki taramalı uç mikroskobu tekniğinin (TTM ve AKM) icadı, yüzey bilimi alanında dev adımlar atılmasına sebep olmuştur ve TTM mucitleri 1986'da Nobel ödülü almıştır. TTM ve AKM teknikleri, günümüzde fizik ve kimyanın moleküler ve atomik ölçekte büyüleyici dünyasının keşfedilmesinde kullanılmaktadır. Ayrıca bu teknikler temel araştırma uygulamalarında yaygın olarak kullanılan yüzey bilimi karakterizasyon araçları içerisinde yer almaktadır.

Günümüzde nanoteknoloji temelli çözümlerin kullanıldığı birçok teknolojik uygulama mevcuttur ve fiziksel süreçlerin detaylarının atomik ölçekte anlaşılması modern dünyanın işleyişi ve gelişmesi için gittikçe daha da önemli hale gelmektedir. Nano dünyada atomlar arası manyetik kuvvetlerin araştırılması, sıfır dirençli malzemeler olan süperiletkenlerin mekanizmalarının anlaşılması, yeni nesil kuantum malzemeler grubuna giren topolojik malzemelerin özelliklerinin belirlenmesi nano boyutta araştırmalar ile mümkün olabilmektedir. Yarı iletken endüstrisinde, mikroçip üretim teknolojisinde kullanılan transistörlerin boyutunda teorik alt sınırlar zorlanmaktadır [3]. Günümüzde mikroçip teknolojisi kuantum fiziği ve nanoteknolojinin sunduğu çözümlere dayanarak geliştirilen üretim teknikleri ile sürekli ilerlemektedir. Bu gelişmeler ile bilgisayar teknolojisi hızla ilerlemekte, hayatımıza giren bilgisayarlar her geçen gün daha hızlı ve daha küçük boyutta olmaktadır. Daha hızlı bilgisayarlarda üretilen büyük boyutlu verilerin kaydedilebilmesi için daha çok veri depolayan aygıtlara ihtiyaç duyulmaktadır. Bilgisayarlarda veri depolamada kullanılan manyetik depolama disklerinin boyutları her geçen gün küçülmekte ve saklayabildiği veri kapasitesi de bununla birlikte artmaktadır. Manyetik depolama birimlerindeki bu üstel gelişim atomların manipülasyon ve litografi tekniklerinin gelişimini öne süren nanoteknoloji çözümleri sayesinde mümkün olabilmiştir [4].

Nanoteknolojinin bugün dünyada etki yarattığı bir diğer alan da süperiletken malzemelerin araştırılması ve geliştirilmesi üzerinedir. Süperiletken malzemeleri teknolojik açıdan ön plana çıkaran özellikleri elektriksel dirençlerinin sıfır olması, ışık hızına yakın hızlarda sinyal taşıma kapasitesine sahip olmalarıdır [5]. Bu ve benzeri üstün özellikleri sebebiyle haberleşme ve askeri amaçlar için savunma sanayinde kullanım potansiyeli vardır. Günümüzde ticari olarak kullanılan süperiletkenler sayesinde yüksek hızlı Maglev trenleri, medikal görüntülemede kullanılan NMR cihazları, çok hızlı veri işleme kapasitesine sahip kuantum bilgisayarlar, manyetik görüntülemede kullanılabilen SQUID manyetometreleri ve parçacık fiziği araştırmalarında kullanılan parçacık hızlandırıcıları geliştirilebilmiştir [6]. Süperiletkenlerin araştırılmasında manyetik görüntüleme tekniklerinin yeri büyüktür. Düşük sıcaklıkta Meissner bölgesinde tuzaklanan birkaç yüz nanometre mertebedeki manyetik girdap yapıları taramalı uç mikroskobu teknikleri ile görüntülenebilmektedir [7].

Yeni nesil kuantum malzemelerden olan topolojik yalıtkanlar nanoteknolojinin etkin şekilde kullanıldığı bir diğer önemli araştırma ve geliştirme alanıdır. Gövdesi yalıtkan olan buna rağmen yüzeyde tek atomik tabaka iletken hat bulunduran bu malzemeler düşük güçte sinyal iletimi, manyetizma yönünü hızlı değiştirebilme ve düşük sıcaklığa gereksinim duymamasından dolayı teknolojik gelişim potansiyeli yüksek bir malzeme grubudur [8]. Spintronik ve kuantum bilgisayar araştırmalarında son yıllarda sıklıkla üzerinde araştırmalar yapılmaktadır, yakın gelecekte bu malzeme grubundan teknolojik ve ticari bir ürünün günlük hayatımıza girmesi beklenmektedir.

Nanoteknoloji, yukarıdaki teknolojik uygulamalarda tasvir edilen modern dünyanın sürekli gelişimiyle ilgili sorunları çözebilecek bilimsel bir disiplin olarak ortaya çıkmaktadır. Nanoteknoloji biyoloji, kimya, fizik ve tıbba kadar birçok bilimsel disiplinden gelen girdileri birleştirmektedir ayrıca atomların ve moleküllerin dünyasını inceleme ve karakterize etme yeteneğine sahiptir. Nanoteknoloji bilimi bu özellikleri birleştirerek bugün karşılaştığımız birçok temel teknolojik sorunun çözümünün tek yaklaşımı olabilir [9]. Nanoteknoloji araştırmalarında sıklıkla karşımıza çıkan TTM

ve AKM yüzeylerdeki atomları ve molekülleri görüntüleyebilmekte, karakterize edebilmekte ve manipüle edebilmektedir. Bu bağlamda çok çeşitli kullanım alanları bulmaktadır ve bu tez çalışmasında temel karakterizasyon tekniği olarak kullanılmıştır.

1.1 Tezin Amacı

Bu tez çalışmasının amacı Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında kuantum spin hall etkisinin ve FeSe ve FeSeTe süperiletkenlerinde Meissner bölgesinde tuzaklanan manyetik girdap yapısının taramalı uç mikroskopları teknikleri ile araştırılmasıdır.

1.2 Tezin Kapsamı

Tez kapsamında Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında Spin-Hall etkisi düşük sıcaklık manyetik kuvvet mikroskobu tekniği ile deneysel olarak araştırılmıştır. Yine tez kapsamında FeSe ve FeSeTe Süperiletkeninde manyetik girdap yapısı Düşük Sıcaklık-Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu (DS-THAM) ve Düşük Sıcaklık-Manyetik Kuvvet Mikroskobu (DS-MKM) ile araştırılmıştır.

Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında teorik olarak öngörülen Spin-Hall Etkisinin deneysel olarak Düşük Sıcaklık-Manyetik Kuvvet Mikroskobu (DS-MKM) ile gözlenebilmesi literatürde daha önce yapılmamış bir çalışmadır. İncelenen literatür çalışmalarının ardından DS-MKM tekniği ile Spin-Hall etkisinin gözlemlenebileceği öngörülmüştür. Topolojik yalıtkan malzemelerin alaşımlama, katkılama veya diğer yöntemler ile süperiletkenlik kazandığı literatürde bilinmektedir. Bu sebeple süperiletkenlerin manyetik özelliklerinin araştırılması bu yeni konseptin anlaşılmasında önemlidir. Bu amaçla FeSe ve FeSeTe süperiletkenlerinde Meissner bölgesinde tuzaklanan manyetik girdap yapısının DS-MKM ve DS-THAM ile incelenmesi temel süperiletkenlik teorilerine katkı sağlaması açısından literatürde önemlidir. FeSe ve FeSeTe süperiletkenlerin yüzey manyetik özellikleri ve girdap yapıları daha önce DS-MKM ve DS-THAM tekniği ile araştırılmamış bir konudur. Bu tez kapsamında yapılan çalışmalar şüphesiz Topolojik Malzemelerin karmaşık yapılarının anlaşılmasına yardımcı olacaktır.

Tez kapsamında yapılan çalışmalarda Bi₂Se₃ tek kristal topolojik yalıtkanları, FeSe, FeSeTe topolojik süperiletkenleri kullanılmıştır. Bu yüksek kaliteli tek kristaller Prof. Dr. Kazuo Kadowaki ve grubu tarafından Japonya'nın Tsukuba Üniversitesi Malzeme Bilimleri Enstitüsünde üretilmiştir ve ortak çalışma kapsamında temin edilmiştir. Araştırmalarda kullanılan Taramalı Hall Aygıtı Mikroskopları ve Manyetik Kuvvet Mikroskopları Nanomanyetik Bilimsel Cihazlar Şirketinde üretilen ticari cihazlardır, tez çalışması kapsamında kullanım esnasında cihaz üretim grubu ile çalışılarak mikroskop iyileştirmeleri yapılmıştır. Düşük sıcaklık çalışmalarında Cryogenic Ltd. firmasının ticari kapalı devre düşük sıcaklık soğutma sistemi kullanılmıştır.

Bu tez çalışması 114F472 kodlu TÜBİTAK-JSPS (Japan Society for the Promotion of Science) ortak iş birliği projesi kapsamında desteklenmiştir.

1.3 Tez Çalışmasının Ana Hatları

Bu tez İstanbul Teknik Üniversitesi'ndeki altı yıllık doktora çalışmalarım sırasında elde edilen sonuçları içermektedir. Tez 6 ana bölüme ayrılmıştır. 1.-3. bölümler temel tanımları ve literatür yaklaşımını içerirken, 4. bölüm deney düzeneği kurulumu hakkında bilgi vermektedir. 5.-6. bölümler yapılan deneysel çalışmalar ve bulguları içermektedir. 7. bölümde genel bir sonuç ve öneri kısmı yer almaktadır.

Bölüm 1: 'Giriş' bölümü tezin amacı, kapsamı ve ana hatlarını içermektedir.

Bölüm 2: 'Taramalı uç mikroskopları teknikleri ve soğutma sistemleri' TUM teknikleri hakkında temel bilgiler, AKM tekniği ve çeşitli tarama modları ve süperiletkenlerin ve manyetik malzemelerin manyetik görüntüleme teknikleri ile araştırılması üzerine odaklanmıştır. Devamında düşük sıcaklık sistemlerine temel bir giriş ve kapalı devre soğutma sistemleri hakkında bilgilendirme yapılmıştır. Bu bölüm taramalı uç mikroskopları ve düşük sıcaklık sistemleri konusuna yabancı olan okuyucular için genel bir referans niteliğindedir ve kullanılan tekniklerin temellerinin anlaşılmasına yardımcı olmaktadır.

Bölüm 3: 'Süperiletkenler ve topolojik yalıtkanlar literatür' bölümü tez kapsamında araştırılan süperiletken ve topolojik yalıtkan malzeme grubunun teorisi, temel özellikleri ve malzeme seçiminin literatürdeki yaklaşımlarını içermektedir. Bu bölüm okuyucular için tezde kullanılan malzeme gruplarını detaylı tanıma amaçlı hazırlanmıştır. Bu malzeme gruplarında hangi özelliklerin, ne sebeple araştırılması gerektiği ve araştırmanın teknolojik önemi hakkında bilgi vermektedir. Bölüm 4: 'Deney düzeneğinin kurulumu' bu tezde sunulan tüm deneysel verilerin elde edilmesinde kullanılan deney düzeneklerine genel bir bakış sunmaktadır. Bunu tez çalışması sırasında deney düzeneklerinde karşılaşılan bir takım deneysel problemler ve bu problemleri çözmek adına yapılan iyileştirmeler izlemektedir. Ayrıca TUM tekniklerinde kullanılan temel kalibrasyon testlerine yer verilmektedir.

Bölüm 5-6: Doktora çalışması boyunca araştırılan FeSe, FeSeTe ve Bi₂Se₃ malzemeleri üzerinde yapılan çalışmalara odaklanarak gerçekleştirilen tüm deney sonuçlarını içermektedir. Elde edilen sonuçlardan bazıları yayınlanmak üzere hazırlanmaktadır.

Bölüm 7: 'Sonuçlar ve Öneriler' bölümünde deneysel sonuçların genel bir özeti, manyetik görüntüleme tekniklerinin gelecekteki uygulamaları hakkında yorumlar bulunmaktadır.


2. TARAMALI UÇ MİKROSKOPİLERİ TEKNİKLERİ VE SOĞUTMA SİSTEMLERİ

Bu bölümde taramalı uç mikroskopları teknikleri ve soğutma sistemleri çalışma prensipleri hakkında temel bilgiler verilmektedir.

Bölümün ilk kısmında taramalı uç mikroskopları hakkında genel bilgiler, taramalı tünelleme mikroskobu, atomik kuvvet mikroskobu, manyetik kuvvet mikroskobu tarama kipi ve taramalı hall aygıtı mikroskobu çalışma prensipleri açıklanmaktadır. Ayrıca düşük sıcaklık taramalı uç mikroskopları hakkında temel bilgiler verilmektedir.

Bölümün ikinci kısmında soğutma sistemleri (kriyostatlar) temel çalışma prensipleri, kriyostat çeşitleri ve kapalı devirli kriyostatlar hakkında temel bilgiler yer almaktadır.

2.1 Taramalı Uç Mikroskobisi Teknikleri

Taramalı uç mikroskoplarının (TUM) çalışma ilkesi sivri bir uç ve numune arasındaki etkileşim temel alınarak yüzeyin ızgara şeklinde taranması neticesinde haritalanması prensibine dayanır. Amaca yönelik olarak çeşitli taramalı uç mikroskop teknikleri bulunmaktadır. Numunenin yüzey topografisi, sürtünme, yük dağılımı veya manyetizma özelliği incelenebilir. Elde edilen çözünürlük, ucun sivriliğinin yanında numune yüzeyini takip etme hassasiyetine bağlıdır. Bu da tarama ucunun hassas bir şekilde konumlandırılmasını son derece önemli kılar. Piezo tarayıcı mekanizmaları numune ile ucun hassas bir şekilde etkileştirilmesinde kullanılmaktadır. Bunun için kullanılan piezo tüp tarayıcılar ucu ve numuneyi birkaç angstrom veya daha yüksek hassasiyette birbirine yaklaştırma ve ayarlama yeteneğine sahiptir. Bu aşamada önemli olan yatay yönde doğru konumlandırmanın yanında dikey yönde doğru konumun nasıl belirleneceğidir. Dikey yöndeki konum numune-uç arasındaki etkileşim bir geri besleme sistemi tarafından kontrol edilerek belirlenir. Bunu algılamak için seçilen numune-uç arasındaki etkileşim tipi hangi tip taramalı uç mikroskobisi tekniğinin kullanıldığını belirlemektedir.

Taramalı uç mikroskobisi ailesinin üyeleri arasında atomik kuvvet mikroskopisi, taramalı tünelleme mikroskopisi, kelvin probe mikroskopisi, taramalı yakın alan optik mikroskopisi, taramalı kapasitans mikroskopisi, elektrostatik kuvvet mikroskopisi, manyetik kuvvet mikroskopisi teknikleri vb teknikler yer almaktadır. Bu teknikler numune-uç arasındaki etkileşim tipine göre sınıflandırılmıştır. Örneğin AKM'de numune-uç arasındaki etkileşim kuvveti referans alınarak çalışırken, TTM numune-uç arasındaki tünelleme akımı referans alınarak çalışmaktadır.

Taramalı uç mikroskopları ailesinin en çok kullanılan üyesi atomik kuvvet mikroskobudur (AKM) [2] Binning ve arkadaşları tarafından 1986'da Taramalı Tünelleme Mikroskobunun (TTM) yan ürünü olarak icat edilmiştir [1]. Bu taramalı uç mikroskopisi tekniklerinden her ikisi de, görüntülenecek nesneyi "görmek" yerine "hissetmek" için çok keskin bir uç kullanmaktadır.

AKM tekniğinin ilk defa kullanılmasından bu yana teknik oldukça gelişmiştir ve çeşitliliği artmıştır, çok yönlü bir teknik olmasından dolayı birçok farklı araştırma alanında uygulama yeri bulmaktadır [10-12]. AKM tekniğinin hava ve sıvı ortamlarında kullanılabilir olması biyolojik uygulamalarda büyük önem taşımaktadır [12]. Düşük sıcaklık sistemlerine entegre edilebilir bir teknik olması da son derece önemlidir. Düşük sıcaklık sistemlerinde süperiletkenlerin manyetik girdap yapılarının TTM tekniği ile ilk defa görüntülenmesinin ardından TUM teknikleri ile süperiletkenlerin incelenmesi literatürde sıklıkla karşımıza çıkmaktadır [13]. AKM tekniğinin manyetik kuvvet mikroskobu kipinin yine manyetik girdap görüntülemede kullanılması ile bu tekniğin süperiletken araştırmalarında kullanımı artmıştır [14]. Manyetik kuvvet mikroskobu kipi ile yüksek çözünürlüklü tarama uçları kullanılarak hassas ölçümler, yüzey manyetik haritalama ve manyetik girdap yapısı görüntüleme üzerine çalışmalar yapılabilir. TUM ailesinin bir diğer üyesi olan taramalı hall aygıtı mikroskobu ile YBCCO süperiletkeninde manyetik girdap yapısının incelenmesinden bu yana tekniğin süperiletkenlik ve manyetizma araştırmaları konularında kullanıldığı birçok çalışma literatürde yer almıştır [15].

Aşağıdaki bölümlerde TTM ve AKM görüntülemenin ardındaki temel kavramlar, ayrıntılı olarak manyetik görüntüleme modu ve taramalı hall aygıtı mikroskobunun çalışma prensipleri sunulmaktadır.

2.1.1 Taramalı tünelle mikroskobu

Klasik fizikte elektronların enerjileri hesaplanıp bulunacağı durumlar potansiyel bariyerine göre belirlenir. Klasik fizikte eğer elektron enerjisi potansiyel bariyerden küçük ise elektron bu bariyeri geçemez ancak kuantum mekanik yaklaşımında elektron; potansiyel bariyerini belli durumlarda geçebilmektedir. Kuantum mekaniksel yaklaşımda elektron dalga fonksiyonunun bariyerde eksponansiyel olarak azaldığı öngörülmektedir. Taramalı Tünelleme Mikroskobunda 2 enerji bölgesi bulunmakta ve bu bölgelerde elektronlar serbestçe dolaşabilmektedir. Bu enerji seviyesi bölgeleri tip ve örneği temsil etmektedir ve bu bölgeler birbirinden potansiyel bariyeri ile ayrılmıştır. TTM iğnesi yüzeye yaklaştığında bu bariyer daralmaktadır. İğne yüzeye bir kaç angstrom kadar yaklaştığında bariyer içerisinde azalan elektron dalga fonksiyonu ile karşı enerji bölgesi çakışmaya başlamaktadır ve bu durumda elektronların karşı tarafa geçebilmesine olanak sağlayacaktır. İğne ve numune arasına küçük bir potansiyel uygulandığında akım geçmeye başlayacaktır ve bu akım tünelleme akımı olarak tanımlanmaktadır [16].

$$I_t(z) = I_0 e^{-2k_t z} (2.1)$$

$$k_t = \sqrt{2m\varphi/\hbar} \tag{2.2}$$

 I_o : uygulanan voltaj fonksiyonu, *m*: elektron kütlesi, \hbar : indirgenmiş Planck sabitini göstermektedir. (2.1) ve (2.2) denklemleri göz önünde bulundurulursa akım mesafeye göre eksponansiyel olarak azalmaktadır. TTM mikroskobunda tünelleme akımı geri besleme kaynağı olarak kullanılarak iletken veya yarı iletkenlerin yüksek çözünürlükte görüntülenmesine olanak sağlamaktadır.



Şekil 2.1 : Ultra yüksek vakumda Si (111) TTM görüntüsü 7x7 yeniden yapılanmış yüzey birim hücre.

Şekil 2.1' de tipik bir TTM'yi oluşturan bileşenler ve gurubumuz tarafından ultra yüksek vakumda alınmış Si (111) yüzeyi verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi yüzeydeki atomik terasları görebilmenin yanında örnek yüzeyindeki atomik kusurları görebilmek mümkündür.

2.1.2 Atomik kuvvet mikroskobu

Atomik kuvvet mikroskobu (AKM) çok yüksek çözünürlüklü bir taramalı uç mikroskobudur. Teknik ile uygun koşullarda atomik çözünürlük elde edilebilmektedir. Ulaşılmış çözünürlük birkaç angstrom ölçeğinde olup optik mikroskop tekniklerden en az 1000 kat fazladır. AKM'nin öncülü olan Taramalı Tünelleme Mikroskobu 1980'lerin başında Gerd Binnig ve Heinrich Rohrer IBM Research - Zürih'te geliştirilmiş, araştırmacılara 1986 Nobel Fizik Ödülü'nü kazandırmıştır [1]. Sonrasında Binnig, Quate ve Gerber 1986'da ilk Atomik Kuvvet Mikroskobunu geliştirdiler. İlk ticari AKM 1989'da piyasaya sürüldü. AKM, nano boyutta görüntüleme, ölçme ve malzeme işleme konusunda en gelişmiş araçlardan biridir [16].

AKM, görme özürlü bir kişinin Braille alfabesini okuma yöntemini kullanması gibi çalışır; burada parmaklar bir kâğıttaki çıkıntı deseninde tarama yapar. Parmak uçlarındaki sinir hücreleri kâğıt üzerindeki çıkıntıların şeklini algılar ve beyindeki harflere ve kelimelere dönüştürülür. AKM'de bu ilke, atomlar arası mesafelere indirgenmiştir (bkz. Şekil 2.2). Kâğıt üzerindeki çıkıntılar, yüzeydeki "çıkıntılar" ile değiştirilir, parmak uçlarındaki sinir hücreleri çok keskin bir iğne şeklindeki sensör ile değiştirilir ve beynin yaptığı işi bir elektronik düzeneği ve bilgisayar devralır ve uç tarafından tespit edilen sinyal yazılım yardımı ile yüzey görüntüsüne çevrilir [9].



Şekil 2.2 : AKM çalışma prensibinin şematik açıklaması. AKM konseptinde parmak ucu ile yüzey hissediliyor, gerçekte ise yüzey çok sivri bir uç ile algılanıyor [17].

Atomik kuvvet mikroskobunda (AKM) esnek bir yay (kantilever) ucundaki ince bir uç (tip) görüntülenecek yüzeyle temas ettirilir veya çok yakınına kadar yaklaştırılır. Uç ve yüzey arasındaki etkileşim kuvvetleri, Hook yasasına bağlı olarak kantileverin diğer ucundaki kuvvetle orantılı olarak bükülmesine neden olacaktır. Bükülme boyutunu saptayarak kuvvet ölçülebilir. AKM tarafından sinyale dönüştürülen kuvvet, uç ve numune arasında etkiyen çekici ve itici kuvvetlerin hepsinden oluşur. Bu kuvvetler tipe ve numuneye bağlıdırlar. Genel olarak, kuvvetler uzun menzilli ve kısa menzilli kuvvetler olarak ayrılabilir. Numune yüzeyi ile temas halinde tarama yaparken, kısa menzilli kuvvetler, özellikle de kuantum mekanik dışlama prensibinden gelen itici kuvvetler baskındır. Yüzeyden daha uzakta yarı temas kipinde veya temassız kipte tarama yaparken uzun menzilli kuvvetleri, kapiler kuvvetler, manyetik kuvvetler veya elektrostatik kuvvetler verilebilir. Şekil 2.3'teki uzun menzilli çekici kuvvetler ve kısa menzilli itici kuvvetlerin kuvvet ve uzaklığın fonksiyonu olan grafiği gösterilmektedir [18].



Şekil 2.3 : Kuvvet tepki eğrisi, örnek yüzeyi arasındaki mesafenin fonksiyonları olarak çizilen uç ve örnek arasında etkiyen çekici ve itici kuvvetlerin grafiği [18].

2.1.2.1 AKM algılama tipleri

AKM'de çok sivri olan uç esnek bir kantileverin (esnek yay) serbest ucuna yerleştirilir ve görüntülenecek yüzey ile temas ettirilir. Uç ve yüzey birbirine yaklaştıkça itici ve çekici kuvvetler ortaya çıkar. Kuvvetlerin itici veya çekici olmasına bağlı olarak kantileverin ucu numuneye doğru uzaklaşır veya yaklaşır. Uç-kantilever sisteminin hareketi Şekil 2.4'te tasvir edilen bir dizi farklı algılama yöntemi ile tespit edilebilir. Soldan sağa: Piezoresiztif algılama, tünel akımı ölçümü, optik ışın sapması yöntemi, kapasitans senörü ile algılama, piezoelektrik kantilever algılama, optik interferometre ile algılama.



Şekil 2.4 : Kantilever sapmasını algılamak için kullanılan çeşitli prensipler [19-26].

Şekil 2.4'te sunulan çeşitli algılama prensiplerinin ayrıntılı açıklamaları ve uygulamaları (soldan sağa) ilgili referanslarda bulunabilir. [19] (kapasitans sensörü), [20] (piezo elektrik) ve [21] (optik ışın sapması), [22] (piezo dirençli), [23] (tünel akımı), [24,25] (interferometre). Literatürde atomik çözünürlük ilk elde edildiğinde piezo rezistif saptama şeması kullanılmış olsa da [26], optik ışın sapması ve optik interferometre yöntemi teorik olarak en yüksek çözünürlüğe sahip olmalarından ve kullanım kolaylığından dolayı pratikte en çok kullanım alanı bulan algılama yöntemleridir.

Bununla birlikte yüksek performanslı bir ışık kaynağının gereksinimi ve başlangıç hizalaması ile ilgili sorunlardan dolayı hizalama gerektirmeyen piezoelektrik kantileverlerin kullanımı yaygınlaşmıştır. Optik ışın sapması yöntemi oda koşulunda çalışan AKM'lerde sıklıkla tercih edilirken, interferometre yöntemi daha az yer gereksiniminden dolayı düşük sıcaklık uygulamalarında tercih edilmektedir.

2.1.2.2 AKM yüzey tarama tekniği

AKM'de yüzey taramada genelde ızgara tipi tarama tekniği kullanılmaktadır. Izgara tipi taramada yüzey bir eksende ileri ve geri yönde taranarak her satır sonunda diğer eksen pozisyonu artırılır. Bu şekilde yüzey ızgara şeklinde taranarak tarama piksel sayısı ile uyumlu olarak uygun pozisyonlarda veri toplanır.

Tarama ucunun konumunu kontrol etmek için piezoelektrik elemanlar kullanılır. Bu elemanlar bir hat boyunca Şekil 2.5'te görüldüğü gibi x-y düzlem boyunca ızgara şeklinde taranır. Tarama sırasında Z piezo tarayıcı tip-numune arasındaki kuvveti sabit tutmada kullanılır. Her XY pozisyonuna karşılık gelen Z tarayıcı pozisyonu kaydedilerek 3 boyutlu AKM verisi elde edilir. Izgara taramada genelde ileri ve aynı yol üzerinde geri yönde tarama yapılarak her satır için çift veri alınır. İleri ve geri yöndeki alınan veriler karşılaştırılarak görüntülerde kusur olup olmadığı anlaşılabilir.



Şekil 2.5 : Izgara tarama şematiği.

2.1.2.3 AKM görüntüleme modları

AKM mikroskopları farklı modlarda (kiplerde) çalıştırılabilmektedir. Değen kip, yarı değen kip ve değmeyen çalışma kipine ek olarak bu modlardan türetilmiş amaca yönelik tarama kipleri de mevcuttur. Kontak modun türevi olarak yanal kuvvet mikroskobu, taramalı kapasitans mikroskobu, piezoelektrik etki ölçüm mikroskobu modları örnek olarak verilebilir. Yarı değen tarama kipine örnek olarak dinamik tarama kipi, elektrostatik kuvvet mikroskobu, manyetik kuvvet mikroskobu ve kelvin probe kuvvet mikroskobu verilebilir. Bu bölümde sadece temel çalışma kiplerine yer verilecektir [16].

Kontak mod (değen mod)

Değen mod AKM'de yumuşak bir keskin iğne numune yüzeyine dokunarak 2 boyutlu olarak numune yüzeyi taranır ve konuma karşılık yükseklik değişimi kaydedilerek yüzey topografisi elde edilir. Yay ucundaki iğne yüzeye değdiğinde yay sapar. Yaydaki sapmayı ölçmenin değişik metotları vardır ancak en çok tercih edilen metot basitliği ve hassasiyeti sebebiyle optik ışın sapması (OIS) metodudur. Bu metotta bir diyot lazer kaynağı toplayıcı mercek ile toplanır ve odaklayıcı mercek ile algılayıcı yay ucuna odaklanır. Geri yansıyan ışınlar pozisyon duyarlı fotodiyot (PDFD) üzerine odaklanır. Fotodiyotta oluşan fotoakım bir diferansiyel anfiye girilir ve voltaja dönüştürülür, voltaj değişimi yayın bükülmesi ile orantılıdır. Örneği tararken okunan sapma sinyali hedeflenen sapma sinyali ile karşılaştırılarak bir hata sinyali elde edilir. Sistemde yer alan geri beslemeli kontrol (PID) algoritması ile hata sinyali dikey eksende örnek ya da yay hareket ettirilerek hedeflenen sapma sinyali geri besleme tarafından sabit tutulmaya çalışıldığında hata minimize edilir. Genelde örneği 3 boyutlu olarak tarayabilmek için piezo tarayıcılar kullanılır. Piezo tarayıcılar kalibre edilerek uygulanan elektriksel sinyalin ne kadarlık yer değiştirmeye denk geldiği bilinir. Örneği tarama sırasında yüzeye dikey eksende (Z) hareket için üretilen elektrik sinyalleri 2 boyutlu bir dizide tutulur. Dizide bulunan sinyaller kalibrasyon verisi ile işlenerek yüzey topografisine çevrilir. Değen mod AKM'de yüzeyle yay ucundaki iğne sürekli kontak halindedir. Şekil 2.6'da değen kip AKM için Lennard Johns potansiyeli eğrisi üzerinde çalışma kuvvet bölgesi ve yayın yüzeyi tarama yan kesiti verilmiştir. Lennard Johns potansiyeli "*r*" kadar mesafeli 2 atom arasındaki potansiyel enerjiyi tanımlar. Yay yüzeyde yanal olarak sürüklendiğinde yüzeye zarar verme riski fazladır çünkü yayın yanal yay sabiti yüksektir. Yüzey yanal olarak tarandığında yüzeyin yanal kuvvetlerini ölçmek mümkündür [16].



Şekil 2.6 : Solda: Kuvvet-mesafe grafiğinde değen kip AKM'nin çalışma noktası, sağda: Değen kip taramada tip hareketi [16].

Atomik Kuvvet Mikroskopları kullanılarak itici ve çekici kuvvetleri algılamak mümkündür. Örneğin değen kip olarak bildiğimiz yöntemde yay ucundaki iğne yüzeye itilir ve "Pauli Dışarlama Prensibi" gereği yüzeydeki atomlar yayı güçlü bir itici kuvvetle iterler. Bu bölgede diğer kuvvetler de bulunmasına karşın itici kuvvet daha etkindir. Bu olay yalnızca AKM iğnesi ile yüzey arasındaki mesafe çok küçük olduğunda gerçekleşir. Yüzeyden bir miktar uzaklaşıldığında artık çekici kuvvetler etkin hale gelir. Bu bölgede Van der Waals, elektrostatik kuvvetler gibi kuvvetler aktiftir. İtici kuvvetler pozitif, çekici kuvvetler ise negatif kuvvetler olarak tanımlanır. Günümüzde değen kip AKM'nin özellikle yumuşak örneklere zarar vermesinden dolayı görüntüleme amacı ile tercih edilmemektedir ancak tip-yüzey arası kuvvet ölçümünde aktif olarak kullanılmaya devam edilmektedir [16].

