

# SİLİKON NİTRAT (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) FİLMLERİN PLAZMA DESTEKLİ KİMYASAL BUHAR BİRİKTİRME (PECVD) YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE OPTİK KARAKTERİZASYONU

Emrah ODABAŞI

# YÜKSEK LİSANS TEZİ İLERİ TEKNOLOJİLER ANABİLİM DALI

GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Şubat 2015

Emrah ODABAŞI tarafından hazırlanan "SİLİKON NİTRAT (Sİ<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) FİLMLERİN PLAZMA DESTEKLİ KİMYASAL BUHAR BİRİKTİRME (PECVD) YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE OPTİK KARAKTERİZASYONU" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ ile Gazi Üniversitesi İleri Teknolojiler Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

#### Danışman: Prof. Dr. Elif ORHAN

Fizik Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Başkan : Prof. Dr. Yasemin ÖZTEKİN ÇİFTÇİ

Fizik Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Üye : Doç. Dr. Dilek VARIŞLI

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.

Tez Savunma Tarihi: 09/02/2015

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Yüksek Lisans Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

Prof. Dr. Şeref SAĞIROĞLU Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

.....

### ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmasında yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Emrah