Yarı değen mod (genlik modülasyonu)

Değen mod AKM' de sürtünmeden dolayı örnek zarar görebileceğinden bu problemi aşmak için genlik modülasyonu AKM (GM-AKM) geliştirildi [20]. Bu kipte yay yüzeye dikey yönde rezonans frekansında (ya da rezonansa yakın bir frekansta) titreştirilir. AKM yayı yüzey ile etkileştiğinde salınım genliği iğne ile yüzey arasındaki itici kuvvetlerden dolayı küçülür. Algılayıcı yayın salınması optik ışın sapması yöntemi ile elektriksel sinyale dönüştürülür. Sensörden gelen alternatif akım (AC) sinyal RMS-DC dönüştürücü ile DC sinyale dönüştürülür. Geri besleme kontrol mekanizması tarafından sürekli olarak yay veya numune dikey eksende hareket ettirilerek salınım büyüklüğü kullanıcının belirlediği titreşim genliğinde tutulur. Şekil 2.7'de GM-AKM çalışma kuvvet bölgesi ve tipin yüzey üzerindeki hareketi verilmiştir. GM-AKM'de algılayıcı yay sürekli rezonansta titreştiğinden dolayı itici ve çekici kuvvet bölgesinde çalışmaktadır ama zamansal olarak tipin yüzeye dokunma durumunda geçirdiği süre değen kip AKM ile kıyaslanamayacak kadar azdır. GM-AKM'de genelde 10nm-100nm_{rms} genlik kullanılmaktadır. Yayın enerjisinin tip-örnek etkileşim kuvvetinden her zaman daha fazla olması gerekmektedir, aksi takdirde etkileşim kuvvetinden dolayı tip yüzeye yapışabilir. Bundan dolayı çoğu zaman GM-AKM'de çok küçük titreşim genlikleri kullanılmaktadır.



Şekil 2.7 : GM-AKM çalışma kuvvet bölgesi ve tipin yüzey üzerindeki hareketi.

GM-AKM'de enerji kaybının tek sebebi iğne-örnek etkileşimi değildir, ayrıca etkileşimden dolayı yayın etkin kütlesi değiştiğinden rezonans frekansındaki kaymadan da kaynaklanır [27-29]. Yay sabit olarak rezonans frekansında titreştirilir. Yüzeyle etkileşim sırasında yayın efektif kütlesi değiştiğinden rezonans frekansında kayma olur. Rezonans frekansındaki bu kayma faz kaymasına sebep olur. Geri besleme elektroniği faz kaymasını referans alarak dikey eksende yay–örnek arası mesafe kontrol edilirse bu çalışma kipi faz modülasyonu olarak bilinir. GM-AKM'de yüzeyi tarama sırasında faz kaymaları kaydedilirse faz zıtlığı içeren bir veri alınabilir. Faz verisi görüntüsü yüzey kompozisyonu hakkında bilgi verir.

MKM modu

Manyetik Kuvvet Mikroskobu modu manyetik numunelerde yer alan manyetik domainleri görüntülemede kullanılmaktadır. Manyetik Kuvvet Mikroskobu (MKM) ilk gelişmesinden bu yana, hem temel araştırmalarda hem de endüstride, özellikle de bilgi-veri depolama endüstrisinde birçok uygulama bulmuştur [30,31]. MKM'nin manyetik yapıları görüntülemenin diğer metotları ile karşılaştırıldığında ana

avantajları; yüksek çözünürlük (literatürde 10 nm çözünürlük) [32], manyetik olmayan yüzey kaplamalarına duyarsızlık ve basit örnek hazırlamadır [18].

Manyetik Kuvvet Mikroskopisinde manyetik malzeme ile kaplanmış bir AKM ucu kullanılır, böylece numunedeki manyetik alanların tespiti mümkün olur. Tarama ucu yüzeyden; uzun menzilli manyetik kuvvetleri ölçebilecek fakat kısa mesafeli temas kuvvetlerinden etkilenmeyecek bir uzaklıkta bulunması gerekir.

MKM için kullanılan tarama uçları genellikle manyetik bir kaplama ile kaplı normal AKM tarama uçlarıdır. Genellikle CoCr gibi manyetik kaplamalar kullanılmaktadır. MKM çalışma prensibini anlatan basit bir model Şekil 2.8'de gösterilmiştir. Buradaki tarayıcı uç ve esnek kantilever sistemi, bir yayın ucuna tutturulmuş bir mıknatıs olarak görülmektedir; uç (mıknatıs) ile yüzeydeki manyetik kutuplar arasındaki kuvvet etkileşimi sonucu tarama ucu çekilir veya itilir, böylece yüzeyin manyetik haritası çıkarılabilir. [18].



Şekil 2.8 : MKM çalışma prensibi.

MKM'de yarı değen-çift geçiş tarama tekniği

Atomik Kuvvet Mikroskobu prensiplerine dayanarak çalışan bir yöntem olan Manyetik Kuvvet Mikroskobunda sensör olarak manyetik kantileverler ve kantilever sapması ölçüm yöntemi kullanılır. İki geçişli (two pass) tarama yöntemi kullanılarak manyetik veri toplanır. İki geçişli tarama yönteminde ızgara tarama tekniği kullanılmaktadır. Tarama sırasında kantilever ile her satırda ileri ve geri yönde tarama yapılarak iki kez aynı satırdan geçmektedir (İki geçişli-two pass) ve tüm satırları teker teker taranmaktadır. Şekil 2.9'da MKM'de yarı değen-çift geçiş tarama tekniği gösterilmektedir. İleri yönde taramada dinamik modda AKM topografi verisi elde edilmektedir ve geri yönde taramada kantilever kullanıcının belirleyeceği bir yükseklikte yukarı çekilip tarama yapılmaktadır, geri taramada manyetik kuvvetler ölçülmektedir.



Şekil 2.9 : MKM'de çift geçiş tarama tekniği, (a) ileri tarama-topografi görüntüsü,(b) geri tarama-manyetik faz görüntüsü [18].

Topografik kuvvetler kısa menzilli kuvvetlerdir, ancak elektrostatik ve manyetik kuvvetler uzun menzilli kuvvetlerdir. Geri taramada kısa menzilli kuvvetlerin etkisini ortadan kaldırmak için kantilever geri çekilir ve uzun menzilli manyetik kuvvetler ölçülür. Kantileverin kullanıcının belirlediği belli bir miktarda yüzeyden uzaklaştırıldığı değere 'lift off' (kaldırma) değeri denir.

Manyetik Kuvvet Mikroskopisi yöntemi, sadece niteliksel veriler verir. Manyetik Kuvvet Mikroskobu görüntüleri kontrast olarak manyetik kuvvet fazlarının haritasını göstermektedir.

2.1.3 Taramalı hall aygıtı mikroskobu

Taramalı hall aygıtı mikroskobu (THAM), taramalı uç mikroskopları ailesinin bir üyesidir. Taramalı hall aygıtı mikroskobu numunenin yüzeydeki manyetik bölgelerin nanometre ölçeğinde haritalanmasına olanak sağlamaktadır. THAM yanal çözünürlüğünü hall sensör belirlemektedir. Günümüzde Geim (1989) [34] ve Bending ve arkadaşları tarafından ilk olarak kullanılan GaAs/Al_{0.3}Ga_{0.7}As heteroyapı hall sensörleri THAM mikroskoplarında kullanılmaktadır (1990) [35,36]. Sonrasında entegre bir TTM ucuna sahip GaAs/AlGaAs hall aygıtı ilk defa piezo tüp tarayıcı üzerine monte edilmiştir [37]. Böylece hassas konum kontrolü için daha önce geliştirilen piezo tarayıcı ile birlikte TTM ucu kullanılarak çözünürlük birkaç nanometreye düşürülebilmiştir [38]. Burada en önemli etkenlerden biri hall aygıtının boyutunun da mikron altı seviyede olmasıdır. Günümüzde çoğu THAM bahsedilen aynı tasarıma sahiptir [33,39,40].

Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu'nda (THAM) mikro ya da nanolitografi ile imal edilmiş bir Hall aygıtı, numunenin üzerinde Taramalı Tünelleme Mikroskobu (TTM) ya da Atomik Kuvvet Mikroskobu (AKM) teknikleri kullanılarak yüzeye değmeden taranır ve örneğin manyetik alan haritası ile yüzey profili aynı anda elde edilir. Bu teknik diğer manyetik alan inceleyen yöntemlere göre tahribatsızdır ve direkt olarak yüzey manyetik alan şiddetini vermektedir. Ayrıca bu yöntem yüksek manyetik alan şiddetlerinde bile sorunsuz çalışmakta, çok geniş bir sıcaklık aralığında (mK-300K) uygulanabilmekte ve lokal olarak mıknatıslanmayı da 50nm çizgisel çözünürlükle ölçebilmektedir. Şekil 2.10'da Hall aygıtı ve yüzeyi taramada kullanılan TTM ucu gösterilmektedir.



Şekil 2.10 : Hall aygıtı ve yüzeyi taramada kullanılan TTM ucu.

THAM'larında kullanılan temel prensip fizikteki Hall Etkisi olayına dayanır. Hall etkisi Alman fizikçi Edwin Hebert Hall tarafından 1879'da keşfedilen elektrik yükü taşınımı olayıdır. Şekil 2.11'de temsili gösterilen Hall etkisinde elektrik yükü taşıyan l×w×d boyutlarındaki bir iletkenden –y yönünde bir akım geçerken bu akıma dik bir manyetik alan uygulanır, elektrik yükleri manyetik alanın oluşturduğu Lorentz kuvvetinden dolayı sapar. Bu sapma sonucu + ve – yükler zıt kutuplarda birikir [41].



Şekil 2.11 : İletken üzerinde Hall Etkisi şematik gösterimi [33].

Lorentz kuvveti iletken üzerinde elektronların hızlanmasına neden olur ve – yükler iletkenin bir kenarında birikir. Buna karşılık diğer kenar + yüklenmiştir. Yük nötralliği sağlandığı halde iletkenin eni boyunca bir potansiyel fark oluşmaktadır (V_H). İletkenin eni boyunca oluşan potansiyel fark bir elektrik alan oluşturur ve bu Hall Alanı olarak adlandırılır (E_H). Bu alan kuvvetleri varlığında yükler iletken boyunca kayar ve elektriksel ve manyetik kuvvetler arasında bir balans oluşur ve bu durumda net kuvvet hesaplanabilir [41].



Şekil 2.12 : Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu (THAM) şematik gösterimi [41].

Hall prensibi kullanılarak üretilen sensörler ile manyetik alandaki değişimler, V hall değişimleri ölçülebilir. Şekil 2.12'de Taramalı hall aygıtı mikroskobu (THAM) şematiği ve Şekil 2.13'te harddisk yüzeyinden eşzamanlı alınan yüzey topografi görüntüsü ve manyetik alan görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.13 : THAM ile hard disk yüzeyi (a) eşzamanlı topografi ve (b) manyetik alan görüntüsü örneği [41].

2.1.4 TUM bileşenleri

Taramalı Uç Mikroskoplarının temel bileşenleri aşağıda açıklanmaktadır. Bunlar kontrol elektroniği, sensör, tarayıcı ve yazılımdır.

2.1.4.1 TUM kontrol elektroniği

TUM Kontrol elektroniği işlevleri şu şekilde sıralanabilir:

Tarama sinyallerini üretme: TUM kontrol elektroniği piezoelektrik tarayıcıları sürmede kullanılan sinyalleri üretmektedir. Sinyal gürültü seviyesi TUM'nın yanal ve dikey çözünürlüğünü belirleyen temel etkenlerden birisidir. Tarama sinyallerini üretmede dijital-analog dönüştürücüler (DAC) kullanılmaktadır. Kullanılan DAC çözünürlüğü hareket hassasiyetini belirlemektedir.

Z piezo kontrolü: TUM Sensörlerden gelen veriler kullanılarak geribesleme kaynağı olarak kullanılarak Z tarayıcı kontrolü sağlanmaktadır.

Motorları sürme: TUM'da yüzeye yaklaşmada kullanılan motorları sürmekte kontrol elektroniği kullanılmaktadır. Bu motorlar servo, step motor olabileceği gibi düşük sıcaklık uygulamalarında piezomotor olabilmektedir.

Dinamik AKM ve spektroskopi çalışmaları için lock-in: TUM elektroniğinde kantilever salınımı RMS ve fazını ölçebilmek için lock-in amfi bulunmaktadır.

Veri transferi: TUM kontrol elektroniği ayrıca toplanan verilerin PC'ye gönderilmesinden sorumludur.

Yukarıdaki işlemlerin yanında kontrol elektroniği hall sensörü sürme, interferometre ile sapma ölçme, özel tarama kiplerinde kullanılan çoklu kapalı devre döngülerin koşmasından da sorumludur.

2.1.4.2 TUM sensör

Taramalı uç mikroskoplarında temel olarak 2 tip sensör kullanılmaktadır. TTM'de sensör olarak atomik sivrilikte iletken Pt/Ir veya tungsten iğne kullanılmaktadır. Sivri iğne yeteri kadar yüzeye yaklaştırıldığında tünelleme akımı oluşur. IV dönüştürücüler kullanılarak akım voltaja dönüştürülür. Kontrol elektroniği tarafından tünelleme voltajı geribesleme kaynağı olarak kullanılarak yüzeyin taranması sağlanır.

AKM'de sensör olarak genelde kantilever kullanılmaktadır. kantilever MEMS teknolojisi ile üretilmiş yay ve sivri bir iğneden oluşmaktadır. Oda koşulunda çalışan AKM sistemlerinde kantilever sapması ölçmede genelde yer problemi olmadığından ve yüksek hassasiyetinden dolayı optik ışın sapması yöntemi kullanılmaktadır. Optik ışın sapması yönteminde kantilevere lazer odaklanarak yay sapması pozisyon duyarlı fotodedektör ile ölçülmektedir. Elde edilen sapma sinyali kontrol elektroniğinde kullanılarak yüzey taranmaktadır.

Düşük sıcaklık AKM'lerde soğutma alanı genelde çok dar olduğundan mikroskobun 2.54cm çapa sığması gerekmektedir. Bundan dolayı kantilever sapması ölçmede genelde interferometre veya self-sensing sensörler (tuning fork veya piezorezistif kantileverler) kullanılmaktadır.

2.1.4.3 TUM tarayıcı

TUM'un en önemli bileşenlerinden birisi de XYZ tarayıcısıdır. XYZ tarayıcısı numune yüzeyini ızgara şeklinde taramada kullanılmaktadır. Genelde tarayıcı olarak piezotüpler veya piezostack'ler kullanılmaktadır. Küçük alana sığdırılabilmesinden dolayı düşük sıcaklık mikroskoplarda genelde tüp tarayıcılar kullanılmaktadır. Tarayıcı XY ve Z rezonans frekansı tarama hızını belirleyen önemli parametrelerden birisidir. Tarayıcı rezonans frekansının yüksek olması tarama hızının yüksek olmasına olanak sağladığı gibi sensör ömrünün artmasını da sağlamaktadır. Bu sayede daha hızlı anlık tepkiler verilebilmektedir.

2.1.4.4 TUM yazılım

TUM yazılımı elektronikten gelen verileri yakalamadan, gelen verileri doğru görüntü kanallarına çevirmeden ve renklendirmeden sorumludur. Gelen ham veriler yazılımda kalibrasyon parametreleri ile işlenerek gerçek yükseklik verisine dönüştürülmektedir.

2.1.5 Düşük sıcaklık taramalı uç mikroskopları ve bileşenleri

Düşük Sıcaklık Taramalı Uç Mikroskobisi (DS-TUM) tekniklerinde temel olarak bir soğutucu kriyostat sistemi ve düşük sıcaklık ortamında çalışabilecek şekilde tasarlanmış bir taramalı uç mikroskobu bulunur. DS-TUM mikroskobunun ve komponentlerinin fotoğrafı Şekil 2.14'te gösterilmiştir.

DS-TUM mikroskoplarında genel olarak tarama kafası, pcb dağıtıcı, yerleştirme birimi, radyasyon zırhı, boyun, konnektör ve fiber bileşenleri bulunmaktadır. DS-MKM tarama kafasının detaylarına sonraki bölümlerde değinilmektedir.



Şekil 2.14 : Düşük sıcaklık taramalı uç mikroskobu bileşenleri.

2.1.5.1 Süperiletkenlerde manyetik girdap görüntüleme teknikleri

Süperiletkenlerde çeşitli manyetik girdap görüntüleme teknikleri vardır. Bunlar Manyetik Kuvvet Mikroskobu, Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu, Bitter Decoration Tekniği, Lorentz Mikroskobu, Magneto-Optik Görüntüleme Tekniği ve Taramalı SQUID Mikroskobu'dur. Her bir yöntemin kendine has avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır. Şekil 2.15'teki resim bu yöntemleri kısaca tanıtmaktadır. Resimde manyetik görüntüleme tekniklerinin çözünürlük, hassasiyet ve fiyat bakımından karşılaştırılması bulunmaktadır. Tez kapsamında süperiletkenlerde manyetik girdap yapısı görüntüleme deneylerinde Manyetik Kuvvet Mikroskobu ve Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu kullanılmıştır.

Atomik Kuvvet Mikroskobu (AKM)'lerin bir türevi olan Manyetik Kuvvet Mikroskobu; mıknatıslanmış bir AKM iğnesi ile yüzey arasındaki kuvvetleri ölçerek çalışır. Direkt olarak manyetik iğne üzerindeki kuvveti ölçmek yerine, kantileverin rezonans frekansının kaymasını ya da rezonans frekansında titreştirilen kantileverin fazındaki kaymayı belirleyerek ölçümlerini yapar. Tip II süperiletken malzemelerde, süperiletken faza geçtiğinde manyetik akı numunenin içinde Abrikosov girdapları şeklinde kuantize olur. Bu nedenle de süperiletken iletken yüzeyi tarayan manyetik kantilever ile bu Abrikosov girdapları arasında manyetik etkileşimler nedeniyle kantilever sapar. Tüm bunlara rağmen Manyetik Kuvvet Mikroskobu (MKM) incelenen örneğe oldukça yüksek bir manyetik alanı kantileverin ucunda bölgesel olarak uygulamaktadır ve 'yumuşak' manyetik malzemeler ve süperiletkenlere uygulanması sınırlıdır. Bunun yanında MKM manyetik alan şiddetini ölçememekte, kantitatif olmayan bir görüntü vermektedir. Diğer bir yöntem olan Lorentz mikroskobu ile manyetik malzemeler hassas olarak incelenebilmektedir ama numunenin, yüksek enerjili eksiciklerin geçebileceği kadar, 30-50nm, inceltilmesi gerekmektedir. Diğer yöntemlerde de benzer sorunlar vardır.



Şekil 2.15 : Manyetik görüntüleme tekniklerinin çözünürlük, hassasiyet ve fiyat bakımından karşılaştırılması.

Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu'nda (THAM) mikro ya da nanolitografi ile imal edilmiş bir Hall aygıtı, numunenin üzerinde Taramalı Tünelleme Mikroskobu (TTM) ya da Atomik Kuvvet Mikroskobu (AKM) teknikleri kullanılarak yüzeye değmeden taranır ve örneğin manyetik alan haritası ile yüzey profili aynı anda elde edilir. THAM ile ölçümlerde, Hall aygıtı üzerine düşen manyetik alana bağlı oluşan Lorentz kuvvetine bağlı oluşan elektriksel akımı ölçmeye yarar. Ölçülen elektriksel akım dolaylı yoldan da yüzeydeki manyetik davranış hakkında bilgi verir. Sahip olduğu yüksek hassasiyette uzaysal çözünürlüğü ve manyetik yüzeye verdiği az zararlar nedeni ile THAM süperiletken malzemelerin yüzeyinde oluşan girdapların ve manyetik faz geçişlerini belirlemede etkin yöntem olarak karşımıza çıkmaktadır. Ayrıca bu yöntem uygulanan yüksek manyetik alan şiddetlerinde bile sorunsuz çalışmakta, çok geniş bir sıcaklık aralığında (mK-300K) uygulanabilmekte ve yöresel olarak mıknatıslanmayı da 50nm çizgisel çözünürlükle ölçebilmektedir. Bu sebeple Süperiletkenlerde Meissner durumunda tuzaklanmış manyetik girdap yapılarının görüntülenmesinde sıklıkla tercih edilmektedir.

2.2 Soğutma Sistemleri

Düşük Sıcaklık sistemleri deneysel fizik araştırmalarında sıkça kullanılan özel düzeneklerle milikelvin derecelerine kadar soğutma yapabilen sistemlerdir. Bilimde, mühendislikte ve tıpta sıkça kullanılmaktadırlar. Örnek veya cihazlar kriyostat denilen düşük sıcaklık sistemlerine yüklenir ve böylece düşük sıcaklıkta gerçekleştirilmek istenen araştırmalar yapılabilir. Kriyostatlar genel olarak kriyojenik sıvılar içeren tanklar ve süperiletken magnetler içeren tasarımlardan oluşmaktadır. Tank özetle laboratuvar ortamının sıcaklığı ile soğutulan ortamının arasındaki izolasyon bölgesini oluşturan konteynırlar veya kaplar olarak tarif edilebilir. Tanklar çok farklı boyutlarda ve dizaynlarda tasarlanabilir. Düşük sıcaklık araştırmalarında kullanılacak olan deney ekipmanlarına göre tank sisteminin boyutları seçilmektedir. Şekil 2.16'da şematik bir Düşük Sıcaklık Sistemi görülmektedir [42].



Şekil 2.16 : Düşük Sıcaklık Sistemi (Kriyostat) şematiği [43].

Kriyostatlarda soğutma işlemi için genel olarak sıvı helyum banyoları kullanılmaktadır. Sıvı helyum 4K sıcaklığında sıvı halde bulunan helyum kimyasal elementine verilen isimdir. Standart basınçta helyum kimyasal elementi 4K sıcaklığında sıvı halde bulunur. Kaynama noktası helyumun hangi izotopun mevcut olduğuna bağlıdır. Sadece Helyum-4 (⁴He) veya Helyum-3 (³He) izotopları kararlı izotoplardır. Sıvı helyum üretmek için gereken sıcaklık, helyum atomları arasındaki konumların zayıf olması nedeniyle düşüktür. Helyumdaki bu atomlar arası kuvvetlerin zayıf olmasının sebebi soy gaz elementi olmasındandır. Ayrıca He atomları arası mesafe, kuantum mekaniğinin etkileri ile daha da azaltılabilir. Bunlar, yaklaşık dört atomik kütle birimi olan düşük atomik kütlesi nedeniyle helyumda önemlidir.



Şekil 2.17 : Dilution Soğutucu kriyostatta ³He-⁴He faz diyagramı [44].

Sıvı helyumun sıfır noktası enerjisi, atomları komşuları tarafından daha az sınırlanmışsa daha azdır. Dolayısıyla, sıvı helyumda taban düzeyi enerjisi, ortalama atomlar arası mesafenin doğal olarak artmasıyla azalabilir. Bununla birlikte, daha uzak mesafelerde, atomlar arası kuvvetlerin helyum üzerindeki etkileri daha da zayıftır. Helyumda çok zayıf atomlar arası kuvvetler nedeniyle, bu element atmosfer basıncında sıvılaşma noktasından mutlak sıfıra kadar sıvı kalır. Sıvı helyum sadece çok düşük sıcaklıklarda ve yüksek basınç altında katılaşır. Sıvılaşma noktalarının altındaki sıcaklıklarda hem helyum-4 hem de helyum-3 süper akışkan faza geçer.

Sıvı helyum-4 ve nadir helyum-3 tamamen karışabilir değildir. Bunların doymuş buhar basıncında 0.9 Kelvin'in altındaki iki izotop karışımı, çoğunlukla helyum-4'ten oluşan

daha yoğun bir süper akışkan üzerinde yüzen normal bir sıvıya (çoğunlukla helyum-3) geçiş yapar. Çünkü sıvı helyumun genel kütlesi termodinamik entalpiyi ayırarak azaltabilir [42]. Son derece düşük sıcaklıklarda, helyum-4 bakımından zengin süper akışkan faz, çözeltide %6'ya kadar helyum-3 içerebilir. Bu, birkaç millikelvin sıcaklığına erişebilen dilution soğutma tipinde küçük çaplı kullanımını mümkün kılar. Şekil 2.17'de Dilution soğutucu kriyostatta ³He-⁴He dönüşümünde ulaşılabilen milikelvin sıcaklıkları grafiği verilmiştir.

2.2.1 Kriyostat çeşitleri ve çalışma prensipleri

Helyum ilk olarak 10 Temmuz 1908'de Hollanda'daki Leiden Üniversitesi'ndeki Hollanda fizikçi Heike Kamerlingh Onnes tarafından sıvılaştırıldı [45]. Sonrasında tarihsel olarak sıvı helyum kullanılarak kriyostat soğutma sistemleri geliştirilmeye başlanmıştır. Günümüzde yaygın olarak kullanılan kriyostat çeşitleri şöyledir; Kapalı devre kriyostatları, Sürekli akışlı kriyostatlar, banyo kriyostatları ve çok kademeli kriyostatlar.

2.2.1.1 Kapalı devre kriyostatları

Kapalı devirli kriyostatlar, soğuk helyum buharının pompalanacağı bir odadan oluşur. Harici bir mekanik soğutucu, soğutulmuş ve geri dönüştürülmüş daha sıcak helyum egzoz buharını ayıklar. Kapalı çevrimli kriyostatlar nispeten yüksek elektrik enerjisi tüketirler, ancak helyum ile doldurulmaları gerekmez ve sınırsız bir süre boyunca sürekli olarak çalışabilirler. Nesneler, helyum buhar odası ile termal temasta olan bir vakum haznesi içindeki bir metalik soğutucu plakaya tutturularak soğutulabilir [42].

2.2.1.2 Sürekli akışlı kriyostatlar

Sürekli akışlı kriyostatlar sıvı kriyojenik maddeleri (tipik olarak sıvı helyum veya azot) ile bir depolama tankında soğutulur. Kriyojen kriyostat içinde kaynarken, sürekli olarak tank deposundan düzenli bir akışla doldurulur. Kriyostattaki numunenin sıcaklık kontrolü, tipik olarak, bir PID sıcaklık kontrol halkasına bağlı bir ısıtma teli ile birlikte kriyojen akış hızını kriyostata kontrol ederek gerçekleştirilir. Soğutmanın sürdürülebileceği süre, mevcut kriyojenlerin hacmi ile belirlenir [42]. Sıvı helyumun azlığı nedeniyle, bazı laboratuvarlar, kriyotostattan buharlaşan helyumu yakalamak için tesislere sahiptirler, ancak bu tesislerin işletilmesi de pahalıdır.

2.2.1.3 Banyo kriyostatları

Banyo kriyostatları, yapım aşamasında sıvı helyum ile dolu vakum şişelerine benzer. Soğuk plaka, sıvı helyum banyosu ile termik olarak temas ettirilir. Sıvı helyum, kriyostatın hacmine ve yapısına bağlı olarak, birkaç saat ile birkaç ay arasındaki aralıklarla kaynamaya devam ederken doldurulabilir. Kaynatma oranı, banyoyu soğuk helyum buharı ile koruyarak veya asal yalıtkan malzeme denilen duvarlarla vakum kalkanı ile en aza indirgenir. Banyodan kaynayan helyum buharı banyo dışındaki termal kalkanları çok etkili biçimde soğutur. Eski tasarımlarda ilave sıvı azot banyosu veya birkaç eşmerkezli koruyucu katmanlar olabilir ve sıcaklıkları kademeli olarak artmaktadır. Bununla birlikte, süper yalıtkan malzemelerin icadı bu teknolojiyi eskimez hale getirmiştir [42].

2.2.1.4 Çok kademeli kriyostatlar

Sıvı helyumdan daha düşük bir sıcaklık elde etmek için, kriyotostata ilave soğutucu aşamalar eklenebilir. Vakum pompasına bağlı He-4 izotopunun bir kutusu olan 1-K pota soğuk plakayı takmakla 1 K'ye kadar olan sıcaklıklara ulaşılabilir. Ana aşamaya ve 1K pota ek olarak dillution (seyreltme) soğutma tekniğini kullanarak tipik olarak 1mK sıcaklığa ulaşılabilir. Sonrasında manyetik soğutma kullanılarak bunun altındaki sıcaklıklara ulaşılabilir [42].

2.2.2 Kapalı devre soğutma sistemleri ve bileşenleri

Kapalı devre soğutma sisteminde taramalı uç mikroskoplarının içerisine yerleştirilebileceği boyutlarda bir tank, helyum tankı, kompresör, sirkülâsyon pompası, pulse tüp ve kontrol ünitesi bulunmaktadır. Şekil 2.18'de kapalı devre soğutma sistemine kriyostat örneği görülebilir.



Şekil 2.18 : Deneylerde kullanılan kapalı devre soğutma sistemi (kuru kriyostat) örneği, Sistem Soldan sağa: He tankı, kompresör, tank ve kontrol ünitesinden oluşmaktadır [46].



3. SÜPERİLETKENLER VE TOPOLOJİK YALITKANLAR LİTERATÜR

Bu bölümde süperiletkenler ve topolojik yalıtkanlar konusundaki temel teorik bilgiler ve tez çalışması ile alakalı farklı örnekleri açıklayan literatür çalışması verilmiştir.

Süperiletkenler bölümünde süperiletkenlerin tanımı, özellikleri, kullanım alanları, Meissner etkisi, süperiletkenlik teorileri, tip I süperiletkenler, tip II süperiletkenler, tip II süperiletkenlerde manyetik girdap yapıları, demir esaslı süperiletken ailesi ve bu aileye ait FeSe ve FeSeTe süperiletkenleri hakkında detaylı bilgiler yer almaktadır.

Topolojik yalıtkanlar bölümünde topolojik yalıtkanların tanımı, özellikleri, kullanım alanları, topolojik yalıtkanlarda görülen spin hall etkisi, Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında spin hall etkisinin incelenmesi üzerine yapılan çalışmalar açıklanmaktadır.

3.1 Süperiletkenler

Yeterli derecede alçak sıcaklığa inildiği zaman, çoğunlukla sıvı helyum bölgesinde, birçok metal ve metal alaşımlarının elektriksel dirençleri aniden sıfıra iner. Bu olay süperiletkenlik olarak adlandırılmaktadır.

Süperiletkenlik, H. Kamerlingh Onnes tarafından 1911 yılında, helyumun ilk kez sıvılaştırılmasından üç yıl sonra keşfedildi. Sıvı helyumun varlığı ona metallerin alçak sıcaklıklardaki elektriksel dirençlerini araştırma imkânı verdi. O dönemde çok saf metallerin direncinin T=0'da sıfıra gidebileceği hakkında söylentilerin olması ve damıtma ile oldukça iyi saflaştırılabilmesi nedeniyle, çalışmaları için cıvayı seçti. Şekil 3.1'de görüleceği gibi Cıva numunesinin sıcaklığı düşürülürken direncin ölçüldüğü deneyde sıcaklık 4.2K'ya indiğinde direnç açıkça sıfır durumuna geçmektedir [47].

Onnes yeni durumu süperiletkenlik olarak tanımladı, sonradan birçok metal ve alaşımların süperiletken duruma geçebildiği görüldü. Literatürde süperiletkenlik geçiş sıcaklığı T_c olarak kısaltılmaktadır. En yüksek geçiş sıcaklığına (T_c) sahip element Niobyum (Nb)'dir. Daha yüksek geçiş sıcaklığına (T_c) sahip malzemelerin aranışı, alaşım ve bileşiklerin araştırılmasına yol açmıştır.



Şekil 3.1 : Cıva numunesinde direncin sıcaklığa bağlı olarak değişimi [48].

1972'de Nb₃Ge'nin 23K'de T_c değeri olduğu bulundu. Bundan sonraki 14 yıl boyunca bu T_c rekoru değişmedi ve birçok araştırmacı bazı teorik ispatları ile yeterince yüksek geçiş sıcaklığına sahip malzeme bulmanın imkânsız olacağı inancına düşerek yanıldılar. Bednorz ve Mullerin yaklaşık 30K T_c değerine sahip La_{2-x}Ba_xCuO₄'i bulduğu 1986 yılında heyecan verici bir atılım vardı. Bu keşfi diğer malzemeler üzerine birçok araştırmalar izledi. 1987 yılında 92K'de T_c değerine sahip Ba2Cu3O7 bulundu ve 1988'de Bi₂Sr_{3-x}Ca_xCu₂O₈ ile T_c değeri 110K'e yükseldi. 2015'te HgBa₂Ca₂Cu₃O_x (HBCCO) için T_c değeri 133K olarak ölçülmüştür, ayrıca 150G basınç altında H₂S T_c değeri 203K olarak bulunmuştur. Şekil 3.2 'de süperiletkenlerin bulundukları tarih ve kritik sıcaklıkları T_c değerlerini gösteren grafik verilmiştir [49-51].



Şekil 3.2 : Süperiletkenlerin bulundukları yıla karşılık kritik sıcaklık T_c değerleri [52].

3.1.1 Kullanım alanları

Süperiletkenlerin çok çeşitli ticari uygulamaları bulunmaktadır. Bilimsel araştırmalarda kullanılan süperiletken magnetler, manyetik alan ölçen Josephson cihazları, power transmisyon sistemleri, Fault-Current limitli elektrik motorları, ulaşımda çok yüksek hızlara ulaşabilen Maglev trenleri, medikal görüntülemede kullanılan MRI cihazlarında süperiletkenler ticari olarak kullanılmaktadır.

3.1.2 Meissner etkisi

Süperiletkenlik halinde bir maddenin dc (doğru akım) elektriksel direnci tamamen sıfır veya sıfıra çok yakındır. NbZr'den yapılmış bir bobin içindeki süperakımın bozulması File ve Mills tarafından nükleer manyetik rezonans metodu kullanılarak dikkatlice incelenmiş ve süper akımla birlikte manyetik alan ölçülmüştür. Sonuç olarak süper akımın bozulma zamanının 100000 yıldan az olmadığı saptanmıştır [51].

Süperiletkenler elektriksel özellikler kadar manyetik özellikler de gösterirler. Süperiletkenlik hali sıfır elektriksel direnç tarafından karakterize olmasına rağmen, bu durum manyetik özellikler için göz önüne alınamaz. Bir süperiletken cismin zayıf bir manyetik alan içinde tam bir diamagnet gibi hareket ettiği deneysel bir gerçektir. Yani zayıf bir manyetik alanda bir süperiletken cismin iç kısmında manyetik indüksiyon sıfırdır. Bir numune manyetik alan içine yerleştirilir ve süperiletkenlik geçiş sıcaklığının altına kadar soğutulursa numune içinden geçen manyetik akı dışarı atılır. Bu duruma Meissner Etkisi denir. Bu olayın şematiği Şekil 3.3'te gösterilmiştir [51].



Şekil 3.3 : Meissner Etkisi ile manyetik akının dışarlanması.

Şekil 3.3'te uygulanan sabit bir manyetik alan içindeki bir süperiletkenin soğutulmasında Meissner Etkisi görülmektedir. T_c geçiş sıcaklığının üstündeki sıcaklıkta B manyetik indüksiyonu küre içerisinden geçmekte ve geçiş sıcaklığının altında B manyetik indüksiyon küreden dışarı atılmaktadır [51].

3.1.3 Süperiletkenlik teorileri

Süperiletkenlik durum, bir metalin iletim elektronlarının düzenlenmiş bölgesi olarak bilinir. Düzenlenme, elektronların çiftleriyle beraber gevşek olarak bir form içinde bulunmasıdır. Elektronlar geçiş sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda düzenlenmiş ve geçiş sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda düzenlenmemişlerdir. Düzenlenmenin yapısı ve orijini ilk defa 1957 yılında Bardeen, Cooper ve Schriffer tarafından açıklanmış ve teorisi kurulmuştur. Bu teoriye BCS süperiletkenlik teorisi denir [51].

Elektronlar arasındaki çekici etkileşme sonucu enerji aralığı tarafından uyarılmış durumdan ayrılmış olan bütün elektronik sistemin temel seviyesine gider ve elektromanyetik özelliklerin çoğu enerji aralığının bir neticesidir. Elektron-kristal örgü-elektron etkileşmesi, elektronlar arasındaki Coulomb itmesini yenecek kadar çekicidir [51].

Süperiletkenliğin BCS teorisi Cooper çifti olarak isimlendirilen elektron çiftinin davranışı ile açıklanmaktadır. Negatif yüklü elektron süperiletken içerisinde hareket ederken pozitif yüklü iyonları kendisine doğru çeker. Bu sebeple kristal örgüde deformasyon oluşur. Elektronun çekimi ile pozitif iyonlar birbirlerine yaklaşırlar ve elektronun geçtiği bölgenin pozitifliği artar ve bu gölgeye diğer bir elektron girdiğinde daha pozitif yüklü iyonlarca çekilir. Dolayısıyla BCS teorisi iki elektronlu bir süreci tarif eder. Negatif yüklü elektron ve pozitif yüklü iyon arasındaki etkileşme iyondan iyona geçen bir titreşime neden olur. Bu örgü tireşimi Cooper çifti olan elektronlar ortamdan geçinceye kadar sürer. Bu olayın bir sonucu Cooper çiftinin birinci elektronunun bir fonon yayması ve ikinci elektronlarını bir fonon soğurmasıdır. Ortaya çıkan bu fonon alış-verişi Cooper çifti elektronlarını bir arada tutar. Bu elektron çifti, kristal örgü içerisinde sürekli bozulmakta ve yeniden oluşmaktadır. Cooper çifti malzemeyi daha düşük bir enerji seviyesine indirir ve bu sebeple kararlıdır. Süperiletkenler geçiş sıcaklığı altına indiklerinde moleküler hareket azalır ve Cooper çitleri bozulmazlar [50,53].

3.1.4 Tip I süperiletkenler

Süperiletkenler iki gruba ayrılırlar. Tip 1 ve Tip 2 süperiletkenler. Tip I süperiletkenler metal ve metaloidlerden oluşur. Oda sıcaklığında da bir miktar iletkenlik gösteren bu maddeler düşük sıcaklığa soğutulduklarında süperiletkenliğe keskin bir geçiş gösterirler. Ayrıca mükemmel derecede de diamanyetik özellikleri vardır. Kalay,

kurşun ve cıva gibi çok saf metaller Tip I süperiletken grubunun örnekleridir. Tip I süperiletken bir materyale harici bir manyetik alan uygulanırsa, manyetik alan materyal tarafından tamamen dışarlanır. Materyal süperiletkenlikten normal duruma geçtiği an materyalin içine nüfuz eder. Bu durum Tip I süperiletkenin karakteristiğidir (Bkz. Şekil 3.4). Nb dışındaki tüm süperiletken elementlerin saf örnekleri 1. Tip davranış gösterirler ve onların süperiletkenliği uygulanan düşük bir manyetik alan Bc (kritik alan) ile bozulabilir. Bc kritik alan olarak bilinir ve sıcaklığa bağlıdır [50].

1993'te Meissner ve Ochsenfeld süperiletkenlik civarında manyetik alanın uzaysal değişimini araştırdılar ve alan dağılımının süperiletken içindeki sıfır olan, alan ile birbirine uygun olduğunu keşfettiler. Manyetik akının süperiletkenden dışarlanması Meissner Olayı olarak bilinir, perdeleme akımları olarak bilinen ve uygulanan alana eşit ve zıt yönde alan oluşturacak yönde süperiletken yüzeyinde akan, elektrik akımından dolayı meydana gelir. Uzun silindir şeklindeki bir örnek için, sabit sıcaklıkta alan Bc'nin (süperiletkenliğin bozulduğu manyetik alan değeri) altına düşürüldüğünde akımın dışarlanışı Şekil 3.4'te görülmektedir [50].



Şekil 3.4 : Alan Bc'nin altına düştüğünde Tip I süperiletken silindirde akımın dışarlanması. Denge durumunda tuzaklanmış akı yoktur [50].

Bu dışarlama, sabit alan altında örneğin süperiletkenlik durumuna kadar soğutulması durumunda da meydana gelir.

3.1.5 Tip II süperiletkenler

Alaşımlardan yapılan süperiletkenler Tip II olarak adlandırılırlar. Sadece Nb saf halde iken Tip II süperiletken olmasına rağmen, diğer elementler, alaşım yoluyla elektron ortalama serbest yolu yeterli derecede küçüldüğü zaman genellikle Tip II durumuna gelirler [50].

Mekanik olarak Tip I süperiletkenden daha sert olmalarına rağmen daha yüksek Hc değerine sahiptirler. Tip II süperiletkenlerden NbTi yüksek alanlı süperiletken magnetlerin yapımında ticari olarak kullanılmaktadırlar [54].

Tip II süperiletkenler genellikle normal ve süperiletken bölgenin ikisini de kapsayan karışık bölgede bulunurlar. Bu bölge bazen vortex (girdap) bölgesi olarak adlandırılır. Çünkü girdaplardaki süperiletken akımlar ortadaki normal bölgedeki çekirdeği çevrelemektedirler [54]. (Bkz. Şekil 3.5).

Tip II süperiletkenler genellikle normal bölgedeki çekirdekleri çevreleyen süperiletken bölgede (vortex bölgesinde) bulunurlar. Bu durum manyetik alanın süperiletken içine işlemesine neden olur. Kritik sıcaklığa ulaşıldığında normal çekirdekler sıkı paket şeklinde düzenlenir ve bu çekirdek bölgelerdeki süperiletkenlik özelliği kaybolur. Şekil 3.5'te normal bölge ve süperiletken bölgeleri şematik olarak gösteren bir vortex bölgesi görülmektedir. Normal çekirdek bölgeler sıkı paket şeklinde düzenlenmiştir [54].



Şekil 3.5 : Normal çekirdek bölgeleri ve etrafında sarılı süperiletken bölgeleri içeren girdap bölgesi şematiği [54].

Tip II süperiletkende kritik sıcaklıktan daha düşük sıcaklıklarda manyetik alan çekirdek bölgelerden içeri işlemeye başlar ve çekirdekte normal bölge, çekirdek etrafına sarılı süperiletken akım taşıyan bölgeye sahip girdaplar oluşur. Bu girdaplar durağan olduğu sürece, manyetik alanlar, malzeme boyunca sıfır elektriksel özdirenç yolları tutarak nüfuz edebilir. Normal bölge çekirdeği tipik olarak 300nm boyutta olmaktadır. Meissner etkisi, normal çekirdekler boyunca manyetik alanlara izin verecek şekilde konumlanırken, manyetik alanlar süperiletken bölgelerden dışarlanır. Bir diğer deyişle çekirdek bölgede manyetik akı tuzaklanır, bulunur; çekirdeği çevreleyen süperiletken bölgede manyetik akı dışarlanır, bulunmaz [54]. Sıcaklık veya harici manyetik alan arttıkça, normal bölgeler birbirine daha yakın paketlenir. Girdaplar akım aktığında bir kuvvet hissederler ve hareket ederlerse süper iletkenlik durumu kaybolur. Mikroskobik kusurlar girdapları sabitleme ve süper iletkenlik

durumunu daha yüksek bir sıcaklığa ayarlama etkisi yapabilir. Böylece mikroskobik yapı ve üretim teknikleri tip II süperiletkenlerin özelliklerini büyük ölçüde etkiler [54]. Şekil 3.6'da Tip I ve Tip II süperiletkenlerde sıcaklık-manyetik alan grafiği gösterilmektedir. Grafikte süperiletken, normal ve karışık davranış gösterilen bölgeler tip I ve tip II süperiletkene göre farklılık göstermektedir.

Tip II süper iletkenlerde manyetik alan tamamen dışarlanamaz, ancak malzeme içerisindeki çekirdek bölgelerle sınırlandırılır. Bu filamentler, normal haldedir ve bir girdap hali olarak adlandırılan süper akımlarla çevrilidirler. Bu malzemeler daha yüksek dış manyetik alanlara maruz kalabilir ve süperiletken kalabilirler [54].



Şekil 3.6 : Tip I ve Tip II Süperiletkenlerde Sıcaklık-Manyetik Alan grafiği. Süperiletken, normal ve karışık davranış gösterdiği bölgeler görülmektedir [54].

Şekil 3.7'de süperiletken malzemede malzeme içerisindeki çekirdek bölgelerden geçen manyetik alan şematiği gösterilmektedir.



Manyetik alan

Şekil 3.7 : Süperiletken malzemede malzeme içerisindeki çekirdek bölgelerden geçen manyetik alan [54].

3.1.5.1 Abrikosov girdap kafes yapısı

Alexei Abrikosov, 1957 yılında süperiletkenler üzerine yaptığı çalışmalardan 2003 yılında Nobel Fizik Ödülünü aldı. Bazı süperiletkenlerin güçlü manyetik alanlarda süperiletkenliği koruyabildiğini dış manyetik alanın belli noktalardan numuneye nüfuz etmesine izin vererek kuantize manyetik akım çizgilerini oluşturduğunu bulmuştur. Bu kuantize manyetik alan çizgileri belli bir düzen halinde, kafes yapısı oluşturarak numuneye nüfuz etmektedir. Bu kafes yapısı Abrikosov girdap (vortex) kafes yapısı olarak adlandırılmaktadır. Bu zamana kadar Tip II süperiletkenlerdeki girdap davranışlarını anlama üzerine muazzam çabalar gösterilmiştir. Bu tez çalışmasında Bölüm 5'te yapılan karakterizasyon çalışmaları bu fiziksel durumun anlaşılması için yapılan bilimsel araştırma çalışmaları içerisine girmektedir [55,56]. Tip II süperiletkenler belli bir manyetik alan altında süperiletkenlik geçiş sıcaklığının altına düşürüldüğünde girdap fazına geçmektedir. Girdap fazında süperiletken içinde Abrikosov kafes yapısı noktalarında tuzaklanan manyetik akı girdaplar oluşturmaktadır. Bu manyetik girdaplar taramalı uç mikroskopları (TUM) teknikleri ile incelenebilmektedirler.

3.1.5.2 Tip II süperiletkenlerde sınıflandırma

Tip II süperiletkenler 'Geleneksel Süperiletkenler' (T_c<30K), 'Kuprat Yapıdakiler' (CuO katmanı barındıran), 'MgB2 Yapıdakiler' ve 'Demir Esaslı Süperiletkenler' olmak üzere gruplandırılabilir [57]. Bu grupların çeşitli özellikleri Çizelge 3.1'de gösterilmektedir.

Özellik	Geleneksel Süperiletkenler	Bakır Oksitler	MgB2	Demir Esaslı Süperiletkenler
T _c (Maksimum)	<30K	134K	39K	56K
Korelâsyon Etkileri	Yok, (neredeyse serbest elektronlar)	Kuvvetli lokal elektronik etkileşim	Yok, (neredeyse serbest elektronlar)	Uzun erimli Lokal olmayan manyetik etkileşim
Manyetizma ile ilişkisi	Manyetizma yok	Ana bileşenler manyetik yalıtkanlar	Manyetizma yok	Ana bileşenler manyetik bileşenler
Düzen parametresi	Tek bant, Same-sign s wave	Tek bant, Sign changing d	Çift bant, Same-sign s wave	Çift bant, Sign changing s wave
Pairing İlişkisi	Elektron-Fonon	Muhtemel Manyetik	Elektron Fonon	Manyetik
Boyutsal	Üç boyutlu	İki boyutlu	Üç boyutlu	Değişken

Çizelge 3 .	1: Dört önd	emli süperiletkei	n grubunun	özelliklerinin	karşıla	ştırılması	[57].
--------------------	-------------	-------------------	------------	----------------	---------	------------	-------

3.1.5.3 Kuprat perovskite yapısındakiler (bakır oksitler) (YBCCO, BSCCO)

Metalik malzemelerde gözlenen süperiletkenlerin T_c değerleri, oda sıcaklıklarından oldukça düşük değerlerdedir ve yapılan teorik çalışmalar metalik yapılarda en yüksek gözlenebilecek geçiş sıcaklığının 30K civarlarında olduğunu düşündürmekteydi. Ancak 2001 yılında bulunan metalik süperiletken olan MgB₂'ın geçiş sıcaklığı, 39 K olduğu anlaşıldı [58]. Sıvı azot sıcaklığı olan 77 K sıcaklığının bile altında olması, bu malzemelerin süperiletken fazda iken teknolojik kullanımını zorlaştırmaktadır. Fakat süperiletkenlik özelliğinin sadece metallere özgü olmadığı 1986 yılında ilk defa bakır oksit tabakalı seramiklerde de süperiletkenlik gözlenildiğinde anlaşıldı [59]. Bulunan bu bakır oksit tabakalı süperiletkenler (kuprat süperiletkenler olarak adlandırıldı) oda sıcaklığında yalıtkan olup seramik yapıdadır. Bu tip üstün iletken yapılar "Yüksek Sıcaklık süperiletkenlerinin teknolojik uygulamaları malzemenin işlenmesi ve saklanmasındaki zorluklar nedeniyle halen çok sınırlı olarak kaldı.

Kuprat yapıdaki Yüksek sıcaklık süper iletkenleri, baryum ve diğer atomları içeren tabakalarla aralıklı Bakır Oksit-CuO katmanlarına sahip seramik malzemelerdir [54,60].

Günümüz literatüründe BSCCO olarak sıkça anılan seramik süperiletkende kritik sıcaklık değeri 110 K'ye kadar çıkmıştır. Yüksek sıcaklık süper iletkenlerinin mekanik uygulamaları için önde gelen bir adaydır. Son yıllarda BSCCO süperiletken bantlarını "powder in tube" metodu ile büyük miktarlarda üretmek için çalışmalar yapılmaktadır. 77K'da 10.000 A/cm² üzerinde bir akım yoğunluğunu sürdürecek olan Bi-2223 malzemeden bir kilometre uzunluğunda bantlar yapılmıştır [54].

3.1.5.4 Demir esaslı süperiletkenler

2006 yılında LaOFeP bileşiklerinde 4.1K sıcaklıkta süperiletken fazın oluşumu [61], bakır oksit bileşiği içeren süperiletkenlerin ardından en yüksek T_c değerlerine sahip demir esaslı süperiletkenlerin keşfedilmesine neden olmuştur. Demir bazlı süperiletkenler, demir ve pniktojen (arsenik veya fosfor) veya kalkojen tabakalarına sahiptirler (Şekil 3.8). Genel olarak; "demir-pniktid" veya 'demir-kalkojen' olarak adlandırılmaktadırlar. Pniktid yapılar, 15. Grup elementlerini kapsayan (Azot dışında) pniktojenlerin anyonik halleri veya bileşiklerine verilen genel isimdir [62]. Kalkojenler ise 6A grubu elementlerden As, Se, Te, vb içerir. Şekil 3.8'de demir esaslı süperiletkenlerde kesikli ok ile gösterilen atomlar demiri gösterirken, siyah ok ile gösterilen atomlar pniktojenleri (Fosfor, arsenik, antimon ve bizmut bileşikleri) veya kalkojenleri (6A grubu, As, Se, Te, vb) göstermektedir. Ortadaki dörtgen bölge farklı bir gruptan herhangi bir tabakayı temsil etmektedir.



Şekil 3.8 : Demir esaslı süperiletkenlerin şematik kristal yapısı [57].

Şimdiye kadar demir esaslı süperiletkenler farklı elementleri içeren 4 temel gruba ayrılmışlardır. Şekil 3.9'da 1111, 122, 111 ve 11 şeklinde isimlendirilen bu grupların tipik örnekleri ve kristal yapıları verilmiştir [63]. Şekil 3.9(a) 1111 grubunu göstermektedir. FeAs ve LaO tabakalarını içermektedir. Şekil 3.9(b) 122 grubunu göstermektedir. FeAs ve Ba tabakalarını içermektedir. Şekil 3.9(c) 111 grubunu göstermektedir. Bu grup FeAs ve Li tabakalarını içermektedir. Şekil 3.9(d) 11 grubunu göstermektedir. Bu grup FeSe tabakalarını içermektedir.



Şekil 3.9 : Demir esaslı süperiletkenlerin dört ailesi, (a)1111, (b)122, (c)111, (d)11 tipleri [64].

Tez çalışması kapsamında incelenen süperiletkenler demir esaslı süperiletkenlerin kalkojen (11 grubu) grubundadır. 11 tipi malzemeler FeSe ile başlayan demir kalkojen tipi süperiletkenlerdir. FeSe'nin süperiletkenlik geçiş sıcaklığı T_c normal basınçta 8K iken, 8,9Gpa basınç altında 36,7K T_c değeri vardır. Bu aile FeSeTe bileşimini de kapsamaktadır. Bu malzemeler demir esaslı ailenin en basit kristal yapısına sahiptir. FeSeTe'de T_c değeri 14K'dır [63]

FeSe tetragonal anti-PbO tipi kristal yapıya sahiptir. P4/nmm uzay grubunda c eksenine dik olarak kenarları paylaşan tetrahedra formunda iki boyutlu FeSe4/4 tabakaları vardır. Daha genel olarak bu yapı kübik sıkı paket selenyum atomları ve her ikinci tabakanın tetrahedral boşluklarını dolduran demir atomlarından oluşmaktadır [65].

3.1.5.5 FeSe-FeSeTe süperiletkenlerinin özellikleri

FeSe süperiletken malzemesi Fe esaslı süperiletken ailesindendir. Bu ailenin süperiletkenlik geçişi sıcaklığı T_c 55K'ya kadar çıkabilir. Kupratlara benzer yüksek kritik alanları ve tabakalı yapıları vardır. Bu yapılarda dış basınç uygulaması ile veya katkılama ile süperiletkenlik ortaya çıkabilmektedir ve süperiletkenlik FeAs, FeP veya FeSe kristal düzlemleri ile ilişkilendirilmektedir. Bu düzlemler kristal yapıda yük birikimi görevi gören diğer elementel tabakalar ile ayrılmıştır. Fe esaslı süperiletkenler sınıfında katkılama uygulaması olmadan ve ortam basıncında oluşan süperiletkenlik Demir Selenid (FeSe) tabakası ile alakalıdır. Bu bileşik basit bir kristal yapıda ve sitokiyometridedir, 8K civarında T_c geçişi göstermektedir. Dahası yüksek kalitede ve büyük boyutta tek kristaller halinde biriktirilebilir böylece bulk fiziksel özellikler incelenebilir. İlginç olarak tetragonal FeSe sistemine 8.9GPa dış basınç uygulandığında T_c değeri 36K'e çıkmaktadır. Dahası yüksek geçiş sıcaklığı gösteren durumlarda yoğunluk fonksiyoneli hesapları ile elektronik yapısı incelendiğinde elektron-fonon etkileşimi ile süperiletkenlik açıklanamamaktadır. Bu nedenle FeSe geleneksel olmayan süperiletkenler kategorisine girer ve demir esaslı süperiletkenlerin temel özelliklerinin ve süperiletkenlik teorilerinin incelenebilmesi için ideal bir adaydır [66]. Literatürde FeSe süperiletkeninde girdap yapısını inceleyen çalışmalar sınırlı sayıda bulunmaktadır ve bu çalışmalarda Ultra Yüksek Vakum Sistemlerinde gerçekleştirilen Tarama Tünelleme Mikroskobisi tekniği ve Bitter Decoration tekniği ile FeTeSe manyetik girdap yapıları incelenebilmiştir. Şekil 3.10'da FeTe_{0.66}Se_{0.44} tek kristalinde vortex yapısı, 5Oe alan altında Bitter decoration tekniği ile görüntülenmiştir. Bu çalışmaya göre girdap yapıları rastgele oluşmaktadır ve herhangi bir kafes yapısı düzenine sahip değildir [67].



Şekil 3.10 : FeTe_{0.66}Se_{0.44} tek kristalinde vortex yapısı, 5Oe alan altında Bitter decoration tekniği ile görüntülenmiştir [67].

Şekil 3.11'deki bir diğer çalışmada SrTiO₃ altlık malzemesi üzerine biriktirilen FeSe süperiletkeninde manyetik girdap yapıları incelenmiştir. Ultra Yüksek Vakum ortamında Taramalı Tünelleme Mikroskobu ve Spektroskopisi ile incelenen yapıda FeSe/SrTiO₃(001) numunesinde manyetik girdap yapıları rastgele düzende oluşmuştur ve herhangi bir kafes yapısına sahip değildir [68].



Şekil 3.11 : FeSe/SrTiO₃(001) numunesinde manyetik vortex yapıları (a) Taramalı Tünelleme Spektroskopu görüntüsü, B=11T, (b) tekil vortex (c) [100] ve [110] yönlerinde alınan çizgi profili (d) [100] yönünde alınan spektrum [68].

Bu ve benzeri çalışmalar dikkate alındığında FeSe ve FeSeTe numunelerinde yapılan görüntüleme tekniklerinde rastgele yapıda oluşmuş girdapların bulunması beklenmektedir. Tez çalışmasında yürütülen deneylerde FeSe ve FeSeTe süperiletkenlerinde Düşük Sıcaklık Taramalı Uç Mikroskobisi tekniği ve Düşük Sıcaklık Manyetik Kuvvet Mikroskobisi tekniği ile girdap görüntüleme çalışmaları yapılmıştır. Deneysel çalışmanın detayları Bölüm 4.4'te detaylandırılmaktadır.

3.2 Topolojik Yalıtkanlar

Topolojik yalıtkanlar (TY) yığın yalıtkanı olup yüzeyinde tek tabaka sınır atomlarında iletken tabaka bulunduran özel bir malzeme grubudur. Bu bölümde topolojik yalıtkanlar detaylı olarak tanıtılmaktadır.

Kuantum dünyada atomlar ve elektronlar; kristalin katılar, mıknatıslar veya süperiletkenler gibi farklı malzeme hallerinde bulunabilir. Bu farklı haller translasyonel, rotasyonel ve gauge simetrilerinin kırılmasına göre sınıflandırılabilir. 1980'den önce katıhal sistemlerindeki tüm malzeme halleri kırılan simetrilere göre sınıflandırılabiliyordu. 1980'de Kuantum-Hall Etkisinin keşfedilmesi [69] ile simetri kırılması dışındaki durumlar öne sürülmüştür. Bu durum geometri ile ilgili değil topoloji ile ilgilidir ve topolojik sabitler ile daha önce bilinen madde hallerinden ayrılır.

Son zamanlarda Kuantum-Spin Hall stateler ya da Topolojik Yalıtkanlar adı altında yeni topolojik sınıflar dikkat çekmektedir. Kuantum Hall Etkisi (KHE) ve Kuantum Spin Hall Etkisi (KSHE) durumlarının MercuryTelllurid [70,71] ve BizmutAntimon [72,73] alaşımlarında ve Bizmut Selenid, BizmutTellurid tek kristallerinde [74-76] teorik olarak bulunduğu öngörülmüş ve deneysel olarak gösterilmiştir. Kuantum Spin Hall sistemlerinde yalıtkan bulk bölgede valans ve iletim bandı arasında enerji aralığı vardır (iletkenlik yok) fakat topolojik sabitler ile korunan sınırlarda, yüzeylerde enerji gap yoktur (iletkenlik var) [77-80]. Bu tip topolojik yalıtkanlarda Maxwell'in elektromanyetizma kuralları kuantize katsayılara sahip ek topolojik sabitler sebebi ile değişmektedir [80]. Bu değişim fiziksel özelliklerde çok ciddi etkilere neden olur. KSH stateler ile birçok benzerlikler içermesine rağmen önemli bir şekilde farklılaşır. KH stateler time reversal simetriyi kıran dış bir manyetik alana ihtiyaç duymaktadır, KSH stateler bunun tam tersine Time Reversal Simetri'den bağımsızdır ve uygulanan alandan bağımsızdır [81].

3.2.1 Tarihçe

Modern katıhal fiziğinde simetri kırılması tanımı genellikle birçok makroskobik sistemde faz dönüşümüne neden olan bir parametredir. Örneğin mıknatıslardaki manyetik momentlerin hizalanması sonucu rotasyonel simetri kırılmaktadır [82,83]. Topolojik sabitlerle karakterize edilen dikkate değer bir kuantum madde olan Topolojik Yalıtkanlar bu evrensel kuralın dışında kalmaktadır. Topolojik faz hiçbir lokal parametre ile tarif edilememektedir. Bu davranışı gösteren ve son zamanlarda keşfedilen bu tip malzemelere Topolojik Yalıtkanlar (TY) adı verilir [84-87]. Bu malzemeler iletken kenar ya da yüzeylere sahip olan kütle yalıtkanlarıdır. Bu yeni malzeme fenomeni sahip olunan özel topolojik sabitler nedeniyle Topolojik Yalıtkanlar (TY) olarak adlandırılmaktadır, bu malzemeler geri saçılım yapısına sahiptirler. Bu dikkate değer özellikler Topolojik Yalıtkan'ların spintronik ve kuantum bilgisayarlar gibi ileri teknoloji kullanım alanlarının önünü açmaktadır [88-93]. Topolojik yalıtkanların teorisi ve karakterizasyonu ile ilgili detaylı bilgi almak için [94-101] referansları incelenebilir.

Modern katıhal fiziğinde teorik çalışmalar yeni fenomenlerin öngörülmesinde önemli bir rol oynamaktadır. TY araştırmaları teorinin ve hesaplamalı tekniklerin yeni malzemeler ve olayların öngörülmesinde ne kadar önemli olduğunu göstermektedir. 2 boyutlu (2D) ve 3 boyutlu (3D) TY'lar ilk olarak teoride bulunmuş ve daha sonra deneysel olarak doğrulanmıştır [102-107]. Son zamanlarda kurallara uymayan Kuantum Hall Etkisi'nin TY'ların manyetik iyonlar ile katkılanması sonucu oluşacağı tahmin edilmiştir [108]. Bu öngörü daha sonra deneyler ile de kanıtlanmıştır [109,110]. Teorilerin kanıtlanması konusunda TY'lar bu sebeple hem deneysel çalışmalarda hem de malzeme araştırmalarında çok yararlı bir konu başlığı olmaktadır.

Yarıiletken heteroyatpılardaki iki-boyutlu elektron gazında (2DEG); düşük sıcaklıkta ve yüksek manyetik alan altında Kuantum Hall Etkisi (KHE) 1980 yılında keşfedilmiştir [69]. Daha sonra KHE'nin topolojik fazları tanımlamada kullanılabileceği fark edildi [111] bu fazlar chiral edge state durumundadırlar [112]. Bu statelerde elektronlar enerji kaybı olmadan hareket edebilmektedirler [112]. Cihaz uygulamalarında kullanımı istenmesine rağmen KHE'te elektronların kuantize olması için genellikle yüksek manyetik alana ihtiyaç duyulmaktadır. Bu sınırlayıcı faktör teorisyenleri manyetik alana gerek duymayan, kuraldışı Hall Etkisi gösteren
durumların keşfine yönlendirmiştir. Murakami ve arkadaşları spin-orbital eşleşmesi üzerine çalışarak Spin Hall Yalıtkanları konseptini geliştirmişlerdir [113]. HgTe ve PbTe yarıiletkenlerinde ağır-delik ve hafif-delik bantları zıt işaretlere sahiptirler ve ölçülebilir Spin-Hall Etkisinin sadece ağır-deliklerin dolu olduğu sıfır katkılama durumunda ortaya çıkabileceği öngörülmüştür. 2005'te Kane ve Mele Kuantum Spin Hall Yalıtkanları (KSHY) için teorik ve hesaplamalı çalışmaları ilk olarak yapmıştır [77]. Kane-Mele modelinde spin-up ve spin-down elektronların etkisi eşit manyetik alanlara sahip olarak düşünülmüştür. Manyetik alan altında KHE'ni açıklayan Haldane modeli [114] ve Kane-Mele modellerinin ikisi de konsepte uygulandığında Kuantum Spin Hall Yalıtkanları (KSHY)'nın iletken edge state'lere sahip olacağı bulunmuştur. Time Reversal Simetri (TRS)'nin Edge State korunumundan dolayı Edge State'lerdeki elektronlar kirlilik saçılmalarından etkilenmemektedir (Edge statelerde iletkenlik var). 2006'da Bernevig ve Zhang yariiletken kuantum kuyularda Kuantum Spin Hall Etkisinin (KSHE) incelenebileceğini öngörmüştür [70]. Kuantum kuyulardaki kuvvetli Spin-Orbital Eşleşmesi (SOE) iki elektronik bandı ters çevirir ve bant aralığı kapanır ve Dirac-konisi şeklinde enerji spektrumu oluşur. Bernevig ve Zhang'ın teorik öngörüleri bir yıl sonra Molenkamp'ın grubu tarafından CdTe-HgTe-CdTe quantum kuyularda deneysel olarak doğrulandı [71]. KSHE 2D sistemler ile sınırlı değildir. 2007'de Moore ve Balents Kane-Mele modelini genelleştirip 2D ve 3D'de çoklu bantyapılarına uygulanabilir hale getirdiler [79]. Aynı yıl Fu ve Kane Bi_{1-x}Sb_x alaşımının 3D Topolojik Yalıtkan olduğunu öne sürdüler [92-93]. 2008'de Princeton üniversitesinden Hasan'ın grubu Açı Çözünürlüklü Fotoemisyon Spektroskopisi (ARPES) kullanarak Bi_{1-x}Sb_x alaşımının Dirac-konisi şeklinde elektronik yapısı olduğunu başarıyla kanıtladı [42]. Bi_{1-x}Sb_x'in topolojik yüzey sabitlerine sahip olduğunun bir diğer kanıtı angle dependent quantum oscillation ölçümlerinden elde edildi [46]. Bi_{1-x}Sb_x'in elektronik yapısı çok karmaşıktır ancak bu durum yeni 3D Topolojik Yalıtkan araştırmalarına hız getirmiştir. 3D TY araştırmalarında önemli bir gelişme 2009 yılında geldi. Beijing Fizik Enstitüsünden bir grup dar bant aralıklı yarıiletkenlerden Bi2Se3 ve Bi2Te3'in Topolojik Yalıtkan olduklarını ve tekil Dirackonisine sahip olduklarını öne sürdü [41]. Çok kısa bir süre sonra ARPES ölçümleri ve Kuantum Osilasyon ölçümleri bu malzemelerdeki 2D yüzey kanallarını doğruladılar [42-45,47,48]. Tüm bu bağlamda Bi₂Se₃; topolojik yalıtkan araştırmalarında son yıllarda üzerinde araştırmalar yapılan bir örnek konumuna gelmiştir.

3.2.2 Kullanım alanları

Kuantum Hall Etkisinin teknolojik ürün haline dönüşmesi yüksek manyetik alan gerekliliği sebebi ile kısıtlanmıştır. Bunun yerine dış alana ihtiyaç duymayan Kuantum Spin-Hall Etkisinin teknolojik uygulamaları Topolojik Yalıtkan malzemelerin araştırılması ile gerçekleştirilebilir. Topolojik Yalıtkanların özelliklerinin anlaşılması bu tip malzemelerin kullanım alanlarının önünü açacaktır. Son yıllarda sıkça araştırılan bu malzemelerin uygulama alanlarında kuantum bilgisayarlar, sıfır gürültü şampiyonu düşük güçte çalışabilen uzun ömürlü topolojik transistörler, topolojik algılayıcılar (sensörler), topolojik malzemeler kullanılarak üretilen nanoteller, fotonik band aralığı topolojik olabilecek olan malzemeler, topolojik kuantum kapasitörler sıralanabilir. Şekil 3.12 ve 3.13'te deneysel olarak üretilen topolojik transistör ve topolojik kuantum kapasitans görülebilir [112-114].



Şekil 3.12 : Topolojik transistör (2011) [112].



Şekil 3.13 : Topolojik kuantum kapasitör (2012) [113].

Teorisyenler ve uygulamacılara göre önümüzdeki yıllarda bu dalganın büyüyerek, topolojik bilgisayar çiplerinin ve dolayısıyla tüm topolojik elektronik ve dijital sistemlerin, topolojik fiber kabloların ve yüksek duyarlılıklı optik topolojik polarizatörlerin üretilmesi öngörülmektedir. Ayrıca topolojik transistörlerin geliştirilmesinin bilgisayar teknolojisinin gittiği yönü değiştireceği düşünülmektedir [114].

3.2.3 Topolojik yalıtkanların özellikleri

Güçlü Spin-Orbital eşleşmesi Topolojik yalıtkanların bant aralığında Dirac-Konisi şeklinde enerji spektrumu oluşturur. Şekil 3.14(a)'da TY'ların bant aralığında Dirackonisi şeklinde meydana gelen enerji spektrumu şematiği verilmiştir. Lineer dağılım Dirac elektronlarına iki önemli karakteristik verir: sıfır kütle ve yüksek hareketlilik. Ters uzayda TY'ların Dirac konisi sadece Kramer noktalarında bulunur, örneğin Brillion zone'un k noktası k==-k olduğu noktalarda. Bu durum Kramer teoremi ile Time Reversal Simetriye sahip sistemlerde açıklanmıştır, T'nin Time Reversal Simetri operatörü olduğu durumda eğer $T^2=-1$ ise tüm enerji seviyeleri iki kat bozulmuştur. Şekil 3.14(b) TY'ın Dirac-konisi yapısını 3D ters uzayda şematik olarak göstermektedir. Şekilde oklar Dirac elektronlarının spinlerini göstermektedir. Spinpolarize ARPES ölçümleri spinlerin elektron momentumuna dik olarak kilitlendiğini göstermektedir ve helisel spin yapısı olarak adlandırılmaktadır. Topolojik yalıtkanların helisel spin yapısı Dirac elektronlarında Berry fazının oluşmasına neden olur. Topolojik yalıtkanların diğer bir parmak izi geri saçılma durumunun olmamasıdır. Şekil 3.14(c)'de görüldüğü gibi spin-up ve spin-down elektronlar Time Reversal sabitler sebebiyle zıt taraflara yönelirler. Şekildeki üçgen bir statik empüriteyi göstermektedir. Eğer geri saçılım olsaydı spin-down veya spin-up elektronlar saçıldığında spin oryantasyonu ters dönecekti. Time Reversal Simetriden dolayı tek bir kuantum kanalda tek bir çeşit spinde bulunmaya izin vardır. Ve böylece geri saçılım prosesi engellenmiştir. TY'ların geri saçılım yapmaması durumu Tarama Tünelleme Spektroskopisi deneyleri ile kanıtlanmıştır [115-117]. Transport ölçümleri Dirac elektronlarının mobilitesinin yüzey kalitesinden etkilendiğini söylemesine rağmen geri saçılımın neden gerçekleşmediğinin sebebi tam olarak bulunamamıştır. Deneyseldeki ve teorideki bu çelişki henüz açıklanamamıştır ve üzerine çalışmalar yapılmaktadır.



Şekil 3.14 : (a) TY'ların bant aralığında Dirac-konisi şeklinde enerji spektrumu, (b) TY'ların 3D ters uzayda Dirac-konisinin şematik görünümü, (c) TY'ların geri saçılım yapmaması durumu [118].

Çizelge 3.2'de TY'ların temel tanımlarındaki KHE (kuantum hall etkisi) ve SKHE (spin kuantum hall etkisi) karşılaştırması verilmiştir [118].

	KHE	KSHE	
Topolojik Sabitler	Evet	Evet	
Time Reversal Simetri	Kırılır	Korunur	
Spin Orbital Eşleşmesi	İlişkisiz	Güçlü şekilde ilişkili	
Edge State	Chiral veya skipping orbital	Helisel spin yapısı	
Empürite Saçılması	Yok	Geri saçılım yok	
Transport	Kuantize boyuna iletkenlik	Boyuna iletkenlik e ² /h biriminde	
Boyutlar	Sadece 2D veya 4D	2D ve 3D	

Cizelge 3.2 : KHE ve KSHE karşılaştırması [118].

3.2.4 Spin-hall etkisi

Bölüm 2.1.3'te Hall etkisi anlatılmaktadır. Topolojik yalıtkanlarda görülen Spin-Hall etkisi ise şu şekilde açıklanabilir. Topolojik yalıtkan numune üzerinden akım geçirildiğinde yukarıda açıklanan prensipler doğrultusunda elektron akışı sadece yüzeyden geçmektedir ve Topolojik yalıtkan yüzeyindeki spinler aynı yönde yönlenmektedirler. Aynı yönde yönlenen bu elektron spinlerinin Hall etkisi sebebiyle belli bir manyetik alan oluşacaktır. Normal şartlarda her bir elektronun spin dönüşünden kaynaklanan bir manyetik alanı bulunmasına rağmen spinlerin oluşturduğu manyetik alanlar zıt spinli elektronlar sebebiyle birbirini sönümlendirmektedir. Normal şartlarda bu manyetik alanların birbirini sıfırlamasından dolayı diğer malzeme gruplarında bu değer ölçülebilir değildir. Topolojik yalıtkanlarda ise sadece yüzeylerde tek tabaka şeklinde elektronlar polarize olmaktadır. Aynı yönde spine sahip elektronlar tek bir hat üzerinde toplanmaktadırlar ve bu da spinlerin oluşturduğu manyetik alanın tek yönlü ve ölçülebilir olmasına neden olmaktadır. Şekil 3.15'te topolojik yalıtkanlarda spin up ve spin down şeklinde polarize olmuş elektronların şematiği görülmektedir. Topolojik yalıtkanların karakteristik özelliklerinden dolayı step edge olarak adlandırılan kenar bölgelerde sadece aynı yönlü spine sahip elektronların bulunması mümkündür. Bu spin polarizasyonunda aşağı yönlü spine sahip elektronlar spin-up, yukarı yönlü spine sahip elektronlar da spin-down elektronlar şeklinde adlandırılmaktadır.



Şekil 3.15 : Topolojik yalıtkanlarda spin up ve spin down şeklinde polarize olmuş elektronların şematiği [101,119].

3.2.5 Bi₂Se₃'te spin hall etkisinin incelendiği literatür örnekleri

Spin Hall etkisinin gözlemlenebildiği birçok yöntem literatürde mevcuttur. Bunlardan en yaygın olanı elektriksel veya ferromanyetik kontaklar ile spinlerin oluşturduğu manyetik etkinin algılanmasıdır. Ferromanyetik (FM) kontaklar kullanılarak topolojik yalıtkandaki spin polarizasyonunun ölçülmesi FM kontaktaki potansiyel değerinin ölçülmesi prensibine dayanır. Bi2Se3 topolojik yalıtkanında spin momentumunun elektriksel değerinin ölçülmesi FM kontak yöntemi kullanılarak literatürde araştırılmaktadır [120]. Vaklinova ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada grafen tabanlı Bi₂Te₂Se topolojik yalıtkanı FM kontak ile ölçüm tekniğinde spin kaynağı olarak kullanılmıştır [121]. Spin-orbital torklu Bi₂Se₃/Co₄₀Fe₄₀B₂₀ cihazları FM kontak tekniği ile farklı sıcaklıklarda spin-yörünge momentleri incelenmiştir. Sıcaklık düstükçe spin-yörünge torku oranı 300K'de ~ 0.047 'den 50K'nın altında ~ 0.42 'ye yükselmektedir. Ayrıca çalışmada düşük sıcaklıklarda önemli ölçüde düzlem dışı tork gözlemlenmiştir [122]. Başka bir çalışmada, bir şarj akımının, Bi₂Se₃ filmlerinde spin momentum kilitleme yoluyla net bir spin polarizasyonu oluşturduğu ve bu polarizasyon doğrudan bir ferromanyetik kontak üzerinde bir voltaj olarak ortaya cıktığı gösterilmiştir [123]. Bir başka çalışmada, Dirac yüzey durumlarının 2DEG durumlarıyla birlikte var olduğu Bi_2Se_3 (111) filmlerdeki ve InAs (001) örneklerinde spin kutuplaşmasının spin potansiyometrik ölçümleri karşılaştırılmıştır. Her iki durumda spin-momentum kilitlenmesinden kaynaklanan spin polarizasyonu, spin voltajının karşıt işaretleri ile gözlemlenmiştir [124]. Bununla birlikte, bu elektriksel ölçümler şimdiye kadar kriyojenik sıcaklıklarla sınırlıdır.

Düşük sıcaklık çalışmalarının aksine, oda sıcaklığında Spin Hall etkisi algılama uygulamaları literatürde bulunmaktadır. Örneğin D. C. Ralph ve arkadaşları, oda sıcaklığında TY Bi₂Se₃'ün ince bir filminde düzlem içinde akan şarj akımının, bitişik ferromanyetik alaşımın (Py=Ni₈₁Fe₁₉) ince filmine güçlü bir spin-aktarım torku

uygulayabileceğini gösteren deneyleri sunmuştur ve bu sonuçlar topolojik yalıtkanların teorik çalışmaları ile tutarlıdır. Bi₂Se₃'teki birim yük akım yoğunluğu başına torkun gücünün, şimdiye kadar ölçülen diğer spin-torklu kaynak malzemelerinkinden daha büyük olduğunu, yüzey durumlarının toplu iletkenlikle birlikte var olduğu ideal olmayan TY filmler için bile daha fazla olduğunu tespit ettiler [125].

Bir başka oda sıcaklığında yapılan çalışmada, spin duyarlı ferromanyetik kontakları kullanılarak Bi₂Se₃ yüzeyinde spin polarizasyonunun elektriksel olarak ölçümü yapılmıştır. Bi₂Se₃ yüzeyinde akımla uyarılan spin polarizasyonu, ferromanyetik detektörün mıknatıslanma yönü değiştirilirken manyetik direnci ölçerek saptanmıştır. Çalışmada 70 m Ω 'a kadar bir spin direnci, oda sıcaklığında ölçülmüştür. Bu spin akımı; bias akımı ile doğrusal olarak artar, akım yönünün değişmesi ile işareti tersine çevrilir ve TY kalınlığının artması ile azalır [126].

Bir başka çalışmada, manyetik bir permalloy katmanından bir Bi₂Se₃ ince filmine saf spin akımı transfer edilmiştir ve Bi₂Se₃'te ters SHE'nin saptanmıştır. Bi₂Se₃'ün spin Hall açısı 0.0093 ± 0.0013 ve Bi₂Se₃'teki spin difüzyon uzunluğu oda sıcaklığında 6.2 ± 0.15 nm olarak bulunmuştur. Sonuçlar, güçlü spin-yörünge bağlanmasına sahip topolojik yalıtkanların fonksiyonel spintronik cihazlarda kullanılabileceğini göstermektedir [127].

Literatürde incelenen tüm bu sonuçlar, topolojik yalıtkanların oda sıcaklığında elektriksel manipülasyonunun verimli bir şekilde yapılabileceğini ve bellek ve bilişim uygulamaları için potansiyele sahip olduğunu göstermektedir.

Başka bir ilginç çalışmada SQUID cihazı, HgTe kuantum kuyularında spin Hall etkisini tespit etmek için kullanılmıştır. Çalışma, HgTe kuantum kuyulardan yapılmış büyük Hall çubuklarından geçirilen akımın ürettiği manyetik alanları görüntüleyerek topolojik yalıtkan edge channelların varlığını doğrudan kanıtlamaktadır. Çalışmada SQUID taramalı uç mikroskobu kullanılarak TY edge channellar ve bulk ile etkileşimleri görüntülenebilmiştir [128].

Spin polarizasyonunu gözlemlemenin bir başka yolu da Kerr rotasyon mikroskopisi [129] 'dir. Awschalom ve ark., (110) AlGaAs kuantum kuyularında Kerr rotasyon mikroskopisi ile 2DEG'de spin hall etkisini ve akımla oluşturulan spin polarizasyonunu görüntüleyebilmişlerdir [130].

Literatürde bu konuda yapılan çalışmalar incelendiğinde Spin Hall Etkisinin Manyetik Kuvvet Mikroskopisi (MKM) tekniği kullanılarak araştırılmasına ilişkin herhangi bir çalışma görülememiştir. Spin Hall etkisinin incelenmesinde en yaygın olarak Ferromanyetik kontak kullanılarak ölçüm tekniği ve bunun yanında SQUID ve Kerr Rotasyon mikroskopisi teknikleri kullanılmaktadır. Bununla birlikte, MKM ile Spin Hall Etkisinin gözlemlenmesi sıcaklık bağımlılığından dolayı zorlayıcıdır. Taramalı Uç Mikroskopisi tekniklerinin spin polarizasyonu araştırmalarında kullanımının potansiyeli SQUID ve Kerr Rotasyon Mikroskopisi ile düşük sıcaklıklı sistemlerinde literatürde gösterilmiştir. Bununla birlikte, FM kontak ile ölçüm sistemleri ile yapılan oda sıcaklığı örnekleri mevcuttur. Tüm bu örnekler dikkate alınarak oda sıcaklığında Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında Spin-Hall etkisinin Manyetik Kuvvet Mikroskobu ile incelenebileceği düşünülmektedir.





4. DENEY DÜZENEĞİ KURULUMU

Bu bölümde tez çalışması kapsamında kullanılan deney düzenekleri tanıtılmaktadır. Deney düzeneklerinde yapılan iyileştirme çalışmaları, temel sistem kalibrasyon testleri bu bölümde yer almaktadır.

Düşük sıcaklık manyetik kuvvet mikroskobu (DS-MKM), düşük sıcaklık taramalı hall aygıtı mikroskobu (DS-THAM), kapalı devre soğutma sistemi (kriyostat), dirençsıcaklık ölçen test düzeneği, deney düzeneği optimizasyonları, mikroskop iyileştirmeleri, kriyostat iyileştirmeleri, titreşim masası ve gürültü testleri, manyetik kuvvet mikroskobu (MKM) temel testleri, BSCCO ile yapılan düşük sıcaklık temel testleri bu bölümde açıklanmaktadır.

4.1 Düşük Sıcaklık Manyetik Kuvvet Mikroskobu (DS-MKM)

Deneylerde kullanılan Düşük Sıcaklık-Manyetik Kuvvet Mikroskobu (DS-MKM) fotoğrafı ve bileşenleri Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Deneylerde Nanomanyetik bilimsel cihazlar firması tarafından üretilen ticari düşük sıcaklık manyetik kuvvet mikroskobu kullanılmıştır [131]. Bu MKM'de MKM yayı (kantilever) ile fiber ölçüm sisteminin ayar mekanizması otomatiktir. Kantileverin oturduğu yerde bir hizalama çipi bulunmaktadır. Kantilever değiştirildiğinde arkasındaki yarıklarla hizalama çipindeki çıkıntılar birbiri ile eşleşerek doğru konumlama sağlanabilmektedir. MKM kantileverinin sapması fiber optik interferometre kullanılarak ölçülmektedir.

Şekil 4.2'de DS-MKM kafası detayları gösterilmektedir. Slider piezo kullanılarak örnek ve kantilever birbirine yaklaştırılmaktadır. Kaba yaklaşma mekanizması stickslip hareket prensibi ile çalışmaktadır. Slider piezonun bir ucu gövdeye, diğer ucu da safir tüpe sabitlenmiştir. Bu yöntemde numune tutucu safir tüp üzerinde belli bir sürtünme katsayısı ile sabitlenmektedir. Bu sürtünme kuvvetini yenebilen ani darbeler ile numune ileri veya geri yönde hareket ettirilmektedir.

Deneylerde ilk aşamada safir tüp yerine kuvars tüp kullanılmıştır. Ancak mikroskobun tekrarlı olarak ısıtılıp soğutulması durumunda kuvars tüpte çatlamalar gözlenmiştir.



Şekil 4.1 : Düşük sıcaklık taramalı uç mikroskobu bileşenleri.

Çatlama probleminin çözümü için kuvars tüp safir tüp ile değiştirilmiştir. Mikroskop soğutma sistemine yerleştirilirken ani darbelerin slider piezonun çatlamasına sebep olduğu gözlemlenmiştir. Bundan dolayı slider piezo hareketini elastik deformasyon sınırlarında tutabilecek bir koruma aparatı geliştirilmiştir. Sistemde tarayıcı piezo olarak tüp piezo kullanılmaktadır. Tarayıcı tüp piezo kullanılarak x-y-z yönünde tarama yapılabilmektedir.



Şekil 4.2 : Düşük Sıcaklık Manyetik Kuvvet Mikroskobu kafası.

Şekil 4.3'te DS-MKM örnek tutucu ve zırh detayları verilmektedir. Örnek PCB üzerine yapıştırılıp deney esnasında örnek tutucuya takılmaktadır. Mikroskobun soğutma sistemine yerleştirilmesi durumunda soğutma sistemi duvarlarına çarparak kırılmaması için mikroskop ucunu çevreleyen zırh bulunmaktadır.

Mikroskop ucunda bulunan kantileverin arka yüzü ile fiber kablonun ucu mikroskop üretimi esnasında hizalanmaktadır. Fiber kablodan gönderilen lazer ışınının bir kısmı fiber ucundan bir kısmı da kantileverden geri yansıyarak girişim oluşturmaktadır. Fiber interferometre ile kantileverin sapması ölçülmektedir. Fiber optik interferometre gönderilen ışın ile yansıyan ışın arasında oluşan faz farkının ölçülmesi prensibi ile çalışmaktadır.



Şekil 4.3 : DS-MKM örnek tutucu ve zırh detayları.

Şekil 4.4'te fiber kablo ucu ile MKM kantileverinin optik mikroskop görüntüsü verilmektedir. Şekildeki kantileverin uzunluğu 225µm'dir. Tipik olarak kantileverfiber arası mesafe 30-40µm civarında ayarlanmaktadır. Bunları birbirine daha fazla yaklaştırmak kantilever değiştirirken fiberin ucunun zarar görmesi olasılığını artırmaktadır. Kantileverin eni yaklaşık olarak 30µm'dir. Fiberin aktif çapının 10µm olduğu düşünüldüğünde termal uzama/kısalmaların sorun olacağı aşikârdır. Ancak özel mekanik tasarım sayesinde termal uzama/kısalmaların fiber-kantilever ayarını bozmaması sağlanmakta olup mikroskop tüm sıcaklık aralığında sorunsuz olarak çalışmaktadır [132].



Şekil 4.4 : DS-MKM'nda Fiber ucu ve kantilever fotoğrafi [132].

Şekil 4.5'te ise fiber optik interferometrenin çalışma prensibi gösterilmiştir. MKM'de 1310nm dalgaboyunda bir 'single mode' diyot lazer, fibere monte edilmiş fotodiyotlar ve 'single mode' fiber ışık bölücüler kullanılmaktadır. Ucu 'cleave' edilmiş fiberden ışığın %3 civarı geri yansımakta, kalan ışık dışarı çıkarak bir kısmı MKM kantileverinden geri yansıyarak tekrar fiberin içine girmektedir. Birbirleri arasında faz farkı olan bu iki optik hüzme sinyal fotodiyodunda girişimde bulunacaklardır ve kantileverin fibere göre hareketi ile girişim deseni oluşmaktadır.



Şekil 4.5 : Fiber optik interferometre [132].

DS-MKM kullanım adımları kısaca şu şekildedir:

Kantilever takma, örnek yerleştirme, hizalama-optik mikroskop altında örneğe kabaca yaklaşma, mikroskobun kriyostat sistemine yüklenmesi ve bağlantıların yapılması, yazılımdan fiber interferometre ayarlarının yapılması, titreştirici piezoya sinyal uygulanarak kantilever rezonans eğrisinin bulunması, örneğe yaklaşma, taramanın yapılması adımlarından oluşmaktadır. Şekil 4.6'da Fiber interferometre ayarlarının yapıldığı arayüz pencere verilmiştir. Girişim deseni elde edilerek maksimum eğim bulunmakta ve fiber-kantilever mesafesi maksimum eğimin elde edildiği noktaya sistem tarafından fiber piezo kullanılarak ayarlanmaktadır.



Şekil 4.6 : Fiber interferometre ayarlarının yapıldığı arayüz penceresi.

4.2 Düşük Sıcaklık Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu (DS-THAM)

Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobunda Nanomagnetics Instruments tarafından üretilen Hall sensörler kullanılmıştır [132]. Mikrofabrikasyon için optik litografi sistemi, nanofabrikasyon için e-demet litografi sistemleri kullanılmaktadır [41,132]

Hall sensör yüzeyde TTM geri beslemesi ile yüzeye çarpmadan taranarak topografi ve manyetik görüntü elde edilmektedir. THAM 25.4mm dış çapa sahip olup hemen hemen tüm kriyostatlara yerleştirilebilmektedir. Kaba yaklaştırma piezomotorla sağlanmaktadır. Mikroskop ile 4.2K'de 16um XY tarama alanı elde edilebilmekte olup, değişik bölgeleri görüntüleyebilmek için numune ayrıca 3mm çaplı bir bölgede piezomotorlar ile hareket ettirilebilmektedir.

4.3 Soğutma Sistemi

Tez çalışmasında Cryogenics firması tarafından üretilmiş kapalı devre çalışan soğutma sistemi kullanılmıştır. Sistemde taramalı uç mikroskoplarının içerisine yerleştirilebileceği boyutlarda bir tank, helyum tankı, pulse tüp, kompresör, gaz sirkülasyon pompa ve kontrol ünitesi bulunmaktadır. Şekil 4.7'de deneylerde kullanılan tipte kapalı devre kriyostat sistemi örneği görülebilir.



Şekil 4.7 : Deneylerde kullanılan kapalı devre kriyostat sistemi örneği, Sistem He tankı, kompresör, tank ve kontrol ünitesinden oluşmaktadır [133].

4.4 Direnç-Sıcaklık ölçen Tc tayini deney düzeneği

Tez kapsamında yürütülen süperiletken malzeme araştırmalarında Süperiletkenlik Geçiş sıcaklığı olan T_c değerinin tayini için bir deney düzeneği oluşturulmuştur. T_c değerinin altında direnç sıfır olacağından Direnç-Sıcaklık ölçen bir sistem hazırlanıp incelenen süperiletkenlerin T_c değerleri ölçülmüştür. Şekil 4.8'de bu amaçla Keithley 2700-2701 veri toplama sistemleri kullanılarak direnci ve sıcaklığı ölçen bir deney düzeneği hazırlanmıştır. Bu deney düzeneğinde 4 noktadan kontak alınarak direnç ölçümü yapılmıştır. Cernox kullanılarak sıcaklık ölçümü yapılmıştır. LabVIEW'de yazılan program ile veriler toplanarak grafiksel olarak sıcaklığa bağlı direnç eğrileri elde edilmiştir.



Şekil 4.8 : T_c geçişi gösteren örnekler için Direnç-Sıcaklık ölçen sistem.

İlk olarak Şekil 4.9'da görülen BSCCO süperiletkeninde T_c geçişi kontrol edilmiştir. Tez kapsamında kullanılan süperiletken örneklerin T_c geçişleri tekrar kontrol edilmiştir. Yüksek sıcaklık süperiletkeni olan BSCCO'nun T_c geçişi 103K olarak ölçülmüştür. Şekil 4.10'da Labview programında alınan grafik görülebilir. Bu grafikte düşük sıcaklıktan yüksek sıcaklığa geçişte direncin aniden arttığı nokta T_c değeri olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.9 : 4 noktadan kontak alınan BSCCO örneği.



Şekil 4.10 : BSCCO süperiletkenlik geçiş grafiği (103K) (Resistance: Ohm, Temperature: Kelvin).

4.5 Deney Düzeneği Optimizasyonları

Tez çalışmasında kullanılan deney düzeneklerinde bir takım iyileştirme çalışmaları yapılmıştır. Bu iyileştirme çalışmaları elektriksel problemler, mikroskop ve soğutma sistemi iyileştirmeleri olarak ilerleyen alt başlıklarda açıklanmaktadır.

4.5.1 Elektriksel problemlerin iyileştirilmesi

İnterferometrede kullanılan lazer kaynağının RF frekansı ve genliği ayarlanarak interferometre gürültüsü optimize edilmiştir. Laboratuvar'da yer alan toprak hatlarındaki gürültü problemi giderilmiştir. Düzenekte yer alan toprak döngüsü problemleri çözülerek AC gürültü azaltılmıştır. Tüm cihazların toprağı tek bir ortak noktadan alması sağlanmıştır.

4.5.2 Mikroskop iyileştirmeleri

Mikroskop kullanımı sırasında ortaya çıkan sorunlar referans alınarak Nanomanyetik Bilimsel Cihazlar firması işbirliği ile DS-TUM mikroskobu üzerinde bazı iyileştirme çalışmaları yapılmıştır. Kantilever üstüne basan yay üzerinde oluşan deformasyondan dolayı deforme olmayacak ve kantilever değişimi sırasında tam açılabilecek bir yay sistemi tasarlanarak üretilmiştir. Sisteme mikroskop piezolarının kırılmasını önleyecek koruma aparatları eklenmiştir. Mikroskobu hızlı soğutup ısıtabilmek için termal genleşmesi piezo tarayıcının termal genleşmesine yakın olan malzemeler seçilerek tasarım yenilenmiştir.

4.5.3 Kriyostat iyileştirmeleri

Kullanılan kapalı devre soğutma (kriyostat) sistemindeki taban sıcaklığa inme problemlerini çözebilmek için He gaz sirkülasyon hattındaki kirlenmeler temizlendi. Ömrü dolan mekanik pompa değiştirildi. Zamanla gaz akış hattında tıkanmalar gözlendiğinden dolayı yüksek saflıkta He gazı kullanılmaya başlandı. Kriyostat uzun süre çalıştığında belli bir süre sonra sıcaklık tekrar istenen düşük sıcaklık seviyesine ulaşamadığı gözlemlendi. Bu problemin çözümü için uzun süre kaçak testleri yapıldı. Neticede düşük sıcaklıkta OVJ dış cekete VTI'dan He gazı kaçtığı tespit edildi. Çözüm olarak bu durum meydana geldiğinde OVJ sürekli vakum pompası ile pompalanarak bu sorun aşılmış ve deneylere devam edilmiştir.

4.5.4 Titreşim masası

Yukarıda çalışma prensipleri özetle bahsedilen kriyostat sistemlerinde He gazını sıvılaştırmak için kullanılan kompresör, pulse tüp, gaz sirkülasyon pompası ve soğutmaya yardımcı chiller soğutucuların pompaları sürekli olarak çalıştırılmak zorundadır. Kompresör, pulse tüp ve Chiller soğutucunun çalışmasından kaynaklanan mekanik gürültüler ciddi titreşim oluşturarak AKM hassasiyetini limitlemektedir. Özellikle taramalı uç mikroskopları ile yapılan görüntüleme tekniklerinde mekanik gürültüler tarama sensörü olan kantilever sayesinde en hassas mertebede ölçülüp, alınmak istenen görüntünün üzerinde gürültü kirliliği yapmaktadır. Bu mekanik gürültülerden kaçınmak için Titreşim Yalıtımı Sistemi gereksinimi doğmuştur. Bu sebeple tez kapsamında Nanomanyetik Bilimsel Cihazlar ortak çalışması ile Şekil 4.11(a)'daki titreşim masası tasarlandı, üretildi ve montajı yapıldı. Şekil 4.11(b)'de titreşim masasının son hali görülebilir.



Şekil 4.11 : Tez çalışmasında kullanılan titreşim masası tasarımı ve montajı.

Titreşim masasının ayakları için pnömatik izolasyon ayakları kullanılmıştır. İzolasyon ayaklarının üzerine çizilip üretilen metal bloklar yerleştirilmiştir. Bu sayede soğutma sistemi ile mikroskop mekanik olarak birbirinden ayrılmıştır.

4.6 Kriyostat ve Mikroskop Sistemi Temel Testleri

Tez çalışmasında kullanılan soğutma sistemleri ve mikroskopların iyileştirme çalışmalarının ardından sistem temel testleri gerçekleştirilmiştir. Bu aşamada gürültü testleri yapılmıştır, mikroskop kalibrasyonu örneği ile kontrol edilmiştir. Manyetik görüntüleme testleri harddisk ve CoPt manyetik örnekleri kullanılarak yapılmıştır. Düşük sıcaklık testleri için BSCCO süperiletkeninde manyetik girdap yapıları test amaçlı görüntülenmiştir.

4.6.1 Gürültü testleri

Soğutma sisteminde pompa sistemlerinden kaynaklı gürültülerin TUM mikroskobu sistemleri tarafından algılanmayacak şekilde iyileştirmeler yapılmıştır. Titreşim masası optimizasyonu sırasında taramalar yapılarak gürültü seviyeleri ölçülmüştür. Gürültü testleri için standart prosedür olan AKM yarı değen kipte Şekil 4.12'deki grating numunesi taranmıştır. Peak to peak değerler ölçülerek gürültü seviyesi karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.12 : Gürültü testlerinde taranan kalibrasyon numunesi.

Atomik Kuvvet Mikroskobu gürültü testleri: laboratuvar masası üzerinde, titreşim masası üzerinde kriyostatta, kompresör kapalı, chiller kapalı durumlarda 300K'da yapılmıştır. Sonuç olarak gürültü seviyesi tüm durumlarda optimizasyon sonrasında 2 Angstrom olarak ölçülmüştür. Çizelge 4.1'de elde edilen sonuçlar görülebilir.

Gürültü Testi Durumu	Titreşim	Kompresör	Chiller	Gürültü seviyesi
	masası			(peak to peak)
Laboratuvar masası üzerinde	Yok	Yok	Yok	2 nm
Kriyostatta	Yok	Açık	Açık	30nm
Kriyostatta	Var	Kapalı	Kapalı	2 Angstrom
Kriyostatta	Var	Kapalı	Açık	2 Angstrom
Kriyostatta	Var	Açık	Açık	2 Angstrom

Çizelge 4.1 : Titreşim masalı sistemin gürültü testi sonuçları.

Gürültü testleri sonucunda kullanılan deney düzeneğinin hassasiyetinin yeterli olduğu görülmüş ve deney düzeneği temel testlerine devam edilmiştir.

4.6.2 MKM deneyleri

Tez çalışmasında kullanılan deney düzeneğinin gürültü problemi ortadan kaldırıldıktan sonra temel sistem testlerine geçilmiştir. İlk olarak MKM modunda Harddisk kalibrasyon örneği tarama çalışması yapılmıştır. Şekil 4.13'te Harddisk örneğinde MKM mikroskobu ile 300K'da simultane alınan topografi ve manyetik faz görüntüleri görülebilir. MKM görüntüsü alınırken kantilever 110nm lift off değeri ile yukarı kaldırılarak ölçüm yapılmıştır.



Şekil 4.13 : Harddisk örneği MKM görüntüleri, (a) Topografi (b) Manyetik faz, 300K, 110nm liftoff, 100nm serbest genlik, 50nm set genlik.

Daha sonra Hardisk kalibrasyon örneği taramada farklı liftoff değerleri için görüntüde oluşan farklılıklar incelenmiştir. Sonuçlar Çizelge 4.2'de gösterilmektedir. Düşük liftoff değerlerinde yüzey ve tip arasında Van der waals kuvvetleri ile etkileşim oluştuğundan MKM görüntüsü ile topografi görüntüsü üst üste binmeye başlamıştır. Lift off değeri arttırıldıkça manyetik görüntü topografiden etkilenmemeye başlamaktadır. Çünkü manyetik kuvvetler daha uzun erimli kuvvetlerdir. Hard disk için uygun liftoff değeri 150nm civarı bulunmuştur.



Çizelge 4.2 : Harddisk-farklı liftoff değerlerinde MKM'de oluşan farklılıklar.

Temel test deneylerinin devamında DS-MKM'de manyetik kantileverin manyetizasyon yönünün manyetik alan uygulanarak değiştirilmesi test edilmiştir. Kriyostat içerisinde bulunan süperiletken magnetler kantileveri manyetize etmekte ve manyetizasyonun yönünün değiştirilmesinde kullanılmıştır. 300K'da, Serbest genlik 100nm, 225nm lift off değerlerinde görüntü alınmıştır. Manyetik alan uygulaması ile

üzerinde manyetik kaplama bulunan ticari kantilever manyetize edilmiştir. Görüntü alınması sırasında kantileverin manyetizasyon yönü değiştirilmiştir. Kantilevere ilk başta +7000 Oe uygulanmış, daha sonra -7000 Oe uygulanarak domainler ters yönde manyetize edilmiştir. Bu sebeple ilk önce kantilever ile yüzey arasında çekme kuvveti oluşurken; domainler ters yönelince kantilever ile yüzey arasında itme kuvveti oluşmuştur. Şekil 4.14'te MKM görüntüsündeki değişim görülebilir. Harddisklerde 7000 Oe'den daha yüksek manyetik alan uygulamalarında örnek manyetik domainleri kalıcı olarak bozulmaktadır. (1 Tesla: 10000 Oe)



Şekil 4.14 : HardDisk MKM faz görüntüsü, +7000Oe/-7000Oe uygulanan manyetik alan, 300K, 100nm serbest genlik, 115nm liftoff.

Daha sonra DS-MKM ile düşük sıcaklık denemeleri yapılmıştır. Harddisk kalibrasyon örneğinde 120K ve 77K denemelerinden elde edilen manyetik kuvvet mikroskobu görüntüleri Şekil 4.15'te görülebilir.



Şekil 4.15 : HardDisk MKM faz görüntüleri, (a) 120K, (b) 77K, 100nm serbest genlik, 120nm lift off.

CoPt ince film kaplı manyetik örnek ile DS-MKM sistem optimizasyonu çalışmalarına devam edilmiştir. Şekil 4.16'da CoPt üzerinde 300K'de manyetik faz görüntüleri görülmektedir.



Şekil 4.16 : CoPt MKM faz görüntüleri, (a) 4x4µm², (b) 1x1µm, 300K, 100nm serbest genlik, 50nm set genlik, 75nm lift off.

Son olarak sistem kalibrasyonu için grating taranarak piezo katsayıları kontrol edilmiştir (Şekil 4.12). Böylece tez çalışmasında kullanılan deney düzeneği kalibrasyon ve optimizasyonu tamamlanmıştır.

4.6.3 BSCCO ile yapılan sistem kalibrasyon testleri

Tez çalışmasında kullanılan deney düzeneğinde MKM mikroskobu, elektroniği, soğutma sistemi ve titreşim masasının düşük sıcaklıkta sorunsuz çalıştığını test etmek için BSCCO süperiletkeninde girdap yapısı görüntülemesi yapılmıştır. Farklı sıcaklıklarda ve manyetik alanı değiştirerek alınan DS-MKM BSCCO girdap yapısı görüntüleri Şekil 4.17-Şekil 4.21'de görülebilir.

Deney esnasında titreşim masası üzerinde, pompalar açıkken deney yapılmıştır, yüksek saflıkta BSCCO süperiletken örneği kullanılmıştır, örnek yüzeyinden bir tabaka bant yardımı ile kaldırılıp temiz yüzey elde edilmiştir, örnek topraklanmıştır. +100G manyetik alan altında T_c:80K altına soğutularak Abrikosov girdap kafes yapısı oluşturulmuş ve DS-MKM'de 2-10K arasında manyetik kantilever ile görüntülenmiştir. Abrikosov girdap kafes yapısında girdaplar arasındaki uzaklık Denklem (4.1) ve Denklem (4.2)'den hesaplanmaktadır:

 Φ_0 :Single Flux quantum (her bir girdap'in taşıdığı)

- h: Planck Sabiti (6.63x10⁻³⁴ J.s)
- e: Elektron yükü $(1.6 \times 10^{-19} \text{ C})$

a: Girdaplar arası boşluk (triangular birim hücreye göre)

H: Soğuturken uygulanan dış manyetik alan (Gauss)

$$\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2.07 \times 10^{-15} (Tm^2) \tag{4.1}$$

$$a = \sqrt{\frac{2\Phi_0}{\sqrt{3}H}} \tag{4.2}$$

+100 Gauss manyetik alan altında T_c altına soğutulduğu durumda girdapların birbirine uzaklığı 495nm olarak hesaplanmıştır. Elde edilen DS-MKM görüntülerinde girdaplar arası mesafe 510nm olarak ölçülmüştür (Bkz. Şekil 4.17-Şekil 4.18).

İlgili görüntülerin altındaki FC ve FS terimlerinin tanımlaması şu şekildedir:

FC: Field Cooling-soğuturken uygulanan manyetik alan

FS: Field Scanning- taranırken uygulanan manyetik alan



Şekil 4.17 : BSCCO girdap kafes yapısı DS-MKM görüntüsü, 4.5K, 100Gauss FC, 3.5x3.5µm², Sebest Genlik: 85nm, Genlik: 50nm, Lift off:75nm, Girdaplar arası mesafe 510nm.



Şekil 4.18 : BSCCO girdap kafes yapısı DS-MKM görüntüsü, 4.5K, 100Gauss FC, 1x1µm², Serbest Genlik: 85nm, Genlik: 50nm, Lift off: 80nm.

Deney esnasında BSCCO süperiletkeni +100 Gauss manyetik alan ile T_c altına soğutulmuştur. Girdap kafes yapısı oluşumu sağlanmıştır. Bu yapı oluşturulduktan sonra uygulanan alan değiştirilse bile kafes yapısı değişmemektedir, girdaplar arası mesafe aynı kalmaktadır. Manyetik alanın değiştirilmesi ile girdaplar kafes yapısındaki farklı noktalara hareket etmektedirler. Deneyde daha sonra tarama esnasında uygulanan manyetik alan değiştirilmiş ve kafes yapısındaki hareket incelenmiştir. 0 Gauss ve +1000 Gauss manyetik alan uygulanarak tarama yapılmıştır

+100G ile soğutulan örneğe tarama esnasında 0G ve 1000G uygulandığında girdap yapısı düzensiz hale gelmiştir. Şekil 4.19'da uygulanan alan ile girdap yapısının yer değiştirmesi görülmektedir.

Tarama esnasında T_c altında uygulanan alan değerleri değiştirilerek 0G ve +1000G uyguladıktan sonra +100G alan uygulamaya geri dönülmüştür. +100G'a tekrar dönüldüğünde yapı önce düzensiz halde çıkmıştır, sonra zamanla Abrikosov kafes yapısı formunda yeniden düzenli hale geçmiştir. Şekil 4.19'de girdap'ların zamanla yerlerine oturduğu görülebilir. Şekil 4.19(a)'da halka içerisinde yerlerini değiştirmiş girdaplar görülüyor. Şekil 4.19(b)'de +100G uygulandığında zamanla girdaplar kafes noktalarına geri dönüyor, düzenli yapı tekrar oluşuyor.



Şekil 4.19 : BSCCO DS-MKM görüntüsü, (a) +1000G FS, (b) +100G FS, 4.5K, 3x3µm², Serbest Genlik: 85nm, Genlik: 50nm, Lift off: 80 nm, kırmızı hakla bozulan girdap yapısını gösteriyor.

Şekil 4.20'de farklı sıcaklıklarda alınan tarama sonuçları görülebilir. 2K, 15K ve 25K sıcaklıklarında kademeli olarak sıcaklık arttırılmıştır. Sıcaklık kademeli yükseltilirken Şekil 4.20'deki 10K'da alınan görüntüden sonra girdap yapısı görüntülenememiştir. Daha sonra sıcaklık tekrar düşürülmüştür.



Şekil 4.20 : BSCCO girdap kafes yapısı DS-MKM görüntüsü (a) 2K, (b) 15K, (c) 20K, farklı sıcaklıklarda alınan tarama sonuçları.

Sonrasında sıcaklık tekrar düşürülüp titreşim masası optimize edilmiştir ve Şekil 4.21'deki geniş alan girdap yapı görüntüsü alınmıştır (4.8K, Lift off: 75 nm, Serbest Genlik: 100nm, Genlik: 48nm).



Şekil 4.21 : BSCCO DS-MKM görüntüsü girdap yapısı, 15x6µm², 4.8K, Lift Off: 60nm, Serbest Genlik: 100nm, Genlik: 48nm.

Şekil 4.21'deki 15x6µm² geniş alan taramasında Abrikosov girdap kafes yapısı geniş perspektiften görüntülenebilmiştir. Böylece sistem hassasiyetleri süperiletkenler üzerinde test edilmiştir.

4.6.4 MKM-AKM karakterizasyon uygulamaları

Bu bölümde yapılan çalışmalar ile sistem performansı tekrar test edilmiştir.

4.6.4.1 Proton ışıması tekniği ile üretilmiş Co/Pd ferromanyetik nano adaların MKM ile karakterizasyonu

Son yıllarda manyetik özelliğe sahip ~10 nm'den küçük nano yapılar, yüksek yoğunluklu veri depolama ve diğer uygulamalarda kullanılmaktadır. Bununla birlikte 10nm altı yapıların paternlenmesinde fiziksel ya da kimyasal aşındırmanın istenmeyen

yan etkileri şimdiye kadar bu cihazların modellenebilmesini sınırlamıştır. Tez kapsamında Singapur National University ile ortak olarak yürütülen çalışmada paramanyetik çok tabakalardan düşük enerjili proton ışıması ile seçici faz dönüşümü yoluyla 10nm'lik bir ferromanyetik ada dizisi oluşturulmuş ve karakterize edilebilmiştir.

Singapur National University'de 10nm mesafeli olarak PMMA maskesi kullanılarak desenlenen Co₃O₄/Pd çok tabakaları, proton ışıması ile Co/Pd'ye dönüştürülmüştür. Çalışmanın Türkiye ayağında Co/Pd ferromanyetik nano adalar Manyetik Kuvvet Mikroskopisi tekniği gözlemlenmiştir. Bu işlem hem geleneksel nano ölçekli patternleme hem de yüksek enerjili iyon ışıması ile ilişkili yan etkileri ortadan kaldırmaktadır. Bu nedenle, düşük enerjili proton ışınlaması ile faz dönüşümü, sadece manyetik veri depolaması için değil aynı zamanda çeşitli nano ölçekli cihazların üretiminde ~10 nm'den daha küçük yapıların paternlenmesi için kullanılabilir.

Yapılan çalışmanın yurtdışı ayağında örnek hazırlama işlemleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.22(a) geleneksel litografi adımları ile üretimin şemasını gösterirken, Şekil 4.22(b) proton ışıması ile faz dönüşüm yöntemi kullanılarak yapılan üretimin şemasını göstermektedir. Proton ışıması yönteminde PMMA maske, püskürtülmüş Co₃O₄/Pd çok tabakalı filmin üstünde spin kaplanmıştır. Daha sonra maske, nanoadacıkları tanımlamak için elektron demeti litografisi (EBL) kullanılarak paternlenmiştir. Bu işlemde, 50nm'lik aralıklarla 10nm'lik çapa sahip olan altıgen olarak düzenlenmiş delikler, 30µm×30µm'lik bir bölge içinde paternlenmiştir. Daha sonra numune 0,3kV hızlandırılmış 1.2x10^{^19} iyon/m² dozunda proton ışımasına tabi tutulmuştur. Bu proton radyasyonuna maruz kalan bölgelerde faz dönüşümü ile Co/Pd katmanları oluşmuştur.



Şekil 4.22 : Co/Pd ferromanyetik çok katmanlı yapısının (a) geleneksel litografi yöntemleri ve (b) proton ışıması sonucu faz dönüşümü tekniği ile üretimi.

Şekil 4.23(a), proton ışımasından önce üzerinde PMMA maskesi bulunan paternli yapının taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsünü göstermektedir. SEM görüntüsünden, 50nm'lik bir adımla 10nm çapa sahip hizalanmış deliklerin Co₃O₄/Pd çok tabakalı film üzerinde başarıyla paternlendiği gözlemlenmiştir. Bu noktalı desen yapısı nano-ada şeklinde isimlendirilmiştir.

Şekil 4.23(b), Co/Pd adası için θ -2 θ X-ışını kırınımı (XRD) tarama verilerini göstermektedir. Çeşitli kobalt oksit pikleri grafikte belirtilmiştir. Kobalt oksit, çok katmanlı FCC Co₃O₄(311) fazında bulunmaktadır. Çok katlı tabakada zayıf CoO(111) ve CoO(200) pikleri görülmüştür. Protonla ışıması uygulanmış yüzeyde çok tabakalı CoPd(111) 'in güçlü bir piki ortaya çıkmıştır ve Co₃O₄(311), CoO(111) ve CoO(200) pikleri kaybolmuştur. Bu veriler, Co/Pd yapısının maskesiz bölgede oluştuğunu ve proton radyasyonundan sonra FCC(111) fazında var olduğunu göstermektedir. Böylece XRD sonuçları oksitleyici Co₃O₄/Pd fazının proton ışıması yöntemi ile Co/Pd katmanlarına dönüştüğünü göstermektedir.



Şekil 4.23 : (a) 50nm'lik aralığa sahip 10 nm çaplı delikleri gösteren SEM görüntüsü. (b) Proton ışıması sonucu XRD θ-2θ spektrumu.

İlgili çalışmanın Türkiye ayağında Manyetik Kuvvet Mikroskobu analizleri gerçekleştirildi. MKM analizlerinde Şekil 4.24'teki Yüksek Performanslı Atomik Kuvvet Mikroskobunun Manyetik Kuvvet Mikroskobu (MKM) modu kullanılmıştır. İki geçişli tarama yöntemi kullanılarak MKM görüntüleri elde edilmiştir.

Görüntü alma sırasında ilk geçişte topografi takip edilmiş, ikinci geçişte MKM sensörü yüzeyden 75 nm uzaklaştırılarak sensöre etkiyen manyetik kuvvet ölçülmüştür. Tüm yüzey taranarak yüzeyin manyetik haritası çıkartılmıştır. Alınan sonuçlarda MKM sensörü ile etkileşime geçen manyetik bölgeler parlak kontrast veren bölgelerdir.



Şekil 4.24 : Yüksek hassasiyetli atomik kuvvet mikroskobu.

MKM analizleri proton ışıması yöntemi ile paramanyetik Co₃O₄/Pd'nin ferromanyetik Co/Pd'ye dönüştüğünü kanıtlamak için gerçekleştirilmiştir. Proton ışınlamasının bir sonucu olarak 10 nm manyetik nano adalarının oluşumuna dair doğrudan bir kanıt sağlamıştır. Şekil 4.25(a), Co/Pd nano-adalarının MKM görüntüsünü göstermektedir. Nano adaların faz kontrastı, paramanyetik ortamla karşılaştırıldığında açıkça görülmektedir. Nanoadalar Co/Pd katmanlarından oluşmaktadır ve manyetik özellik göstermektedir, MKM sensörü ile etkileşime geçmektedir, diğer bölgeler ise paramanyetik özellik gösteren Co₃O₄/Pd yapısındadır ve MKM sensörü ile etkileşime geçmemektedir. Nano adaların çoğu, paramanyetik ortamla karşılaştırıldığında daha parlak bir kontrasta (siyah noktalı çizgilerle çevrili) sahipken, az sayıda nano ada da daha koyu bir kontrasta (beyaz noktalı çizgi ile çevrelenmiş) sahiptir. Manyetik fazlarda gözlenen parlak ve koyu kontrast, zıt manyetik kutupların varlığının doğrudan bir göstergesidir. Şekil 4.25(a)'da noktalı altıgen ile çevrili yapı; merkezdeki nanodot ile çevresindeki altı en yakın nanoadayı göstermektedir. Orta nanodotun yanı sıra bitişik 6 nanodot, bitişik nanodotlar arasındaki etkileşimin paramanyetik Co₃O₄/Pd ortamıyla sınırlandırıldığını belirten açık bir kontrasta sahiptir. MKM faz görüntüsünde alınan yeşil çizgi boyunca ölçülen MKM faz derecesi profili Şekil 4.25(b)'de gösterilmektedir. Elde edilen veriler aynı zamanda, 50nm'lik aralıklarla ferromanyetik nano adaların proton ışıması tekniği ile paternlendiğini göstermektedir.



Şekil 4.25 : (a) Co/Pd MKM görüntüsü, 10 nm'lik manyetik nano-adalar. (400nm×400nm), lift off: 75nm (b)Yeşil çizgi boyunca ölçülen nano-adaların MFM faz profili.

Sonuç olarak, 10nm çapında ve Co/Pd ferromanyetik nanodotlar, düşük enerjili proton ışıması sonucu seçici faz dönüşümü yöntemi ile başarılı bir şekilde oluşturulmuştur. Bu yöntem ile 10nm mertebesinde nano litografi dizilerinin oluşturulması sağlanabilir ve yöntem ultra-yüksek yoğunluklu manyetik kayıt, opto-elektronik ve nano ölçekli spintronic cihazlarının üretiminde kullanılabilir. Ayrıca bu yöntem ile 10nm'lik nano ölçekli cihazlar, farklı oksitler, nitrürler veya sülfürler oluşturulabilir ve artık aşındırma ve düzleme gereksinimleri ile sınırlandırılmazlar. Bu yöntem gelecekte nano ölçekli yapıların oluşturulmasında kullanılan litografi tekniklerindeki adımların kısaltılmasını sağlayan özel bir teknik olarak kullanım alanı bulabilecektir.

Tez çalışmasının bu bölümünden elde edilen sonuçlar 'Applied Physics Letters' dergisinde yayınlanmıştır [170].

4.6.4.2 Kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile SrTiO₃ altlık üzerine nano grafen biriktirilmesi

Grafenin metal katalizörden dielektrik yüzeylere transferi grafenin kalitesini etkileyen karmaşık bir prosedürdür. Tezin bu bölümünde stronsiyum titanat (SrTiO₃) altlığına kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile grafen büyütülmesi üzerine çalışılmıştır. Katalizörsüz, dielektrik altlıklar üzerindeki grafen büyümesi, 1000 °C'de 3, 4 ve 7 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Numuneler üzerinde alınan Raman spektrumu grafenin SrTiO₃ altılıkta başarılı bir şekilde büyütülebildiğini göstermiştir. Çalışmada SEM kullanılarak grafen oluşumunun morfolojik yapısı incelenmiştir. Ayrıca grafen büyütülmemiş altlık ile büyütülmüş altlıkta enerji dağılımlı X-ışını spektrometresi

yöntemi ile numunedeki karbon yoğunlukları karşılaştırılmıştır. Grafen büyütülen numunede önemli karbon artışı gözlemlenmiştir.

AKM kullanılarak farklı büyüme zamanları için numune yüzey topografileri elde edilmiştir. Numune yüzeyinde farklı yükseklik ve ada genişliğinde çok katmanlı grafen yapılar gözlemlenmiştir. Ayrıca AKM sonuçlarına göre büyüme zamanı ile grafen adalarının dikey yönde büyüme eğiliminde olduğu gözlemlenmiştir.

Grafen tabanlı elektronik, gelecek nesil elektronik cihazlarda en umut verici adaylardan birisidir [145-148]. Grafen tabanlı cihazlar geliştirmek için direkt olarak dielektrik materyal üzerinde büyütülen veya bir dielektrik yüzeye transfer edilebilen yüksek kaliteli grafen gerekmektedir. Yüksek kalitede grafen elde etmek için, mekanik olarak katmanlara ayırma [149], kimyasal buhar birikimi [150], SiC'nin termal ayrışması [151], plazma destekli kimyasal buhar biriktirme [152], grafen oksit indirgenmesi [153,154] yöntemleri kullanılmaktadır.

Bu yöntemler arasında, endüstriyel ölçekte grafen büyütülebilmesi ve yüksek kalitede grafen elde edilebilmesi nedeniyle CVD yöntemi en önemli yöntemlerden birisidir. CVD grafen biriktirmede kullanılan metal katalist tane sınırlarının oluşmasına ve çok tabakalı tanelerin oluşmasına sebep olmaktadır. Metal yüzeyden dielektrik yüzeye mekanik transfer yöntemi grafenin kırışması ve kirlenmeye açık olması gibi problemlere sebep olmaktadır. Dielektrik yüzeylere grafenin doğrudan büyümesi, grafenin kalitesini etkileyen transfer komplikasyonlarını en aza indirmede önemli yöntemlerden birisi olacaktır. Dielektrik altlık grafenin özellikleri üzerinde güçlü bir etkiye sahiptir; örneğin ara yüzey tuzakları, yük dağılımı ve kafes fononları grafen oluşumunu olumsuz etkiler. Grafen büyümesi için katalitik kabiliyeti olan ve yüksek k-dielektrik değere sahip olan uygun altlığın seçimi oldukça önemlidir. Literatürde MgO [155], Si0₂ [156-159], Al₂0₃ [160,161] ve Si₃N₄ [162] gibi çeşitli dielektrik altlıklar CVD ile direkt grafen büyütmede kullanılmıştır. Stronsiyum titanat (SrTiO₃) yüksek şeffaflık, yüksek k-değeri ve termal kararlılık sergileyen perovskit tipi dielektrik malzemelerden birisidir [163-166]. SrTiO₃ ile grafen büyütme çalışmalarında hidrokarbon gazları kullanarak çok katmanlı grafen nano-adalar üretilmiştir ve artan büyüme süresi ile yuvarlak ada yapılarından altı köşeli yapılara doğru şekil değişikliği görülmüştür. Tez kapsamında yapılan deneylerde doğrudan SrTiO₃ (110) altlık üzerine grafen büyütmek için ortam basınçlı CVD tekniği kullanılmıştır. Grafen büyütmede yüksek saflıkta CH₄ (% 99,995 saflık, Messer), H₂ (% 99,999 saflık, BOS) ve Argon (99,999 saflık, Messer) öncü gazları kullanılmıştır. Kuvars tüp 30 dakika boyunca ~ $5x10^{-2}$ mbar basınca kadar vakumlanmış ve argon gazı ile doldurulmuştur. Fırın ısıtılırken hidrojen (50 sccm) ve argon (100 sccm) akışı sürdürülmüştür. Büyütme işlemi 1000°C'de gerçekleştirilmiştir. 3 farklı numune yüzeyine 3, 4 ve 7 saat süresince grafen büyütme işlemi sürdürülmüştür. Büyütme işlemi bittikten sonra numuneler hızlıca soğutulmuştur ve CH₄ gaz akışı 650°C'de sonlandırılmıştır. Soğutma işlemi Ar ve H₂ ortamında sürdürülmüştür.

Raman spektroskopisi analizi ile grafen karakterizasyonu yapılmıştır. Sonrasında morfoloji analizi için atomik kuvvet mikroskobu analizleri yapılmıştır.

Şekil 4.26 biriktirme yapılmadan önceki boş STO altlığının morfolojisini göstermektedir. Yüzey çok pürüzsüz görünmektedir. Şekil 4.26 AKM görüntülerinin 3D görüntüsünü göstermektedir. Şekil 4.26 (b-d), sırasıyla 3, 4 ve 7 saat boyunca grafen ile büyütülen numunelerin yüzey morfolojisini göstermektedir. Şekil 4.26 (b-c), tüm yüzeyi kaplayan yuvarlak grafen alanlarının oluşumunu açıkça göstermektedir. Büyüme süresinin uzatılması alan boyutunu arttırdı, 3 saatlik büyüme için etki alanı boyutu 0.10-0.13 mm aralığında, 4 saat boyunca 0.12-0.16 aralığında ve 7 saatlik büyüme için 0.28-0.35 mm aralığındaydı. Yuvarlak alanlar Şekli 4.26(d)'de 7 saatlik büyüme için altıgen biçimli alanlara dönüşmüştür. 7 saatlik büyüme için altıgen grafen alanları keskin kenarlara sahip şekildedir.



Şekil 4.26 : Grafen AKM Topografi görüntüleri (a) boş STO altlık, (b) G-STO 3s, (c) G-STO 4s ve (d) G-STO 7s.

Literatürde yapılan önceki çalışmalarda, hidrojen gazının; metal [167] ve bor nitrür [168,169] altlık üzerinde büyütülen grafen alanlarının şeklini kontrol eden bir aşındırma özelliğine sahip olduğu gösterilmektedir. Stronsiyum titanat altlıklar durumunda, büyüme süresinin uzamasına bağlı olarak, yüzey oksijen kaybı ve hidrojen içeriği, silan (SiH₄) 'ün mümkün olduğu h-BN [169] örneğinde olduğu gibi farklı kenar tiplerine sahip altıgenlerin büyümesine olanak sağlamaktadır. Kenarlar, grafen alanlarının reaktif kısmıdır ve büyüme parametreleri (basınç, sıcaklık) kenar yapılarını kolayca etkilemektedirler. Dahası, dielektrik altlıklar üzerindeki grafenin kenarları üzerinde kontrol yüzey reaktivitesinin daha az anlaşılması ve bu sistemleri anlamak için çok daha fazlasına ihtiyaç duyulması nedeniyle hala zorlayıcıdır. Şekil 4.27 (b-d), grafen alanlarının 3D görünümü verilmiştir. Alan boyutundaki artış, küçük yuvarlak alanların kaynasmasından kaynaklanmıştır.



Şekil 4.27 : Grafen AKM görüntülerinin 3D görünümü (a) STO altlık, (b) G-STO 3 saat, (c) G-STO 4 saat ve (d) G-STO 7 saat biriktirilen örnekler.

Metal yüzeydeki grafenin büyümesi, gaz moleküllerinin metal yüzeyin katalitik kabiliyeti ile ayrışması ve bunu takiben yüzeydeki karbon atomlarının ayrışmasıyla gerçekleşir. Dielektriklerin durumunda, yüzey kimyasal olarak reaktif hale gelirse hidrokarbonlar da ayrışır. STO'da Sr ve Ti buhar basıncı 1000 C'den yüksektir (deneyde kullanılan grafenin büyüme sıcaklığından yüksek), bu nedenle oksijen içeriğinin desorpsiyonundan dolayı yüzey aktif hale gelir ve çukurlar oluşur. Bu çukurlar, karbon atomlarının Gibbs serbest enerjisinin en aza indirgendiği ve yüzeyde çekirdeklenmelerin olduğu aktif çekirdeklenme bölgesi gibi davranmaktadır.

Bu çalışma, CVD ile SrTiO₃ (110) altlık üzerinde nano-grafenin büyümesini etkileyen parametrelerin araştırıldığı bir çalışmadır. Grafen büyümesi 1000°C'de farklı sürelerde biriktirmenin sonuçları araştırılmıştır. Nano boyutlu grafen alanları, temelde kusur olan ve D bandını oluşturan, 2D bandın bastırılmasına ve G bandının genişlemesine ve kaymasına neden olan çok sayıda kenar durumuna sahiptir. SEM ve EDX, altlık üzerinde bulunan karbon içeriğinin morfolojisi ve bileşimi hakkında bilgi vermektedir. Ayrıntılı yüzey görüntüleme, farklı boyutlarda grafen alanlarını açıkça gösteren AKM görüntüleri ile elde edilmiştir. Grafen alanlarının boyutu, büyüme süresinin uzamasına bağlı olarak 0.10mm'den 0.35mm'ye yükselmiştir. XPS, karbon atomlarının sp2'ye yapışmasına sahip olan grafenin varlığı hakkında daha fazla bilgi edinmek için kullanılmıştır. Karbon çekirdeği pik spektrumu, numunelerde bulunan farklı karbon bağlanması hakkında bilgi almak için tüm numuneler için incelenmiştir. Yüzey tekdüzeliği hakkında bilgi almak için XPS haritalaması da yapılmıştır.

Tez çalışmasının bu bölümünden elde edilen sonuçlar 'Materials Chemistry and Physics' dergisinde yayınlanmıştır [171].



5. SÜPERİLETKEN FeSe VE FeSeTe'DE MANYETİK GİRDAP YAPISININ DS-MKM VE DS-THAM İLE İNCELENMESİ

Bu bölümde FeSe ve FeSe_{1-x}Te_x süperiletken tek kristallerinde Meissner bölgesinde tuzaklanan manyetik girdap yapılarının bölgesel olarak gözlenmesi ve yapılarının araştırılması deneysel olarak incelenmiş ve elde edilen bulgular modellenerek mekanizmalarının anlaşılması üzerine araştırmalar gerçekleştirilmiştir. Numuneler DS-THAM ve DS-MKM ile incelenmiştir. İncelenen numuneler hakkında detaylı literatür bilgisi Bölüm 3'te bulunmaktadır. Yüksek sıcaklık süperiletkenleri Tip II ailesinin alt kolu olan demir kalkojen cinsi FeSe ve FeSe_{1-x}Te_x süperiletkenlerinin karmaşık yapılarının araştırılması literatürde üzerinde durulan bir konudur [67,68].

5.1 Deney Düzeneği ve Örnek Hazırlama

FeSe ve FeSeTe süperiletken numuneler Japonya Tsukuba Üniversitesinden Prof. Dr. Kazuo Kadowaki'nin grubundan temin edilmiştir. Kullanılan Düşük Sıcaklık-Manyetik Kuvvet Mikroskobu (DS-MKM) ve Düşük Sıcaklık Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu (DS-THAM)'nın kalibrasyonları yapılmıştır. Ayrıca süperiletken örneklerin T_c-Süperiletkenlik geçiş sıcaklıkları kontrol edilmiştir. Kontrol deneylerinin ardından araştırma deneylerine geçilmiştir. Titreşim masası entegre edilmiş soğutma sistemi kullanılarak görüntüleme tekniğinde oluşabilen gürültü problemi en aza indirilmiştir. FeSe ve FeSeTe süperiletkenlerinde ortam sıcaklığı T_c altına indirilirken belli bir miktar manyetik alan uygulanarak manyetik girdap yapısının oluşması ve Meissner bölgesinde tuzaklanması sağlanmıştır. Daha sonra bahsedilen görüntüleme teknikleri ile araştırma deneyleri gerçekleştirilmiştir.

Deneyler sırasında Şekil 5.1'deki FeSe ve FeSeTe numunesi kullanılmıştır. Örnek, tutucuya düşük sıcaklığa dayanıklı yalıtkan epoksi kullanılarak yapıştırılmıştır. Örnek üzerinde 4 noktadan iletken epoksi kullanılarak bağlantı noktası oluşturulmuştur. Tabakalı örneğin üzerinden bant yardımı ile tabaka kaldırılarak temiz bir yüzey elde edilmiştir.



Şekil 5.1 : FeSe Süperiletken numunesi, üzerinde 4 noktadan bağlantı noktası bulunuyor.

Örnek üzerinde hazırlanan bağlantı noktaları ile FeSe örneğinin kriyostat içerisinde soğutulması sırasında direnç ve sıcaklık değerleri ölçülmüştür. Böylece elektriksel direncin sıfır olduğu noktada süperiletkenlik geçiş sıcaklığı T_c değeri ölçülebilmiştir. Şekil 5.2'deki direnç-sıcaklık grafiğinden FeSe örneği için T_c değeri 8.3K olarak ölçülmüştür. Örnek çok küçük boyutlu olduğundan oda sıcaklığında direnci 10^{-2} ohm mertebesinde ölçülebilmiştir.



Şekil 5.2 : FeSe örneği için Direnç sıcaklık grafiği. T_c: 8.3K.

5.1.1 DS-MKM ile FeSe manyetik girdap yapısı görüntüleme

Tip I süperiletkenler uygulanan dış manyetik alanı tamamen dışarlarken Tip II süperiletkenlerde uygulanan manyetik alan süperiletken üzerinden belli noktalardan geçebilmektedir. Tip II Süperiletkenlerde geçiş sıcaklığı (T_c) altına soğutulurken manyetik alan uygulandığı takdirde Abrikosov manyetik girdap kafes yapısı oluşmaktadır ve tuzaklanmaktadır. Manyetik akının süperiletken üzerinden geçebildiği noktaları temsil eden bu manyetik girdaplar DS-MKM tekniği ile görüntülenebilmektedir.
Bu bölümde FeSe süperiletkeni üzerinde DS-MKM tekniği ile girdap kafes yapısı görüntülenmesi üzerine yapılan çalışmalar bulunmaktadır.

Şekil 5.3'te FeSe örneği için (a) 300K ve (b) 2K'da DS-MKM ile alınan topografi görüntüleri verilmiştir. 300K'da ortalama pürüzlülük değeri 0.2nm olarak ölçülmüştür. Örnek 300K'da çok düşük bir pürüzlülük göstermesine rağmen 2K'ya soğutulduğunda örnek yüzeyinde kirlenmeler gözlemlenmiştir. Şekil 5.3(b)'de 2K'da topografi görüntüsünde yüzeyde görülen yatay çizgiler; soğutma sırasında örnek yüzeyine yapışan kontaminasyonların tarama esnasında tipe yapıştığını göstermektedir. Yapılan deneyde numunenin düşük sıcaklıkta kontamine olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 5.3 : FeSe, DS-MKM Topografi görüntüsü, (a) 300K 4x4µm², (b) 2K 15x15µm², Genlik: 50nm, Serbest Genlik: 100nm.

Bu kirlenmelerinin olası sebepleri olarak deneylerin yüksek vakumda yapılmaması ve örneğin düşük sıcaklıkta cryopump gibi davranması olduğu düşünülmektedir. Numunenin cryopump gibi davranması düşük sıcaklıkta kirleri üstüne çekerek kontamine olmasıdır. Bunun yanında ortamın yeterince vakuma alınmamasından dolayı numune haznesinde N veya H₂O buharının kalmış olabileceği düşünülmektedir. Ayrıca kullanılan He kaynağında empürite olabileceği düşünülmektedir. Numune haznesinde kaçak olabileceği olasılığından dolayı RGA ile kaçak testi yapılmıştır. Kriyostat üzerindeki statik numune haznesinde kaçak tespit edilmiş gerekli yerler tekrar kaynaklattırılmıştır. Tüm bu kirlilik kaynaklarının ortadan kaldırılması için sonraki deneylerde yüksek saflıkta He kaynağı kullanılmaya başlanmıştır ayrıca numune haznesi 4x10⁻⁶ mbar seviyesine kadar vakuma alınarak deneylere devam edilmiştir. Tüm bu sistematik optimizasyon çalışmalarından sonra kontaminasyon sorunu çözülmüş ve düşük sıcaklıkta temiz yüzey görüntüsü elde edilebilmiştir. Şekil 5.4'te FeSe için 2K'da DS-MKM ile alınan topografi görüntüsü ve çizgi profili verilmiştir. FeSe örneği tabakalı bir örnek olduğundan bu görüntüde atomik step yapısı görüntülenebilmiştir. Çizgi profili grafiğinden step boyutu 50 nm olarak ölçülmüştür. Böylece örnekteki safsızlık sorunu çözülerek araştırma deneylerine başlanmıştır.



Şekil 5.4 : FeSe, DS-MKM Topografi görüntüsü ve çizgi profili grafiği, 4x4µm², 50nm step, 2K, Genlik: 54nm, Serbest Genlik: 100nm.

İdeal şartların yakalandığı bir dizi deneyden sadece birkaç deneyde girdap yapısı incelenebilmiştir. Deneylerde girdap yapısının görüntülenememesinin olası sebebi manyetik kantilever ile yüzeye yaklaştığımızda kantileverin manyetik alanının etkisi ile girdaplar kendi konumları arasında hareket ediyor olabileceği düşünülmektedir. Ayrıca FeSe örneğinin girdap tutturma (vortex pinning) etkisi zayıf bir örnek olduğu düşünülmektedir. Bu durumun sebebi numunenin yüksek saflıkta üretilmiş olması ve girdap tutturma merkezi (vortex pinning center) etkisi yapacak empüritelerin ve kristal kusurlarının tek kristalde bulunmaması olabilir. Japonya'da üretilen ve tezde kullanılan FeSe numunesinden elde edilen XRD verilerinde örneklerin yüksek saflıkta ve kristalinitede üretildiği desteklenmektedir.

Gerçekleştirilen ilk deneylerde manyetik kantilever yüksek manyetik alan altında (1Tesla) manyetize edilmiştir. Daha sonra alan sıfırlanarak örnek soğutulmuştur ancak ortam degauss edilmediğinden dolayı mikroskop haznesinde kalan kalıcı manyetik alandan dolayı, girdaplar arası mesafenin çok dar olacak şekilde oluştuğu ve bundan dolayı görüntülenemediği düşünülmektedir. Sonraki deneylerde mikroskop haznesi yüksek manyetik alan uygulanmasından sonra degauss edilmiştir. Bir diğer problem ise deneylerin T_c sıcaklığına çok yakın yapılıyor olmasıdır. FeSe örneğinin T_c değeri 8K olarak ölçülmüştür. Deneyler ise 2-5K arasında yapılmaktadır. T_c'ye çok yakın bir

değer olduğu için girdapların stabil hale gelemediği, sürekli hareket halinde oldukları da ihtimal dâhilindedir.

Şekil 5.5'te ideal şartların yakalandığı deneylerden FeSe örneğinde manyetik girdapların DS-MKM görüntüleri verilmiştir. Şekil 5.5(a) topografi, Şekil 5.5(b-c) MKM faz görüntüleridir. Görüntüler 2K sıcaklığında alınmıştır, örneğin 5x5µm'lik alanı taranmıştır. Örnek -0.015T manyetik alan altında T_c altına soğutulmuştur. Tarama esnasında 75nm lift off değeri seçilmiştir ve manyetik görüntü alınmıştır. Şekil 5.5(a)'daki topografi görüntüsü ve Şekil 5.5(b-c)'deki MKM faz görüntüleri incelendiğinde MKM görüntüsünde topografi görüntüsünde yer almayan manyetik bölgeler tespit edilmiştir. Şekil 5.5(c)'de Şekil 5.5(b)'deki işaretlenen alanın büyütülmüş hali görülmektedir. Şekil 5.5(c)'de ok ile işaret edilen koyu renk noktasal bölgeler manyetik girdapları işaret etmektedir. Bu görüntüde girdapların zincir şeklinde arka arkaya dizildiği ve girdap zincir yapısı (vortex chain) oluşturduğu düşünülmektedir.



Şekil 5.5 : FeSe, DS-MKM (a) Topografi görüntüsü, (b) MKM faz görüntüsü 5x5µm², (c) MKM faz görüntüsü 2x2.5µm², 2K, -0.015T, Lift off: 75nm, Genlik: 50nm, Serbest Genlik:100nm.

Şekil 5.6'da FeSe örneğinde DS-MKM tekniği ile elde edilen manyetik girdap görüntüleri görülmektedir. Şekil 5.6(a) topografi, şekil 5.6(b) MKM faz görüntüsüdür. Görüntüler 2K sıcaklığında alınmıştır, örneğin 3x3µm'lik alanı taranmıştır. Örnek -0.015T manyetik alan altında T_c altına soğutulmuştur. Tarama esnasında 75nm lift off değeri seçilmiştir ve manyetik görüntü alınmıştır. Şekil 5.6(a)'daki topografi görüntüsü ve Şekil 5.6(b)'deki MKM faz görüntüsü incelendiğinde MKM görüntüsünde topografi görüntüsünde yer almayan manyetik bölgeler tespit edilmiştir. Şekil 5.6(b)'de ok ile işaret edilen koyu renk noktasal bölgeler manyetik girdapları işaret etmektedir. Bu görüntüde girdapların zincir şeklinde arka arkaya dizildiği ve girdap zincir yapısı (vortex chain) oluşturduğu düşünülmektedir.



Şekil 5.6 : FeSe, DS-MKM görüntüleri (a) Topografi, (b) MKM faz görüntüsü, 3x3μm², 2K, -0.015T, Lift off: 75nm, Genlik: 50nm, Serbest Genlik: 100nm.



Şekil 5.7 : FeSe, DS-MKM görüntüleri, 2K, -0.015T, Lift off: 75nm, Genlik: 50nm, Serbest Genlik:100nm, (a) Topografi, (b) MKM faz görüntüsü 6x6µm², (c) MKM faz görüntüsü 2x4µm², (d) MKM faz görüntüsü 3x3µm².

Şekil 5.7'de FeSe örneğinde DS-MKM tekniği ile elde edilen görüntüler görülmektedir. Şekil 5.7(a) topografi, şekil 5.7(b) MKM faz görüntüsüdür. Görüntüler 2K sıcaklığında alınmıştır, örneğin 6x6µm'lik alanı taranmıştır. Örnek -0.015T manyetik alan altında T_c altına soğutulmuştur. Tarama esnasında 75nm lift off değeri seçilmiştir ve manyetik görüntü alınmıştır. Şekil 5.7(a)'daki topografi görüntüsü ve Şekil 5.7(b)'deki MKM faz görüntüsü incelendiğinde MKM görüntüsünde topografi görüntüsünde yer almayan manyetik bölgeler tespit edilmiştir. Şekil 5.7(c) şekil 5.7(b)'deki beyaz dörtgen ile işaret edilen bölgenin büyütülmüş halidir. Şekil 5.7(d)

ise şekil 5.7(b)'deki siyah dörtgen ile işaret edilen bölgenin büyütülmüş halidir. Şekil 5.7(c) ve şekil 5.7(d)'de ok ile işaret edilen koyu renk noktasal bölgeler manyetik girdapları işaret etmektedir. Bu görüntüde girdapların zincir şeklinde arka arkaya dizildiği ve girdap zincir yapısı (vortex chain) oluşturduğu düşünülmektedir. Şekil 5.7(c) ve şekil 5.7(d)'de daire içerisine alınan koyu renk noktasal bölgeler bireysel manyetik girdapları işaret etmektedir. Bu girdaplar zincir şeklinde oluşan girdaplardan farklı olarak tekil bölgelerde oluşmuş görülmektedir.

Şekil 5.8'de FeSe örneğinde DS-MKM tekniği ile elde edilen görüntüler görülmektedir. Şekil 5.8(a) topografi, şekil 5.8(b) MKM faz görüntüsüdür. Görüntüler 2K sıcaklığında alınmıştır, örneğin 1x1µm'lik alanı taranmıştır. Örnek -0.015T manyetik alan altında T_c altına soğutulmuştur. Tarama esnasında 75nm lift off değeri seçilmiştir ve manyetik görüntü alınmıştır. Şekil 5.8(b)'deki faz görüntüsü incelendiğinde daire içine alınan bölgede manyetik girdap yapısı görülmektedir. Tekil manyetik girdap topografi görüntüsünde bulunmamaktadır, MKM görüntüsünde görülmektedir.



Şekil 5.8 : FeSe, DS-MKM (a) Topografi görüntüsü, (b) MKM faz görüntüsü, 1x1µm², 2K, -0.015T, Lift off: 75nm, Genlik: 50nm, Serbest Genlik:100nm.



Şekil 5.9 : (a) BSCCO Bitter decoration görüntüsü, girdap zincir yapısı, 70° 35G manyetik alan uygulanmış, (b) BSCCO SHPM görüntüsü, girdap zincir yapısı ve bireysel girdaplar, 2G açılı manyetik alan, 27 G düzlem yönünde manyetik alan uygulanmış [134,135].

Şekil 5.9'da literatürdeki girdap zincir yapılarını gösteren benzer çalışmalar görülmektedir. Şekil 5.9(a)'da Bitter decoration tekniği ile elde edilmiş BSCCO süperiletkenine ait manyetik faz görüntüsü görülmektedir. Bu görüntüde manyetik alan 70° açı ile uygulanmış ve anizotropik girdap yapısı, girdap zinciri şeklinde görüntülenmiştir [134].

Şekil 5.9(b)'deki görüntüde THAM ile alınmış BSCCO süperiletkenine ait manyetik faz görüntüsü görülmektedir. Bu görüntüde 2G açılı manyetik alan, 27 G düzlem yönünde manyetik alan uygulanmıştır, sonuç olarak hem girdap zincir yapısı hem de bireysel girdaplar görüntülenmiştir [135]. BSCCO'da açılı manyetik alan uygulandığında ortaya çıkan vortex zincir yapısı Josepshon girdap ve Pancake girdap yapılarının açılı manyetik alan uygulandığında gösterdiği bir durumdur [134,135].

Bu tez çalışmasında FeSe süperiletkeninde ortaya çıkan girdap zincir yapısının olası yorumu için J. Hoffman'ın 2012 tarihli çalışmasından [136] alınan Şekil 5.10'nun dikkatle incelenmesi gerekir. Şekil 5.10'da Taramalı Tünelleme Mikroskobu tekniği ile elde edilen FeSe süperiletkeninin (a) topografi ve (b) eş zamanlı alınan taramalı tünelleme spekstroskopisi görüntüsü görülmektedir. Şekil 5.10(c)'deki şematik görüntüde, beyaz çizgiler ikiz düzlemleri, kırmızı noktalar girdapları göstermektedir. 150x150nm alanın incelendiği görüntülerde FeSe yapısında bulunan ikiz düzlemleri (twinning plane) tespit edilmiştir. İkiz düzlemleri; kristal yapılardaki belli bir düzende dizilmiş atomların ikiz düzlemi sınırına geldiğinde 45 derece açılı olacak şekilde kayarak kristal büyümesinin devam ettiği düzlemlerdir. İkiz düzlemleri boyunca oluşan yapısal değişiklikler girdap tutturma etkisi yapmış olabilir. İlgili literatür çalışmasında FeSe yapısında bulunan bu ikiz düzlemleri üzerinde girdapların seçici olarak girdap zinciri oluşturacak şekilde dizildiği görülmüştür. Ayrıca aynı kristal yapıda ikiz düzlemi olmayan bölgelerde bireysel girdaplar oluşmuştur. [136] Tez çalışmasında elde edilen girdap zincir yapılarının da FeSe'deki ikiz düzlemleri boyunca oluşmuş girdaplar olabileceği düşünülmektedir. Tez çalışmasında 0.015T alan uygulandığından girdapların boyutu 399nm olarak hesaplanmıştır, elde edilen görüntülerdeki girdap boyutları bu değer ile uyumludur. [136]'daki girdap yapıları incelendiğinde 2T alan altında soğutulduklarından girdap boyutları 35nm olarak hesaplanmaktadır. Şekil 5.10'daki girdapların deneysel boyutu hesaplanan ile uyumludur. Girdap boyutu hesaplanmasının detayları bölüm 4'te denklem 4.1 ve 4.2'de bulunmaktadır.



Sekil 5.10 : FeSe TTM görüntüsü (a) $150 \text{ nm} \times 150 \text{ nm}$ topografi görüntüsü, 3 adet ikiz düzlemi görülüyor V = 10 mV, I = 0.1 nA, (b) Simultane alınan TTS görüntüsü (ZBC) 2T'de girdapları gösteriyor V = 10 mV ve I = 0.1 nA. (c) Şematik görüntü, beyaz çizgiler ikiz düzlemleri, kırmızı noktalar girdapları gösteriyor [136].

Tez çalışmasında FeSe ile yapılan diğer DS-MKM deneylerinden bazılarında FeSe'de üretim esnasında faz ayrışması oluşmuş olabileceği tespit edilmiştir. Şekil 5.11'de FeSe örneğinde DS-MKM ile 300K'da alınan (a) topografi ve (b) manyetik faz görüntüsü görülmektedir. Bu deneyde 300K'da FeSe DS-MKM ile incelendiğinde oda sıcaklığında örnek süperiletken faz geçmeden önce numunede manyetik kontrast gösteren bölgelerin varlığı tespit edilmiştir.

MKM tarama esnasında lift off değeri arttırılmış ve manyetik kuvvetlerin etkidiği uzaklık incelenmiştir. 200nm lift off değerinde manyetik etkileşim hala devam etmektedir. Daha sonra tarama esnasında örneğe manyetik alan uygulanmıştır. 300K'da +100 Gauss uygulandığında manyetik etki tersinir olmuştur. 300K'da +100 Gauss -100Gauss geçişi, manyetik domainlerin yönünün tersinir şekle dönmesi açıkça görülmektedir. Bunun sebebi FeSe örneğinde üretim esnasında bazı bölgelerde faz ayrışması olmuş olabilir.



tersine

Sekil 5.11 : FeSe DS-MKM görüntüsü, (a) Topografi, (b) MKM Faz, 7x10µm², 300K, Lift off: 50nm, Genlik:50nm, Serbest Genlik: 100nm.

5.1.1.1 DS-MKM tartışma-sonuçlar

Tez kapsamında yapılan çalışmalarda FeSe örneğinin T_c altında DS-MKM tekniği ile incelenmesi sonucunda Meissner bölgesinde tuzaklanan girdapların girdap zinciri oluşturacak şekilde oluştuğu ayrıca bireysel girdapların yapıda mevcut olduğu görülmüştür. J. Hoffman'ın grubunun yaptığı çalışmada FeSe süperiletkeninde ikiz düzlemlerin varlığında süperiletkenliğin baskılandığı ve bu düzlemlerdeki enerji değerinin farklı olmasından dolayı girdapların girdap zinciri oluşturarak bu düzlem üzerine dizildiği görülmüştür. İkiz düzlemler girdap tutturma (vortex pinning) etkisi yaratarak girdapların ikiz düzlem hattında oluşmasına neden olmuş olabilirler. FeSe süperiletkeninde geleneksel olmayan (unconventional) süperiletkenlik oluştuğundan dolayı girdap yapısının da geleneksel süperiletkenlerden farklı olması beklenen bir olgudur. İnce film örneklerde ve heteroyapılarda bu olgu daha belirgin sekilde ortaya çıkmaktadır [137-139]. Literatürde FeSe süperiletkeninin bulk şeklinde manyetik girdap yapısının DS-MKM ile incelendiği bir çalışma bulunmamaktadır. FeSe'de bulk örneklerde de girdap zincir yapısının oluşabileceğinin gösterilmesi süperiletken araştırmaları açısından önemlidir ve bu tez çalışmasının özgün değerini oluşturmaktadır.

5.1.2 DS-THAM ile manyetik girdap yapısı görüntüleme

Bu bölümde FeSeTe süperiletkeni üzerinde Düşük Sıcaklık Manyetik Kuvvet Mikroskobu tekniği ile girdap kafes yapısı görüntülenmesi üzerine yapılan çalışmalar bulunmaktadır.

Düşük Sıcaklık Taramalı Hall Aygıtı kullanılarak FeSeTe Süperiletkeninde Girdap yapısı görüntülemesi çalışmasında Prof. Kadowaki grubu ile ortak çalışma sonucu temin edilen FeSeTe süperiletken örneği kullanılmıştır. FeSeTe örneği demir esaslı süperiletken ailesinin demir kalkojen grubunun bir üyesidir. Örnek hakkında detaylı bilgi Bölüm 3'te bulunmaktadır.

Deneyde kullanılan örnek düşük sıcaklık yalıtkan epoksi ile numune tutucuya yapıştırılıp bağlantı noktası oluşturulmuştur. Sonrasında kapalı devre kriyostat sistemi süperiletkenlik geçiş sıcaklığı değerinin altına soğutulmuştur. Bu örnek için geçiş sıcaklığı T_c: 9K'dır. T_c altına soğutulurken 30 Oe manyetik alan uygulanmış ve girdap yapılarının oluşması sağlanmıştır. Girdap görüntüleme deneyleri 2K'da düşük sıcaklık taramalı hall aygıtı mikroskobu (DS-THAM) ile gerçekleştirilmiştir.

Şekil 5.12'de FeSeTe'nin 2K'da 30Oe alan altında soğutulması sonucunda DS-THAM ile elde edilen görüntüsü ve çizgi profili verilmiştir. Süperiletken örnek 30Oe manyetik alan altında soğutulmuştur, örnek Meissner bölgesinde bulunduğundan uygulanan manyetik alan belli bölgelerde tuzaklanmıştır. Manyetik akının tuzaklandığı noktada birbirine zıt yönlü eşit büyüklükte manyetik akıya sahip iki girdap yapısı görüntülenmiştir. Bu girdaplar literatürde Girdap-Antigirdap çifti olarak adlandırılmaktadır. DS-THAM'de Hall aygıtı ile girdap bölgesinde 1,5 G manyetik akı ölçülmüştür, antigirdap bölgesinde -1,5 G manyetik akı ölçülmüştür.



Şekil 5.12 : FeSeTe Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu görüntüsü ve çizgi profili, 2K, 30 Oe, Girdap-Antigirdap yapısı görüntülenmiştir.

Şekil 5.13'te FeSeTe'de DS-THAM'ile görüntülenen Girdap-Antigirdap çiftinin farklı sıcaklıklardaki davranışları incelenmiştir, (a) 2K, (b) 20K, (c) tekrar 2K da alınan görüntülerdir. FeSeTe örneğinde T_c değeri 9K'dır. Bu örnekte 2K'da Girdap-Antigirdap çifti görüntülenebilmiştir, Sıcaklık T_c üzerine çıkarıldığında (20K'da) Girdap-Antigirdap çifti kaybolmaktadır, sıcaklık 2K'ya tekrar düşürüldüğünde Girdap-Antigirdap yapısı ilk konumundan farklı bir bölgede tekrar oluşmuştur.



Şekil 5.13 : FeSeTe DS-THAM görüntüleri, (a) 2K, (b) 20K, (c) tekrar 2K.

Bu tip Girdap-Antigirdap yapısı Moschalkov'un grubunda 2015'te araştırılmıştır [140], Nature'da yayınlanan çalışmada Pb süperiletkeninde Girdap-Antigirdap yapısı THAM ile görüntülenebilmiştir. Şekil 5.14'te Pb süperiletkeninde THAM ile alınan Girdap-Antigirdap yapısı görülmektedir.



Şekil 5.14 : (a) Girdap-Antigirdap üzerinden akan süperakım ve manyetik alan çizgilerinin şematiği, (b) Pb, girdap-antigirdap çifti THAM görüntüsü [140].

Girdap-Antigirdap çiftinin görüntülenmesinin ardından FeSeTe süperiletkeninde DS-THAM ile araştırmalara devam edilmiştir.

Şekil 5.15'te taramalı uç mikroskoplarında kullanılan 0° ve 90° açılarda yapılan tarama tekniğinde kantileverin izlediği ileri ve geri tarama yolunu gösteren şematik görülmektedir. DS-THAM ile yapılan ideal bir deneyde ileri ve geri taramada alınan veriler eşit olmalıdır. Bu sebeple verilerin doğruluğu açısından ileri ve geri taramada alınan görüntülerin aynı olmasına dikkat edilmektedir.

Bir diğer doğrulama tekniği tarama açısının değiştirilip tekrar taranmasıdır. Doğrulama amaçlı tarama açısı değiştirilerek örnek yüzeyi tekrar taranarak girdapların görüntülendiği konumlar takip edilmektedir. Bu sebeple FeSeTe örneğinde DS-THAM ile inceleme yapılırken 0° ve 90° açılarda kantilever yüzey üzerinde gezdirilerek tarama yapılmıştır.



Şekil 5.15 : Taramalı uç mikroskoplarında kullanılan (a)0° ve (b) 90° açılarda kantileverin izlediği yolu gösteren şematik.

Şekil 5.16'da FeSeTe süperiletken örneğinin DS-THAM ile alınan görüntüsü görülmektedir. Örnek T_c altına 0.58G manyetik alan altında soğutulmuştur ve 2K'da

görüntülenmiştir. Şekil 5.16'da Meissner bölgesinde tuzaklanan manyetik girdaplar görülmektedir. İleri ve geri tarama görüntüleri birbiriyle tutarlıdır. 0° ve 90° açılarda yapılan taramalarda THAM görüntüsünde görülen girdapların bulunduğu konumlar tarama açısının değişmesi ile farklı köşelerde görüntülenmiştir. Farklı açılarda tarama yöntemi alınan görüntünün doğruluğunu kanıtlamak için yapılan bir kontrol deneyidir.



Şekil 5.16 : FeSeTe örneği DS-THAM görüntüleri, 0.58G FC, 2K, 15x15µm², (a) 0° açıda ileri tarama, (b) 0° açıda geri tarama, (c) 0° tarama açısında girdap pozisyonları şematiği, (d) 90° açıda ileri tarama, (e) 90° açıda geri tarama, (c) 90° tarama açısında girdap pozisyonları şematiği.



Şekil 5.17 : FeSeTe DS-THAM görüntüleri, 0.058FC, (a)2K, (b)20K, 15x15µm².
Şekil 5.17'de FeSeTe örneğinin DS-THAM ile incelenmesinde girdap yapısının sıcaklıkla nasıl değiştiği incelenmiştir. Şekil 5.17'de 2K ve 20K'da alınan görüntüler

görülmektedir. 0.58G alan altında T_c altına soğutulan örnekte manyetik girdaplar tuzaklanmıştır. 2K'da girdap yapısı görüntülenmiştir. Sonrasında örnek sıcaklığı T_c üzerine (20 K'ya) çıktığında girdap yapısı kaybolmuştur.

5.1.2.1 DS-THAM tartışma-sonuçlar

FeSeTe örneğinde Meissner bölgesinde tuzaklanan manyetik girdap yapısının (vortex yapısı) DS-THAM tekniği ile incelenmesi sonucunda Girdap-Antigirdap çifti şeklinde girdap yapısı oluşumu gözlemlenmiştir.

FeSeTe'de yapılan diğer DS-THAM görüntülenmesi çalışmalarında manyetik girdap yapısı her deneyde düzenli olarak görüntülenebilmiştir. FeSe yapısına Te katkısı yapılarak oluşturulan FeSeTe yapısında Te katkısı sonucu oluşan kristal yapı kusurlarının girdap tutturma (vortex pinning) etkisi yaptığı düşünülmektedir. Bu tez kapsamında Bölüm 5.1.1'de yapılan diğer deneyler sonucunda ortorombik kristal yapısına sahip FeSe'de yapılan incelemelerde girdapların sürekli hareket halinde olduğu ve stabil bir girdap yapısı oluşturmadığı düşünülmektedir. FeSe'de karşılaşılan girdap görüntülemenin zorlukları FeSeTe örneğinde karşılaşılmamıştır. Girdap yapısı düzenli aralıklarla görüntülenebilmiştir. Geleneksel süperiletkenlik teorisi ile açıklanamayan FeSe ve FeSeTe süperiletkenlerinin durumu Geleneksel olmayan (unconventional) olarak literatürde açıklanmaktadır [57].

5.2 Tartışma ve Sonuçlar

Yukarıda detaylandırdığımız tüm sonuçlar göz önüne alındığında manyetik girdapların görüntülenebilmesi; titreşim masası, yüksek saflıkta süperiletken örnek, örnekten kontak alınması, çalışan MKM yayı, uygun soğutma sistemi, çalışan mikroskop ve elektronik ile deney yapmak için ideal şartların yakalanmasına bağlıdır. FeSe örneğinde MKM ile girdap görüntülemede karşılaşılan en büyük zorluklardan biri girdap yapısının sürekli hareket halinde olmasıdır.

Literatürdeki bulgular göz önüne alındığında FeAs bazlı demir pniktid süperiletkenler çokbantlı olup fiziksel özelliklerinin anizotropik olduğu genel kabul görmektedir. Bu bileşikler için Ginzburg-Landau parametresi K~100 [141,142] olarak hesaplanmıştır. Aynı ailenin yan kolu olan demir kalkojenlerden FeSe süperiletkeninin de benzer özelliklere sahip olduğu düşünülmektedir. Alt kritik manyetik alan $H_{c1} 10^{-2}$ Tesla (mT) civarında olduğu halde, üst kritik manyetik alan $H_{c2} 10^{1}$ Tesla düzeyindedir. Böyle büyük bir manyetik alan aralığında Abrikosov girdap örgüsünün yapısı çok geniş aralıkta değişmektedir. Yüksek manyetik alanlarda FeAs bazlı süperiletkenlerde girdapların ısısal dalgalanmaları önemli bir derecede artış göstermektedirler ve bu akı çizgilerinin yavaş yavaş kaymalarına neden olmaktadır [143]. Isısal dalgalanmaları karakterize eden Ginzburg parametresi Fe bazlı malzemeler için 10^{-2} - 10^{-3} civarındadır ki, bu da düşük sıcaklıktaki süperiletkenlerden (10^{-6} - 10^{-8}) çok farklı olarak dalgalanmaların bu malzemelerde çok baskın ve önemli olduğunu vurgulamaktadır. Böylece, girdapların ısısal dalgalanmaları Fe bazlı süperiletkenlerde Abrikosov girdaplarının pinning (perçinlenme) etkilerini azaltarak, H-T diyagramında dissipativ akım bölgesinin büyümesine neden olabilmektedir [144]. Isısal dalgalanmaların etkisinin diğer sonucu ise girdap örgüsünün belli bir manyetik alan değerinde -H_{m(T)} erime alanından büyük değerlerde erimesidir.

Tez çalışmasında yapılan deneysel çalışmalar sonucunda FeSe örneğinde girdap yapısının hareket ediyor olabileceği, MKM yayı'nın manyetik alanından etkilenip girdap kafes yapısındaki yerlerinden hareket ediyor olabileceği düşünülmektedir. Bu da MKM ile karakterizasyonunu zorlaştırmaktadır. Tüm bu etkilere rağmen FeSe örneğinde MKM tekniği ile girdap yapısı görüntülenebilmiştir. Elde edilen sonuçlardan girdapların girdap zincir yapısı oluşturduğu bulgulanmıştır. Literatür örneklerinde girdap zincirlerinin FeSe kristal yapısında bulunan ikiz düzlemleri hattında sıralanabildiği görülmüştür [136]. Tez çalışmasında elde edilen sonuçların da bu çalışmalardaki sonuçlara benzer olduğu düşünülmektedir. Ayrıca deney sonuçlarında bireysel girdaplar ikiz düzlemi dışında oluşabilmişlerdir.

Tez kapsamında incelenen bir diğer örnek olan FeSeTe örneği Düşük Sıcaklık Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu ile karakterize edilmiştir. Bu örnek üzerinde yapılan çalışmalarda Girdap-Antigirdap yapısı görüntülenebilmiştir. Girdap-Antigirdap yapısı birbirine simetrik fakat ters yönlerde manyetik alanlara sahip girdap yapısına verilen isimdir. Moshchalkov'un 2015'te Nature'da yayınladığı çalışmada Pb süperiletkeninde THAM ile girdap-antigirdap yapısı görüntülemesi yapılmıştır [140]. Tez kapsamında gerçekleştirilen deneylerin birinde benzer girdap-antigirdap yapısı incelenmiştir ve düzenli manyetik girdap yapısı bulgulanmıştır.



6. TOPOLOJİK YALITKAN Bi2Se3'TE SPİN-HALL ETKİSİNİN DS-MKM İLE İNCELENMESİ

Bu bölümde Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında Spin-Hall etkisinin düşük sıcaklık manyetik kuvvet mikroskobu ile incelenmesi çalışması yer almaktadır. Deney düzeneği, örnek hazırlama çalışmaları, yapılan incelemeler, tartışma ve sonuçlar sırası ile bu bölümde açıklanmaktadır.

6.1 Deney Düzeneği ve Örnek Hazırlama

Çalışmada ticari DS-MKM mikroskobu kullanılmıştır. Bi₂Se₃ topolojik yalıtkan numunesi Japonya'dan Prof. Kadowaki ile ortak yürütülen çalışma ile temin edilmiştir. Örnek hakkında detaylı literatür bilgisi Bölüm 3'te bulunmaktadır.

Örnek hazırlanırken öncelikle örnek 150µm kalınlığında bir cam üzerine yapıştırılmıştır. Daha sonra örnek altlık cam ile birlikte Focused Ion Beam (FIB) tekniği ile kesilerek hazırlanmıştır. FIB'de seçilen patern örnek yüzeyinden altlık cama kadar işlenmiş ve kesilmiştir. FIB'de işlenen patern aralarında 5µm'lik boşluk bulunan periyodik çubuk şeklindedir.

Şekil 6.1'de Bi₂Se₃ numunesi üzerinde FIB ile kesilmiş çubuk şeklindeki yapının SEM görüntüleri görülmektedir. Çubuk yapısı Spin-Hall etkisinin bireysel olarak inceleneceği tekil yapılar olarak hazırlanmıştır



Şekil 6.1 : Bi₂Se₃ SEM görüntüsü.

Örnek FIB'de paternlendikten sonra altındaki cam ile beraber taramalı uç mikroskopları için hazırlanmış örnek tutucuya düşük sıcaklığa dayanıklı epoksi ile yapıştırılmıştır. İletken özellikteki gümüş epoksi ile çubukların alt ve üst noktalarına gelecek şekilde 2 noktadan bağlantı noktası hazırlanmıştır. Deney esnasında 2 noktadan akım uygulanarak Spin-Hall etkisi incelenmiştir.

Şekil 6.2'deki deneylerde kullanılan Bi₂Se₃ numunesi görülmektedir. FBI'ile kesilen çubuk yapıları daire içinde gösterilmektedir.



Şekil 6.2 : Bi₂Se₃ örneği.

Şekil 6.3'te topolojik yalıtkanların karakteristik özelliğinden olan; uygulanan akımın izlediği yol ve spin polarizasyonunun nasıl oluştuğunun şematiği verilmiştir. Çubuk yapısının kenarları step edge olarak adlandırılmıştır. Step edgelerde aynı yönlü spine sahip elektronlar akım yönünde ilerlemektedirler. Aynı yönlü spine sahip elektronların oluşturduğu belli bir manyetik alan bulunmaktadır. Akımın yönü değiştiğinde spinlerin yönü değişeceğinden manyetik alanın yönü de değişmektedir.



Şekil 6.3 : Topolojik yalıtkanlarda uygulanan akımın izlediği yol ve spin polarizasyonu şematiği [119].

Bi₂Se₃ üzerinde paternlenen çubukların kenarları step edge olarak davranmaktadır. Bi₂Se₃ üzerinden akım geçirildiğinde karşıt step edge'lerde spin up ve spin down bölgeleri oluşmaktadır. Oluşan bu spin up ve spin down bölgelerinde elektronların spinlerinin oluşturduğu manyetik alanlar oluşmaktadır. Bu manyetik alanların manyetik kuvvet mikroskobu ile incelenebileceği düşünülmektedir.

Örnek hazırlama adımlarından sonra örnek kapalı devre kriyostat soğutma sistemi içerisinde 4K'ya soğutulmuştur. Örnek üzerinde bulunan iletken bağlantı noktaları kullanılarak 4K'da iki noktadan akım geçirilmiştir. Akım kaynağı olarak Keithley Akım üreteci kullanılmıştır. Üretilen akım örneğin bağlantı noktalarına giden kablolardan ampermetre ile ölçülmüştür. Şekil 6.4'te örnek üzerinden akım geçirilen düzenek görülmektedir.



Şekil 6.4 : Örnek yüzeyinden akım geçirilen düzenek.

MKM mikroskobunda tarama ucu rezonans frekansında titreştirilerek örnek yüzeyi ile temas ettirilmiştir. Sonrasında manyetik tarama ucu yüzeyden bir adım uzağa çekilerek örnekten akım geçirilmiştir. Topolojik iletken olan yüzeyden akım geçtiğinde elektronların topolojik sabitler sebebiyle yüzeyden geri saçılım yapmaması sonucunda spinleri eş yönlenmektedir. Eş yönlenen bu spinler Hall etkisi sebebiyle belli bir manyetik alan oluşturmaktadır ve tarama ucuna etkimektedir. MKM tarama ucu yüzeye çok yakın olduğu için yüzeyde oluşan manyetik alan Manyetik Kuvvet Mikroskobunun tarama ucunu etkilemektedir. Tarama ucunda faz kayması meydana gelmektedir. Şekil 6.5'te kontrol amaçlı olarak örnek yüzeyinden 60mA ve 40mA değerlerinde akım sırasıyla geçirilmiştir. Akım değerinin değişmesi ile örnekte oluşan spin polarizasyonun meydana getirdiği manyetik alanlar değişmektedir. Akım değerleri değiştirildiğinde MKM tarama ucunda rezonans frekansında faz kayması meydana gelmiştir. Şekil 6.5'te meydana gelen bu faz kayması osiloskop üzerinden ölçülebilmiştir. 60mA ve 40mA akım dönüşümlü olarak uygulanarak sinüzoidal bir eğri elde edilebilmiştir. Deney düzeneği bu şekilde optimize edildikten sonra Bi₂Se₃ numunesinde Spin-Hall etkisi DS-MKM mikroskobu ile incelenmiştir.



Şekil 6.5 : Bi₂Se₃ üzerinden 4K'da 60mA ve 40mA akım geçirildiğinde MKM tarama ucunun faz kayması osiloskop görüntüsü.

6.2 Bi₂Se₃-Spin Hall Etkisi DS-MKM Deneyi

Örnek üzerindeki paternli yapı MKM ile hizalanmıştır ve 300K ve 150K'da deneyler yapılmıştır. Bu esnada Şekil 6.4'teki akım geçirilen düzenek sayesinde örnek üzerinden +10mA ve -10mA akım geçirilmiştir ve eşzamanlı olarak manyetik kuvvet mikroskobu ile görüntü alınmıştır. Step edge bölgelerinde zıt spinli elektronların yoğunlaşması sonucu oluşan manyetik alanlar MKM iğnesi ile hassas olarak algılanabilmiştir.



Şekil 6.6 : Bi₂Se₃ MKM topografi görüntüsü ve çizgi profili (300K).

Şekil 6.6'da Bi₂Se₃ AKM topografi görüntüsü görülmektedir. 300K'da yarı değen modda alınan topografi görüntüsünde FIB ile paternlenen çubuk yapıları görülmektedir. Topografi görüntüsünde alınan çizgi profili grafiğinde pozisyonderinlik değeri verilmiştir. Bi₂Se₃'teki çubuksu yapıda yarıklar arası mesafe 5µm olarak ölçülmüştür. Yarıkların z yönündeki derinliği 1µm olarak ölçülmüştür. Yarıklar örneğin alt yüzüne kadar kesilmiştir.

Sonrasında Bi₂Se₃ örneğinde 300K'da MKM tekniği ile Spin-Hall etkisi incelenmiştir. Deney öncesinde ve sonrasında kullanılan kantileverin manyetik özellik gösterip göstermediği kontrol edilmiştir ve Spin-Hall etkisi deneyine başlanmıştır. Örnek üzerindeki her bir çubuk numunenin alt yüzeyine kadar FIB ile kesilmiştir. Bu yapıdaki kollar Spin-Hall etkisi incelemek için bireysel yapılar olarak hazırlanmıştır. Çubukların kenarları step edge olarak adlandırılmaktadır. Topolojik yalıtkanların karakteristik özelliklerinden dolayı örnek üzerinden akım geçirildiğinde spin-up yönlü elektronlar bir step edge'de hizalanırken spin-down yapılı elektronların karşıt step edge'de hizalanması beklenmektedir.

Geçirilen akımın yönü değiştirildiğinde spin up-down yönlerinde de değişme olmaktadır. Step edgelerden geçen elektronların hepsinin aynı yönde spininin olması sonucu o elektronun spininden kaynaklı bölgede belli bir manyetik alan oluşması beklenmektedir. Ve bu manyetik alan manyetik kuvvet mikroskobu ile ölçülebilmiştir.

Şekil 6.7'de 300K'da Bi₂Se₃'te DS-MKM ile eşzamanlı olarak kaydedilen topografi ve manyetik kuvvet mikroskobu görüntüsü görülmektedir. Görüntü alınırken eşzamanlı olarak örnek yüzeyine akım uygulanmış ve akımın yönü +10mA ve -10mA olarak belli bölgelerde değiştirilmiştir. MKM görüntüsünde uygulanan akımın yönünün değişmesinin etkisi incelenmeye çalışılmıştır.

Şekil 6.7(b)'deki MKM faz görüntüsünde çubuksu yapıdaki yüzeyin tam ortasında alınan yeşil çizgi profili referans çizgisi olarak alınmıştır. Kırmızı ve mavi çizgiler step kenarlarındaki spin up-down bölgelerini temsil etmektedir. Görüntü alınması esnasında örnek yüzeyine uygulanan akım+10mA ve -10mA olarak değiştirilerek spin polarizasyonları görüntü alınması esnasında değiştirilmiştir. MKM faz görüntüsündeki çizgi profili verilerinden pozisyona karşılık MKM kantileveri tarafından ölçülen manyetik faz değişimleri incelenmiştir. MKM faz değişimi verisinin spin polarizasyonu yönüne bağlı değişmesi beklenmektedir.



Şekil 6.7 : (a) Bi₂Se₃ (a) Topografi, (b) MKM faz görüntüsü, 300K, 0mA +10mA -10mA akım geçirildi, lift off: 100nm.

Şekil 6.8'deki grafikte Şekil 6.7(b)'deki MKM faz görüntüsünün çizgi profili bilgileri gösterilmektedir. Grafikte yeşil çizgi yarıkların orta bölgesi (referans çizgisi), kırmızı ve mavi çizgi yarıkların bitiş kısımlarını (spin up-spin down kısımlar) göstermektedir. Grafik MKM kantileverinin ölçtüğü manyetik faz değeri değişimini ve pozisyon verilerini göstermektedir. Grafikte MKM faz görüntüsünde +10mA ve -10mA bölgelerindeki yeşil çizgi ve kırmızı-mavi çizgilerdeki değişimler karşılaştırılmıştır.

Akım yönünün değişmesine göre spin up-down bölgelerindeki değişim çizgi profili grafiğinde karşılaştırmalı olarak verilmiştir. 0mA değerinde kırmızı ve mavi çizgiler benzer şekilde değişirken, +10mA ve -10mA değerlerinde kırmızı ve mavi çizgi profilleri zıt yönlerde seyretmektedir. Kırmızı ve mavi çizgi arasında 0.2°'lik bir manyetik faz farkı ölçülmüştür. Bu durum bu bölgelerde zıt yönlerde bir manyetik alanın oluştuğunun göstergesidir.



Şekil 6.8 : Şekil 6.7(b)'deki MKM görüntüsünün çizgi profili bilgileri.

Şekil 6.9'da 150K'da Bi₂Se₃'te DS-MKM ile eşzamanlı olarak kaydedilen (a) topografi, (b) manyetik faz görüntüsü ve (c) MKM faz kesiti ve alınan çizgi profilleri görülmektedir. Görüntü alınırken eşzamanlı olarak örnek yüzeyine akım uygulanmış ve akımın yönü 0mA ve +10mA olarak belli bölgelerde değiştirilmiştir. MKM görüntüsünde uygulanan akımın yönünün değişmesinin etkisi incelenmeye çalışılmıştır.



Şekil 6.9 : Bi₂Se₃ (a) Topografi, (b) MKM görüntüsü ve (c) MKM kesiti ve alınan çizgi profili, 150K, 0mA +10mA akım geçirildi, lift off: 100nm.

Şekil 6.10'daki grafikte Şekil 6.9(c)'deki MKM faz görüntüsünün çizgi profili bilgileri gösterilmektedir. Grafik MKM kantileverinin ölçtüğü manyetik faz değeri değişimini ve pozisyon verilerini göstermektedir. Grafikte MKM faz görüntüsünde 0mA ve +10mA bölgelerindeki yeşil çizgi ve kırmızı çizgideki değişimler karşılaştırılmıştır.

MKM görüntüsündeki çizgi profilinde yeşil çizgi referans çizgisini gösterirken Kırmızı çizgi step edgei temsil etmektedir. 0mA akım uygulandığında referans çizgisi ve step edge bölgesinde aynı şekilde MKM kuvveti ölçülmüştür. +10mA uygulandığında step kenarında 0.6°'lik bir manyetik faz farkı ölçülmüştür. Step edgede oluşan bu manyetik faz değişiminin spin polarizasyonu sonucu oluştuğu düşünülmektedir.



Şekil 6.10 : Şekil 6.9(c)'deki MKM görüntüsünün çizgi profili bilgileri, Bi₂Se₃, 150K, 0mA +10mA akım geçirildi.

6.3 Tartışma ve Sonuçlar

Bi₂Se₃ örneğinde 300K'da ve 150K'da MKM tekniği ile Spin-Hall etkisi incelenebildi. Deney öncesinde ve sonrasında kullanılan MKM tarama ucu olan manyetik kantileverin manyetik özellik gösterip göstermediği kontrol edildi ve Spin Hall Etkisi deneyine başlandı. Örnek üzerindeki her bir çubuk kolu Spin-Hall etkisinin incelenebileceği bireysel yapılar olarak tasarlanmıştır. Örnek üzerinden akım geçirildiğinde spin up yönlü elektronlar bir step edge'de hizalanırken spin down yapılı elektronların diğer step edge'de hizalanması beklenmektedir.

Geçirilen akımın yönü değiştirildiğinde spin up-down yönlerinde değişme gözlenmiştir. Step edgelerden geçen elektronların hepsinin aynı yönde spinin olması sonucu o bölgede belli bir manyetik alan oluşmuştur ve bu manyetik alan manyetik kuvvet mikroskobu ile algılanabilmiştir

300K'da +10mA ve -10mA değerlerinde akım uygulandığında MKM görüntüsünde 0.2°'lik bir manyetik faz farkı ölçülmüştür. 150K'da 0mA ve +10mA değerlerinde akım uygulandığında MKM görüntüsünde 0.6°'lik bir manyetik faz farkı ölçülmüştür. Bu durum bu bölgelerde zıt yönlerde bir manyetik alanın oluştuğunun göstergesidir. Bu da dolaylı olarak Spin-Hall etkisinin DS-MKM ile gösterilebildiğini düşündürmektedir. Daha önce DS-MKM tekniği ile Spin-Hall etkisinin incelendiği bir literatür çalışması bulunmamakla beraber magneto optik kerr mikroskobu ile veya FM elektrostatik kontak tekniği ile Bi2Se3'de Spin-Hall etkisinin incelendiği çalışmalar mevcuttur [122,126,129].

7. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Tez çalışmasında topolojik yalıtkanlar ve topolojik süperiletkenlerin manyetik özellikleri taramalı uç mikroskopları ile incelenmiştir.

Süperiletkenler geçiş sıcaklığı (T_c) değerinin altına soğutulduklarında elektriksel direnci sıfıra inen bir malzeme grubudur. Süperiletkenlerin karakteristik özelliği olarak T_c altında uygulanan manyetik alanı tamamen dışarlarlar. Bu duruma Meissner etkisi denir. Tip II süperiletkenlerin özel durumu olarak manyetik alan altında T_c altına soğutulduklarında manyetik alanın bir kısmını dışarlarlar bir kısmının ise bölgesel olarak belli noktalardan süperiletken içine nüfuz edip geçmesine izin verirler. Tip II süperiletkenlerde karışık bölgede manyetik alanın süperiletken içine nüfuz ettiği bu noktalarda manyetik akı girdaplar (vortex) oluşturarak karşı tarafa geçer. Bu manyetik girdaplar bazı durumlarda karakteristik bir patern oluşturarak hizalanırlar bu yapı Abrikosov girdap kafes yapısı olarak adlandırılmaktadır. Süperiletkenlerdeki girdap yapısı manyetik görüntüleme teknikleri ile incelenebilmektedir. Bu tez çalışmasında FeSe ve FeSeTe süperiletkenlerinin girdap yapıları Düşük Sıcaklık-Manyetik Kuvvet Mikroskobu (DS-MKM) ve Düşük Sıcaklık-Taramalı Hall Aygıtı Mikroskobu (DS-THAM) teknikleri ile incelenemiştir.

Tez çalışmasında incelenen süperiletkenler Tip II süperiletkenlerin alt kolu olan geleneksel olmayan (unconventional) süperiletkenler kategorisine giren, demir-esaslı süperiletkenlerden 11 grubu, demir-kalkojen (periyodik cetvelde 6A grubu) cinsi FeSe ve FeSeTe süperiletkenleridir. FeSe yapısında DS-MKM tekniği ile yapılan deneyler sonucunda Meissner bölgesinde manyetik girdapların girdap zincir yapısı şeklinde oluştuğu gözlemlenmiştir. Bu girdap zincir yapıları FeSe kristalindeki ikiz düzlemlerinde oluşmuş olabilirler. Ayrıca yapıda bireysel girdaplar da tespit edilmiştir. FeSeTe yapısında DS-THAM tekniği ile yapılan deneyler sonucunda girdap-antigirdap yapısı gözlemlenmiştir. +1,5G ve -1.5G eşit büyüklüklü zıt yönlü simetrik olarak konumlanmış manyetik girdap T_c değerinin üstünde kaybolmaktadır. T_c değerinin altına inildiğinde tekrar oluşmaktadır. FeSeTe süperiletkeninde DS-THAM ile yapılan deneylerde ayrıca girdap kafes yapısına benzer şekilde

konumlanmış manyetik girdaplar düzenli olarak görüntülenebilmiştir. Elde edilen sonuçlardan FeSe yapısına Te katkısı ile yapıda kristal kusurları oluşmuş olup girdap tutturma etkisi yapmış olabilir. Bu sayede FeSeTe yapısında daha düzenli girdap yapıları oluşmuş olabilir. Tüm bu sonuçlar demir-cinsi süperilerken ailesinin geleneksel olmayan (unconventional) süperiletkenlik durumunun bir sonucu olabilir ve Fe-tipi süperiletkenlik teorilerinin anlaşılmasına yardımcı olabilir. 11 tipinde kristal yapısına sahip FeSe kristali Fe-tipi süperiletkenlerin en basit kristal yapısına sahip üyesidir. Bu en temel yapıda gösterdiği süperiletkenlik sebebiyle bilim adamlarının ilgisini çekmektedir. Ve özelliklerinin anlaşılması Fe-tipi süperiletkenlerin teorilerinin anlaşılmasına katkıda bulunabilir.

Topolojik yalıtkanlar kütlesi yalıtkan olup yüzeyinde tek atom tabakası iletken kısıma sahip olan özel bir malzeme grubudur. Elektronların geri saçılım yapmaması özelliğinden dolayı en üstteki iletken tabakada sadece aynı yönlü spine sahip elektronların bulunması mümkündür. Bu malzeme grubundan akım geçirildiğinde spin-up veya spin-down yönlü elektronlar polarize olarak malzeme yüzeyinde bulunabilmektedir. Elektronların spin özelliklerinin araştırıldığı spintronik çalışmalarında polarize spine sahip elektronların doğal bir kaynağı olarak topolojik yalıtkanlar kullanılabilir. Fizikteki Hall etkisi prensibine dayanarak elektronların eksi yükü ve spin hareketi dolayısıyla her bir elektronun bireysel manyetik alanı bulunmaktadır. Elektronun sahip olduğu bu manyetik alan Spin-Hall etkisi olarak adlandırılmaktadır. Tez kapsamında Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanı üzerinde Düşük Sıcaklık Manyetik Kuvvet Mikroskobu (DS-MKM) ile yapılan çalışmalarda Spin-Hall etkisi 300K ve 150K sıcaklıklarında incelenmiştir.

Tez çalışmasında araştırılan Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanı FIB yöntemi ile çubuk şeklinde yapılar oluşturacak şekilde paternlenmiştir. Her bir çubuk Spin-Hall etkisinin araştırıldığı bireysel yapılar olarak hazırlanmıştır. Çubukların uç noktalarından +10mA ve -10mA akım geçirilerek spinlerin spin-up ve spin-down şeklinde polarize olmaları sağlanmıştır. Spin-Hall etkisinden dolayı oluşan manyetik alan DS-MKM sisteminde kullanılan manyetik sensör ile algılanabilmiştir. Manyetik sensör rezonans frekansında titreştirilerek yüzeye yaklaştırılmıştır. Yüzeyde spin polarizasyonu sebebiyle oluşan manyetik alan DS-MKM sensörünün rezonans frekansının kaymasına neden olmuştur. Uygulanan akım yönü tersine çevrildiğinde spin polarizasyonu da tersine çevrilmektedir, böylece DS-MKM sensörüne etkiyen manyetik alanın yönü de ters işaretli olmaktadır. DS-MKM ile Bi2Se3 yüzeyi taranırken uygulanan akım +10mA ve -10mA olarak değiştirilerek spin-up ve spindown yönlü elektronların etkisi manyetik sensörden incelenmiştir. Elde edilen manyetik faz haritasında spin polarizasyonunun olması gereken bölgelerde 300K'da 0.2°'lik bir faz farkı, 150K'da 0.6°'lik bir faz farkı ölçülmüştür. Spin polarizasyonu çalışmalarında manyetik veya elektrostatik kontak tekniği, kerr rotasyon mikroskobisi veya taramalı SQUID mikroskobisi yöntemleri ile düşük sıcaklıklarda Spin-Hall etkisi incelenebilmektedir. Ayrıca Spin-Hall etkisinin oda sıcaklığında araştırıldığı çalışmalar da mevcuttur. DS-MKM tekniği ile Spin-Hall etkisinin araştırıldığı bir çalışmaya literatürde henüz rastlanmamıştır. Tüm bu çalışmalar Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında Spin-Hall etkisinin oda sıcaklığında DS-MKM mikroskobisi tekniği ile dolaylı yollarla ortaya konulabileceği konusunda umut vaat edicidir. Tez çalışmasında yapılan deneyler sonucunda DS-MKM tekniği Spin-Hall etkisi incelemelerinde literatürde ilk defa kullanılmıştır. Bu sebeple Bi₂Se₃ topolojik yalıtkanında Spin-Hall etkisinin DS-MKM ile incelenmesi bu yöntemin spintronik araştırmalarında kullanımı açısından önemli bir örnek teşkil etmektedir.

Tez kapsamında yapılan tüm çalışmalar manyetik görüntüleme tekniklerinin çeşitli uygulama alanlarını göstermektedir. Yeni malzeme karakterizasyonlarında ve fiziksel teorilerin deneysel olarak gözlemlenmesinde taramalı uç mikroskopları tercih edilebilmektedir. Yapılan tez çalışması topolojik yalıtkanların ve topolojik süperiletkenlerin karakteristik manyetik özelliklerinin taramalı uç mikroskopları ile incelenmesi konusunda literatürde yer bulmaktadır. Elde edilen sonuçlar bahsedilen yeni nesil malzemelerin özelliklerinin anlaşılmasına yardımcı olabilecektir.



KAYNAKLAR

- [1] **Binnig, G., Rohrer, H., Gerber, C., & Weibel, E.** (1982). Surface studies by scanning tunneling microscopy. *Physical review letters*, 49(1), 57.
- [2] Binnig, G., Quate, C. F., & Gerber, C. (1986). Atomic force microscope. *Physical review letters*, 56(9), 930.
- [3] **Meindl, J. D.** (1995). Low power microelectronics: Retrospect and prospect. *Proceedings of the IEEE*, 83(4), 619-635.
- [4] Ethirajan, A., Wiedwald, U., Boyen, H. G., Kern, B., Han, L., Klimmer, A., ... & Cai, J. (2007). A Micellar Approach to Magnetic Ultrahigh-Density Data-Storage Media: Extending the Limits of Current Colloidal Methods. Advanced Materials, 19(3), 406-410.
- [5] Keimer, B., Kivelson, S. A., Norman, M. R., Uchida, S., & Zaanen, J. (2015). From quantum matter to high-temperature superconductivity in copper oxides. *Nature*, 518(7538), 179.
- [6] **Seidel, P. (Ed.).** (2015). Applied Superconductivity: Handbook on Devices and Applications. John Wiley & Sons.
- [7] Passeri, D., Angeloni, L., Reggente, M., & Rossi, M. (2017). Magnetic force microscopy. In Magnetic Characterization Techniques for Nanomaterials (pp. 209-259). Springer Berlin Heidelberg.
- [8] Qi, X. L., & Zhang, S. C. (2011). Topological insulators and superconductors. *Reviews of Modern Physics*, 83(4), 1057.
- [9] Enevoldsen, G. T. (2007). Scanning Probe Microscopy Studies of a Metal Oxide Surface - a detailed study of the TiO2 (110) surface. (PhD Thesis). University of Aarhus, Denmark.
- [10] Kalinin, S. V., & Gruverman, A. (2007). Scanning probe microscopy: electrical and electromechanical phenomena at the nanoscale (Vol. 1). Springer Science & Business Media.
- [11] Morita, S., Giessibl, F. J., Meyer, E., & Wiesendanger, R. (Eds.). (2015). Noncontact atomic force microscopy (Vol. 3). *Springer*.
- [12] Morris, V. J., Kirby, A. R., & Gunning, A. P. (2009). Atomic force microscopy for biologists. World Scientific.
- [13] Hess, H. F., Robinson, R. B., Dynes, R. C., Valles Jr, J. M., & Waszczak, J. V. (1989). Scanning-tunneling-microscope observation of the Abrikosov flux lattice and the density of states near and inside a fluxoid. *Physical review letters*, 62(2), 214.
- [14] Moser, A., Hug, H. J., Parashikov, I., Stiefel, B., Fritz, O., Thomas, H., ... & Chaudhari, P. (1995). Observation of single vortices condensed into a

vortex-glass phase by magnetic force microscopy. *Physical review letters*, 74(10), 1847.

- [15] Oral, A., Bending, S. J., Humphreys, R. G., & Henini, M. (1997). Microscopic measurement of penetration depth in thin films by scanning Hall probe microscopy. *Superconductor Science and Technology*, 10(1), 17.
- [16] Celik, U. (2017) Yüksek hızlı atomik kuvvet mikroskobu geliştirilmesi ve uygulamaları. (Doktora Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen bilimleri enstitüsü, Türkiye.
- [17] Binnig, G., & Rohrer, H. (1999). In touch with atoms. *Reviews of Modern Physics*, 71(2), S324.
- [18] Wittborn, J. (2000). Nanoscale studies of functional materials using scanning probe microscopy (Doctoral dissertation, Materialvetenskap). Sweden.
- [19] Neubauer, G., Cohen, S. R., McClelland, G. M., Horne, D., & Mate, C. M. (1990). Force microscopy with a bidirectional capacitance sensor. *Review of Scientific Instruments*, 61(9), 2296-2308.
- [20] Giessibl, F. J. (2000). Atomic resolution on Si (111)-(7×7) by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork. *Applied Physics Letters*, 76(11), 1470-1472.
- [21] Rugar, D., Mamin, H. J., & Guethner, P. (1989). Improved fiber-optic interferometer for atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 55(25), 2588-2590.
- [22] Giessibl, F. J., & Trafas, B. M. (1994). Piezoresistive cantilevers utilized for scanning tunneling and scanning force microscope in ultrahigh vacuum. *Review of scientific instruments*, 65(6), 1923-1929.
- [23] Giessibl, F. J., Gerber, C., & Binnig, G. (1991). A low-temperature atomic force/scanning tunneling microscope for ultrahigh vacuum. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena, 9(2), 984-988.
- [24] Meyer, G., & Amer, N. M. (1988). Novel optical approach to atomic force microscopy. *Applied physics letters*, 53(12), 1045-1047.
- [25] Alexander, S. L. O. J. V. P. K. M., Hellemans, L., Marti, O., Schneir, J., Elings, V., Hansma, P. K., ... & Gurley, J. (1989). An atomicresolution atomic-force microscope implemented using an optical lever. *Journal of Applied Physics*, 65(1), 164-167.
- [26] Giessibl, F. J. (1995). Atomic Force Microscopy-(7x7) Surface by Atomic Force Microscopy. Science, 267(5194), 68-71.
- [27] Zhong, Q., Inniss, D., Kjoller, K., & Elings, V. B. (1993). Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy. *Surface science*, 290(1-2), L688-L692.
- [28] Tamayo, J., & Garcia, R. (1996). Deformation, contact time, and phase contrast in tapping mode scanning force microscopy. *Langmuir*, 12(18), 4430-4435.

- [29] Cleveland, J. P., Anczykowski, B., Schmid, A. E., & Elings, V. B. (1998). Energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 72(20), 2613-2615.
- [30] Martin, Y., & Wickramasinghe, H. K. (1987). Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution. *Applied Physics Letters*, 50(20), 1455-1457.
- [31] Grütter, P., Meyer, E., Heinzelmann, H., Rosenthaler, L., Hidber, H. R., & Güntherodt, H. J. (1988). Application of atomic force microscopy to magnetic materials. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 6*(2), 279-282.
- [32] Grütter, P., Jung, T., Heinzelmann, H., Wadas, A., Meyer, E., Hidber, H. R.,
 & Güntherodt, H. J. (1990). 10-nm resolution by magnetic force microscopy on FeNdB. *Journal of Applied Physics*, 67(3), 1437-1441.
- [33] Mohammed, H. (2014). Development of nanoscale sensors for scanning Hall probe microscopy and investigations of novel vortex phases in highly anisotropic superconductors. Semicond. Sci. Technol. 29 (2014) 085007 (6pp) ed (Doctoral dissertation, University of Bath). England.
- [34] Geim, A. K., Bending, S. J., & Grigorieva, I. V. (1992). Asymmetric scattering and diffraction of two-dimensional electrons at quantized tubes of magnetic flux. *Physical review letters*, 69(15), 2252.
- [35] Bending, S. J., Von Klitzing, K., & Ploog, K. (1990). Weak localization in a distribution of magnetic flux tubes. *Physical review letters*, 65(8), 1060.
- [36] Bending, S. J., von Klitzing, K., & Ploog, K. (1990). Two-dimensional electron gas as a flux detector for a type-II superconducting film. *Physical Review B*, 42(16), 9859.
- [37] Brawner, D. A., & Ong, N. P. (1993). Scanning Hall microprobe measurements of magnetization profiles in YBa₂Cu₃O_{7-y} single crystals. *Journal of applied physics*, 73(8), 3890-3902.
- [38] Siegel, J., Witt, J., Venturi, N., & Field, S. (1995). Compact large-range cryogenic scanner. *Review of scientific instruments*, 66(3), 2520-2523.
- [39] Oral, A., Bending, S. J., & Henini, M. (1996). Scanning Hall probe microscopy of superconductors and magnetic materials. *Journal of Vacuum Science* & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena, 14(2), 1202-1205.
- [40] Oral, A., Bending, S. J., & Henini, M. (1996). Real-time scanning Hall probe microscopy. *Applied physics letters*, 69(9), 1324-1326.
- [41] Dede, M. (2008). Development of nano hall sensors for high resolution scanning hall probe microscopy (Doctoral dissertation, Bilkent University). Turkey.
- [42] Richardson, R. C., & Smith, E. N. (Eds.). (1988). Experimental techniques in condensed matter physics at low temperatures (pp. 108-109). Redwood City, CA: Addison-Wesley.
- [43]**Url-1**<https://lowtemperaturemeasurement.wordpress.com/2011/12/21/astandard-experimental-setup/>, Erişim: 28.09.2017

[44]Url-2<https://en.wikipedia.org/wiki/Cryostat>, Erişim: 20.03.2017

- [45] J. Wilks (1967). The Properties of Liquid and Solid Helium. Oxford: Clarendon Press. ISBN 0-19-851245-7. Wilks, p. 7
- [46]**Url-3**<http://www.cryomagnetics.com/wpcontent/uploads/2016/11/D810_1480D1_NBG.png>, Erişim: 28.09.2017
- [47] Kamerlingh Onnes, H. (1926). Commun. phys. Lab. Univ. Leiden 158. ; Versl. Kon. Akad. Amst, 35, 862.
- [48]**Url-4**<http://www.supraconductivite.fr/en/index.php?p=supra-resistance-supramore>, Erişim: 28.09.2017
- [49] Bednorz, J. G., Takashige, M., & Müller, K. A. (1987). Susceptibility measurements support high-T_c superconductivity in the Ba-La-Cu-O system. *EPL (Europhysics Letters)*, 3(3), 379.
- [50] Hook, J. R., & Hall, H. E. (1999). Çevirenler: Prof. Dr. Fevzi KÖKSAL, Prof. Dr. Mustafa Altunbaş, Prof. Dr. Muharrem Dinçer, Yrd. Doç. Dr. Engin Başaran, Katıhal Fiziği, Bölüm 10, syf. 278-281, Literatür Yayınları, İstanbul.
- [51] Gezici, S., (1992). Katıhal Fiziği, Bölüm 11, syf. 420-478, Teknik Üniversite Matbaası, İstanbul.
- [52] Ray, P. J. (2015) Structural investigation of La_{2-x}Sr_xCuO₄ (Doctoral dissertation), Niels Bohr Institute, Faculty of Science, University of Copenhagen. Copenhagen, Denmark.
- [53]**Url5**<http://www.yildiz.edu.tr/~oscg/AlanegitimindeBitirmeProjeleri/SUPERIL ETKENLIK.pdf>, Erişim: 28.09.2017
- [54]**Url-6**<http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/Solids/scond.html>, Erişim: 28.09.2017
- [55] Abrikosov, A. A. (1957). Magnetic properties of superconductors of the second group. *Sov. Phys.-JETP* (Engl. Transl.);(United States), 5(6).
- [56] Sonier, J. E. (2004). Investigations of the core structure of magnetic vortices in type-II superconductors using muon spin rotation. *Journal of Physics: Condensed Matter, 16*(40), S4499.
- [57] Waanders, S. (2011). *Iron Selenide Telluride: Thin Films and Devices* (Master's thesis, University of Twente). Netherlands.
- [58] Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y., & Akimitsu, J. (2001). The origin of multiple superconducting gaps in MgB 2. *Nature*, 410, 63-64.
- [59] Bednorz, J. G., & Müller, K. A. (1986). Possible highT_c superconductivity in the Ba-La-Cu-O system. Zeitschrift für Physik B Condensed Matter, 64(2), 189-193.
- [60] Jorgensen, J. D. (1991). Defects and superconductivity in the copper oxides. *Physics Today*, 44, 34-40.
- [61] Kamihara, Y., Hiramatsu, H., Hirano, M., Kawamura, R., Yanagi, H., Kamiya, T., & Hosono, H. (2006). Iron-based layered superconductor:

LaOFeP. Journal of the American Chemical Society, 128(31), 10012-10013.

- [62] Ozawa, T. C., & Kauzlarich, S. M. (2008). Chemistry of layered d-metal pnictide oxides and their potential as candidates for new superconductors. *Science and technology of advanced materials*, 9(3), 033003.
- [63] Hsu, F. C., Luo, J. Y., Yeh, K. W., Chen, T. K., Huang, T. W., Wu, P. M., ... & Wu, M. K. (2008). Superconductivity in the PbO-type structure α-FeSe. Proceedings of the National Academy of Sciences, 105(38), 14262-14264.
- [64] Oh, H., Moon, J., Shin, D. H., Choi, H. J., & Moon, C. Y. (2011). Brief Review on Iron-based Superconductors: are There Clues for Unconventional Superconductivity?. *Progress in Superconductivity*, 13(2), 65-84.
- [65] Johrendt, D. (2011). Structure-property relationships of iron arsenide superconductors. *Journal of Materials Chemistry*, 21(36), 13726-13736.
- [66] Abdel-Hafiez, M., Ge, J., Vasiliev, A. N., Chareev, D. A., Van de Vondel, J., Moshchalkov, V. V., & Silhanek, A. V. (2013). Temperature dependence of lower critical field H c 1 (t) shows nodeless superconductivity in FeSe. *Physical Review B*, 88(17), 174512.
- [67] Vinnikov, L. Y., Radaev, A. V., Veshchunov, I. S., Troshina, A. G., Liu, Y., Lin, C. T., & Boris, A. V. (2011). Vortex structure in FeTeSe single crystals. *JETP Letters*, 93(5), 287-289.
- [68] Fan, Q., Zhang, W. H., Liu, X., Yan, Y. J., Ren, M. Q., Peng, R., ... & Feng, D. L. (2015). Plain s-wave superconductivity in single-layer FeSe on SrTiO3 probed by scanning tunnelling microscopy. *Nature Physics*, 11(11), 946-952.
- [69] Klitzing, K. V., Dorda, G., & Pepper, M. (1980). New method for highaccuracy determination of the fine-structure constant based on quantized Hall resistance. *Physical Review Letters*, 45(6), 494.
- [70] Bernevig, B. A., Hughes, T. L., & Zhang, S. C. (2006). Quantum spin Hall effect and topological phase transition in HgTe quantum wells. *Science*, *314*(5806), 1757-1761.
- [71] Konig, M., Wiedemann, S., Brune, C., Roth, A., Buhmann, H., Molenkamp, L. W., ... & Zhang, S. C. (2007). Evidence for Spin-Chiral Edge Transport in HgTe Quantum Wells. *Science*, 318, 766.
- [72] Fu, L., & Kane, C. L. (2007). Topological insulators with inversion symmetry. *Physical Review B*, *76*(4), 045302.
- [73] Hsieh, D., Qian, D., Wray, L., Xia, Y., Hor, Y. S., Cava, R. J., & Hasan, M. Z. (2008). A topological Dirac insulator in a quantum spin Hall phase. *Nature*, 452(7190), 970-974.
- [74] Zhang, H., Liu, C. X., Qi, X. L., Dai, X., Fang, Z., & Zhang, S. C. (2009). Topological insulators in Bi₂Se₃, Bi₂Te₃ and Sb₂Te₃ with a single Dirac cone on the surface. *Nature physics*, 5(6), 438-442.

- [75] Xia, Y., Qian, D., Hsieh, D., Wray, L., Pal, A., Lin, H., ... & Hasan, M. Z. (2009). Observation of a large-gap topological-insulator class with a single Dirac cone on the surface. *Nature Physics*, 5(6), 398-402.
- [76] Chen, Y. L., Analytis, J. G., Chu, J. H., Liu, Z. K., Mo, S. K., Qi, X. L., ... & Zhang, S. C. (2009). Experimental realization of a three-dimensional topological insulator, Bi₂Te₃. *Science*, 325(5937), 178-181.
- [77] Kane, C. L., & Mele, E. J. (2005). Z 2 topological order and the quantum spin Hall effect. *Physical review letters*, 95(14), 146802.
- [78] Bernevig, B. A., & Zhang, S. C. (2006). Quantum spin Hall effect. *Physical Review Letters*, 96(10), 106802.
- [79] Moore, J. E., & Balents, L. (2007). Topological invariants of time-reversalinvariant band structures. *Physical Review B*, 75(12), 121306.
- [80] Qi, X. L., Hughes, T. L., & Zhang, S. C. (2008). Topological field theory of time-reversal invariant insulators. *Physical Review B*, 78(19), 195424.
- [81] Qi, X. L., & Zhang, S. C. (2010). The quantum spin Hall effect and topological insulators. *Physics Today*, 63(1), 33-38.
- [82] Ashcroft, N. W., & Mermin, N. D. (1976). Solid state physics; thomson learning, inc. Stamford, CT. USA.
- [83] Tsuei, C. C., & Kirtley, J. R. (2000). Pairing symmetry in cuprate superconductors. *Reviews of Modern Physics*, 72(4), 969.
- [84] Kane, C. L., & Mele, E. J. (2005). Quantum spin Hall effect in graphene. *Physical review letters*, 95(22), 226801.
- [85] Liu, C. C., Feng, W., & Yao, Y. (2011). Quantum spin Hall effect in silicene and two-dimensional germanium. *Physical review letters*, 107(7), 076802.
- [86] **Roy, R.** (2009). Topological phases and the quantum spin Hall effect in three dimensions. *Physical Review B*, 79(19), 195322.
- [87] Sheng, D. N., Weng, Z. Y., Sheng, L., & Haldane, F. D. M. (2006). Quantum spin-Hall effect and topologically invariant Chern numbers. *Physical review letters*, 97(3), 036808.
- [88] Pesin, D., & MacDonald, A. H. (2012). Spintronics and pseudospintronics in graphene and topological insulators. *Nature materials*, 11(5), 409-416.
- [89] King, P. D. C., Hatch, R. C., Bianchi, M., Ovsyannikov, R., Lupulescu, C., Landolt, G., ... & Rienks, E. D. L. (2011). Large tunable Rashba spin splitting of a two-dimensional electron gas in Bi₂Se₃. *Physical Review Letters*, 107(9), 096802.
- [90] **Kitaev, A. Y.** (2003). Fault-tolerant quantum computation by anyons. *Annals of Physics, 303*(1), 2-30.
- [91] Sarma, S. D., Freedman, M., & Nayak, C. (2005). Topologically protected qubits from a possible non-Abelian fractional quantum Hall state. *Physical review letters*, 94(16), 166802.
- [92] Fu, L., & Kane, C. L. (2008). Superconducting proximity effect and Majorana fermions at the surface of a topological insulator. *Physical review letters*, 100(9), 096407.

- [93] Fu, L., & Kane, C. L. (2009). Josephson current and noise at a superconductor/quantum-spin-Hall-insulator/superconductor junction. *Physical Review B*, 79(16), 161408.
- [94] Hasan, M. Z., & Kane, C. L. (2010). Colloquium: topological insulators. *Reviews of Modern Physics*, 82(4), 3045.
- [95] Hasan, M. Z., & Moore, J. E. (2011). Three-dimensional topological insulators. Annu. Rev. Condens. Matter Phys., 2(1), 55-78.
- [96] Schnyder, A. P., Ryu, S., Furusaki, A., & Ludwig, A. W. (2008). Classification of topological insulators and superconductors in three spatial dimensions. *Physical Review B*, 78(19), 195125.
- [97] Kitaev, A. (2009, May). Periodic table for topological insulators and superconductors. *In AIP Conference Proceedings* (Vol. 1134, No. 1, pp. 22-30). AIP.
- [98] **Moore, J. E.** (2010). The birth of topological insulators. *Nature*, *464*(7286), 194-198.
- [99] König, M., Buhmann, H., W. Molenkamp, L., Hughes, T., Liu, C. X., Qi, X. L., & Zhang, S. C. (2008). The quantum spin Hall effect: theory and experiment. *Journal of the Physical Society of Japan*, 77(3), 031007.
- [100] Cava, R. J., Ji, H., Fuccillo, M. K., Gibson, Q. D., & Hor, Y. S. (2013). Crystal structure and chemistry of topological insulators. *Journal of Materials Chemistry C*, 1(19), 3176-3189.
- [101] Ando, Y. (2013). Topological insulator materials. *Journal of the Physical Society of Japan*, 82(10), 102001.
- [102] Hsieh, D., Xia, Y., Qian, D., Wray, L., Dil, J. H., Meier, F., ... & Fedorov, A. V. (2009). A tunable topological insulator in the spin helical Dirac transport regime. *Nature*, 460(7259), 1101-1105.
- [103] Qu, D. X., Hor, Y. S., Xiong, J., Cava, R. J., & Ong, N. P. (2010). Quantum oscillations and Hall anomaly of surface states in the topological insulator Bi₂Te₃. *Science*, 329(5993), 821-824.
- [104] Analytis, J. G., McDonald, R. D., Riggs, S. C., Chu, J. H., Boebinger, G. S., & Fisher, I. R. (2010). Two-dimensional surface state in the quantum limit of a topological insulator. *Nature Physics*, 6(12), 960-964.
- [105] Taskin, A. A., & Ando, Y. (2009). Quantum oscillations in a topological insulator Bi_{1-x}Sb_x. *Physical Review B*, 80(8), 085303.
- [106] Hirahara, T., Bihlmayer, G., Sakamoto, Y., Yamada, M., Miyazaki, H., Kimura, S. I., ... & Hasegawa, S. (2011). Interfacing 2D and 3D topological insulators: Bi (111) bilayer on Bi₂Te₃. *Physical review letters*, 107(16), 166801.
- [107] Hsieh, D., Xia, Y., Wray, L., Qian, D., Pal, A., Dil, J. H., ... & Hor, Y. S. (2009). Observation of unconventional quantum spin textures in topological insulators. *Science*, 323(5916), 919-922.
- [108] Yu, R., Zhang, W., Zhang, H. J., Zhang, S. C., Dai, X., & Fang, Z. (2010). Quantized anomalous Hall effect in magnetic topological insulators. *Science*, 329(5987), 61-64.

- [109] Chang, C. Z., Zhang, J., Feng, X., Shen, J., Zhang, Z., Guo, M., ... & Ji, Z. Q. (2013). Experimental observation of the quantum anomalous Hall effect in a magnetic topological insulator. *Science*, 340(6129), 167-170.
- [110] Checkelsky, J. G., Ye, J., Onose, Y., Iwasa, Y., & Tokura, Y. (2012). Diracfermion-mediated ferromagnetism in a topological insulator. *Nature Physics*, 8(10), 729-733.
- [111] Thouless, D. J., Kohmoto, M., Nightingale, M. P., & Den Nijs, M. (1982). Quantized Hall conductance in a two-dimensional periodic potential. *Physical Review Letters*, 49(6), 405.
- [112] Xue, Q. K. (2011). Nanoelectronics: A topological twist for transistors. *Nature nanotechnology*, 6(4), 197-198.
- [113] Xiu, F., Meyer, N., Kou, X., He, L., Lang, M., Wang, Y., ... & Wang, K. L. (2012). Quantum capacitance in topological insulators. *Scientific reports*, 2, 669.
- [114] Url-7<https://anahtar.sanayi.gov.tr/tr/news/bilim-ve-kritik-teknolojilerde-yenidevrim/368>, Erişim: 28.09.2017
- [115] Roushan, P., Seo, J., Parker, C. V., Hor, Y. S., Hsieh, D., Qian, D., ... & Yazdani, A. (2009). Topological surface states protected from backscattering by chiral spin texture. *Nature*, 460(7259), 1106-1109.
- [116] Zhang, T., Cheng, P., Chen, X., Jia, J. F., Ma, X., He, K., ... & Xie, X. (2009). Experimental demonstration of topological surface states protected by time-reversal symmetry. *Physical Review Letters*, 103(26), 266803.
- [117] Alpichshev, Z., Analytis, J. G., Chu, J. H., Fisher, I. R., Chen, Y. L., Shen, Z. X., ... & Kapitulnik, A. (2010). STM imaging of electronic waves on the surface of Bi2Te3: topologically protected surface states and hexagonal warping effects. *Physical review letters*, 104(1), 016401.
- [118] Fang, L., & Kwok, W. K. (2014). Quantum phenomena in transport measurements of topological insulator nanostructures (Review Article). *Low Temperature Physics*, 40(4), 280-285.
- [119]**Url-8**<https://portail.polytechnique.edu/lsi/en/research/new-electronicstates/topological-insulators-synthesized-electrodeposition>, Erişim: 28.09.2017
- [120] de Vries, E. K., Kamerbeek, A. M., Koirala, N., Brahlek, M., Salehi, M., Oh, S., ... & Banerjee, T. (2016). Erratum: Towards the understanding of the origin of charge-current-induced spin voltage signals in the topological insulator Bi₂Se₃ [Phys. Rev. B 92, 201102 (R)(2015)]. *Physical Review B*, 93(15), 159907.
- [121] Vaklinova, K., Hoyer, A., Burghard, M., & Kern, K. (2016). Current-induced spin polarization in topological insulator–graphene heterostructures. *Nano letters*, 16(4), 2595-2602.
- [122] Wang, Y., Deorani, P., Banerjee, K., Koirala, N., Brahlek, M., Oh, S., & Yang, H. (2015). Topological surface states originated spin-orbit torques in Bi 2 Se 3. *Physical review letters*, 114(25), 257202.

- [123] Li, C. H., van't Erve, O. M. J., Robinson, J. T., Liu, Y., Li, L., & Jonker, B. T. (2014). Electrical detection of charge-current-induced spin polarization due to spin-momentum locking in Bi2Se3. *Nature nanotechnology*, 9(3), 218-224.
- [124] Li, C. H., van't Erve, O. M., Rajput, S., Li, L., & Jonker, B. T. (2016). Direct comparison of current-induced spin polarization in topological insulator Bi2Se3 and InAs Rashba states. *Nature communications*, 7, 13518.
- [125] Mellnik, A. R., Lee, J. S., Richardella, A., Grab, J. L., Mintun, P. J., Fischer, M. H., ... & Ralph, D. C. (2014). Spin-transfer torque generated by a topological insulator. *Nature*, 511, 449-451.
- [126] Dankert, A., Geurs, J., Kamalakar, M. V., Charpentier, S., & Dash, S. P. (2015). Room temperature electrical detection of spin polarized currents in topological insulators. *Nano letters*, 15(12), 7976-7981.
- [127] Deorani, P., Son, J., Banerjee, K., Koirala, N., Brahlek, M., Oh, S., & Yang, H. (2014). Observation of inverse spin Hall effect in bismuth selenide. *Physical Review B*, 90(9), 094403.
- [128] Nowack, K. C., Spantor, E. M., Baenninger, M., König, M., Kirtley, J. R., Kalisky, B., ... & Leubner, P. (2013). C. Brüne, H. Buhmann, LW Molenkamp, D. Goldhaber-Gordon, and KA Moler. *Nat. Mater*, *12*(787), 25.
- [129] Kato, Y. K., Myers, R. C., Gossard, A. C., & Awschalom, D. D. (2004). Observation of the spin Hall effect in semiconductors. *Science*, 306(5703), 1910-1913.
- [130] Sih, V., Awschalom, D. D., Gossard, A. C., Myers, R. C., Kato, Y. K., & Lau, W. H. (2005). Spatial imaging of the spin Hall effect and currentinduced polarization in two-dimensional electron gases. *Nature Phys.*, *1*(cond-mat/0506704), 31-35.
- [131]**Url-9**<https://www.nanomagnetics-inst.com/products/low-temp-scanningprobe-microscope/>, Erişim: 28.09.2017
- [132] Karcı, Ö. (2015). Design of A Self-Aligned, High Resolution, Low Temperature (30 Mk-300 K) Magnetic Force Microscope. (Doctoral dissertation), Hacettepe University, Turkey.
- [132]**Url-10**<https://www.nanomagnetics-inst.com/product/low-temperaturescanning-hall-probe-microscope/>, Erişim: 28.09.2017
- [133]**Url-11**<http://cryogenic.co.uk/products/high-field-cfms-10-18-tesla>, Erişim: 28.09.2017
- [134] Bolle, C. A., Gammel, P. L., Grier, D. G., Murray, C. A., Bishop, D. J., Mitzi, D. B., & Kapitulnik, A. (1991). Observation of a commensurate array of flux chains in tilted flux lattices in Bi-Sr-Ca-Cu-O single crystals. *Physical review letters*, 66(1), 112.
- [135] Grigorenko, A., Bending, S., Tamegai, T., Ooi, S., & Henini, M. (2001). A one-dimensional chain state of vortex matter. *Nature*, 414(6865), 728-731.

- [136] Hoffman, J. E., Song, C. L., Wang, Y. L., Jiang, Y. P., Wang, L., He, K., ... & Xue, Q. K. (2012). Suppression of Superconductivity by Twin Boundaries In FeSe. *Physical review letters*, 109(13), 137004.
- [137] Iavarone, M., Moore, S. A., Fedor, J., Novosad, V., Pearson, J. A., & Karapetrov, G. (2015). Influence of domain width on vortex nucleation in superconductor/ferromagnet hybrid structures. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 28(3), 1107-1110.
- [138] Hanaguri, T., Niitaka, S., Kuroki, K., & Takagi, H. (2010). Unconventional s-wave superconductivity in Fe (Se, Te). *Science*, *328*(5977), 474-476.
- [139] Song, C. L., Wang, Y. L., Cheng, P., Jiang, Y. P., Li, W., Zhang, T., ... & Hung, H. H. (2011). Direct observation of nodes and twofold symmetry in FeSe superconductor. *Science*, 332(6036), 1410-1413.
- [140] Ge, J. Y., Gutierrez, J., Gladilin, V. N., Devreese, J. T., & Moshchalkov, V.
 V. (2015). Bound vortex dipoles generated at pinning centres by Meissner current. *Nature communications*, 6.
- [141] Izyumov, Y., & Kurmaev, E. (2010). High-T_c Superconductors Based on FeAs Compounds (Vol. 143). Springer Science & Business Media.
- [142] Askerzade, I. (2012). Unconventional Superconductors Anisotropy and Multiband Effects. ISBN: 978-3-642-22651-9. Berlin: *Springer*, 2012.
- [143] **Shaulov, A.** (1996). Magnetic relaxation in high-temperature superconductors. *Reviews of Modern Physics, 68*(3).
- [144] Gurevich, A. (2011). Iron-based superconductors at high magnetic fields. *Reports on Progress in Physics*, 74(12), 124501.
- [145] Novoselov, K. S., Fal, V. I., Colombo, L., Gellert, P. R., Schwab, M. G., & Kim, K. (2012). A roadmap for graphene. *Nature*, 490(7419), 192-200.
- [146] Xia, F., Mueller, T., Lin, Y. M., Valdes-Garcia, A., & Avouris, P. (2009). Ultrafast graphene photodetector. *Nature nanotechnology*, 4(12), 839-843.
- [147] Bae, S., Kim, H., Lee, Y., Xu, X., Park, J. S., Zheng, Y., ... & Kim, Y. J. (2010). B. Ozyilmaz, J.-H. Ahn, BH Hong and S. Iijima. *Nat. Nanotechnol*, 5, 574.
- [148] Bae, S. H., Lee, Y., Sharma, B. K., Lee, H. J., Kim, J. H., & Ahn, J. H. (2013). Graphene-based transparent strain sensor. *Carbon*, *51*, 236-242.
- [149] Novoselov, K. S., Geim, A. K., Morozov, S. V., Jiang, D., Zhang, Y., Dubonos, S. V., ... & Firsov, A. A. (2004). Electric field effect in atomically thin carbon films. *Science*, 306(5696), 666-669.
- [150] Li, X., Cai, W., An, J., Kim, S., Nah, J., Yang, D., ... & Banerjee, S. K. (2009). Large-area synthesis of high-quality and uniform graphene films on copper foils. *Science*, 324(5932), 1312-1314.
- [151] Berger, C., Song, Z., Li, X., Wu, X., Brown, N., Naud, C., ... & Conrad, E. H. (2006). Electronic confinement and coherence in patterned epitaxial graphene. *Science*, *312*(5777), 1191-1196.
- [152] **Terasawa, T. O., & Saiki, K.** (2012). Growth of graphene on Cu by plasma enhanced chemical vapor deposition. *Carbon, 50*(3), 869-874.
- [153] Eda, G., Fanchini, G., & Chhowalla, M. (2008). Large-area ultrathin films of reduced graphene oxide as a transparent and flexible electronic material. *Nature nanotechnology*, 3(5), 270-274.
- [154] Wei, J., Zang, Z., Zhang, Y., Wang, M., Du, J., & Tang, X. (2017). Enhanced performance of light-controlled conductive switching in hybrid cuprous oxide/reduced graphene oxide (Cu 2 O/rGO) nanocomposites. *Optics Letters*, 42(5), 911-914.
- [155] Rummeli, M. H., Bachmatiuk, A., Scott, A., Borrnert, F., Warner, J. H., Hoffman, V., ... & Buchner, B. (2010). Direct low-temperature nanographene CVD synthesis over a dielectric insulator. ACS nano, 4(7), 4206-4210.
- [156] Chen, J., Wen, Y., Guo, Y., Wu, B., Huang, L., Xue, Y., ... & Liu, Y. (2011). Oxygen-aided synthesis of polycrystalline graphene on silicon dioxide substrates. *Journal of the American Chemical Society*, 133(44), 17548-17551.
- [157] Zhang, L., Shi, Z., Wang, Y., Yang, R., Shi, D., & Zhang, G. (2011). Catalystfree growth of nanographene films on various substrates. *Nano Research*, 4(3), 315-321.
- [158] Bi, H., Sun, S., Huang, F., Xie, X., & Jiang, M. (2012). Direct growth of fewlayer graphene films on SiO 2 substrates and their photovoltaic applications. *Journal of Materials Chemistry*, 22(2), 411-416.
- [159] Medina, H., Lin, Y. C., Jin, C., Lu, C. C., Yeh, C. H., Huang, K. P., ... & Chiu, P. W. (2012). Metal-Free Growth of Nanographene on Silicon Oxides for Transparent Conducting Applications. Advanced Functional Materials, 22(10), 2123-2128.
- [160] Fanton, M. A., Robinson, J. A., Puls, C., Liu, Y., Hollander, M. J., Weiland, B. E., ... & Stitt, J. (2011). Characterization of graphene films and transistors grown on sapphire by metal-free chemical vapor deposition. *Acs Nano*, 5(10), 8062-8069.
- [161] Song, H. J., Son, M., Park, C., Lim, H., Levendorf, M. P., Tsen, A. W., ... & Choi, H. C. (2012). Large scale metal-free synthesis of graphene on sapphire and transfer-free device fabrication. *Nanoscale*, 4(10), 3050-3054.
- [162] Chen, J., Guo, Y., Wen, Y., Huang, L., Xue, Y., Geng, D., ... & Liu, Y. (2013). Two-Stage Metal-Catalyst-Free Growth of High-Quality Polycrystalline Graphene Films on Silicon Nitride Substrates. Advanced Materials, 25(7), 992-997.
- [163] Deak, D. S., Silly, F., Porfyrakis, K., & Castell, M. R. (2006). Template ordered open-grid arrays of paired endohedral fullerenes. *Journal of the American Chemical Society*, 128(43), 13976-13977.
- [164] Cardona, M. (1965). Optical Properties and Band Structure of SrTi O 3 and BaTi O 3. *Physical Review*, 140(2A), A651.

- [165] Reyren, N., Thiel, S., Caviglia, A. D., Kourkoutis, L. F., Hammerl, G., Richter, C., ... & Gabay, M. (2007). Superconducting interfaces between insulating oxides. *Science*, 317(5842), 1196-1199.
- [166] Sun, J., Wu, C., Silly, F., Koós, A. A., Dillon, F., Grobert, N., & Castell, M. R. (2013). Controlled growth of Ni nanocrystals on SrTiO 3 and their application in the catalytic synthesis of carbon nanotubes. *Chemical Communications*, 49(36), 3748-3750.
- [167] Vlassiouk, I., Regmi, M., Fulvio, P., Dai, S., Datskos, P., Eres, G., & Smirnov, S. (2011). Role of hydrogen in chemical vapor deposition growth of large single-crystal graphene. ACS nano, 5(7), 6069-6076.
- [168] Tang, S., Ding, G., Xie, X., Chen, J., Wang, C., Ding, X., ... & Jiang, M. (2012). Nucleation and growth of single crystal graphene on hexagonal boron nitride. *Carbon*, 50(1), 329-331.
- [169] Chen, L., Wang, H., Tang, S., He, L., Wang, H. S., Wang, X., ... & Xie, X. (2017). Edge Control of Graphene Domains Grown on Hexagonal Boron Nitride. *Nanoscale*. http://dx.doi.org/10.1039/C7NR02578E.
- [170] Dutta, T., Pathak, S., Asbahi, M., Celik, K., Lee, J. M., Yang, P., ... & Hong, J. (2017). Non-destructive patterning of 10 nm magnetic island array by phase transformation with low-energy proton irradiation. *Applied Physics Letters*, 111(15), 152401.
- [171] Karamat, S., Çelik, K., & Oral, A. (2017). Growth of nano-graphene on SrTiO3 (110) substrates by chemical vapour deposition. *Materials Chemistry and Physics*, 200, 187-195.

ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad	: Kübra Çelik
Doğum Tarihi ve Yeri	: 1987-Kütahya
E-posta	: kubracelik@itu.edu.tr, kubracelikedu@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU:

- Lisans : 2008, YTÜ, Kimya Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü
- Yüksek lisans : 2011, İTÜ, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

DOKTORA TEZİNDEN TÜRETİLEN YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- Dutta, T., Pathak, S., Asbahi, M., Celik, K., Lee, J. M., Yang, P., ... & Hong, J. (2017). Non-destructive patterning of 10 nm magnetic island array by phase transformation with low-energy proton irradiation. *Applied Physics Letters*, *111*(15), 152401.
- Karamat, S., Çelik, K., & Oral, A. (2017). Growth of nano-graphene on SrTiO3 (110) substrates by chemical vapour deposition. *Materials Chemistry and Physics*, 200, 187-195.
- Celik, U., Kehribar, I., Celik, K., Özer, H. Ö., & Oral, A. (2016). Development of tip Scanning High Speed AFM operating at 1,000 Lines/s & 15μm. In APS Meeting Abstracts.

DİĞER YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- Celik, U., Celik, K., Aslan, H., Kehribar, I., Dede, M., Ozgur Ozer, H., & Oral, A. (2012, February). ezAFM: A low cost Atomic Force Microscope (AFM). In APS March Meeting Abstracts.
- Celik, K., Ergun, C., & Kizil, H. (2012). Characterization of Silver Doped Hydroxyapatite Prepared by EDTA Chelate Decomposition Method. MRS Online Proceedings Library Archive, 1418.

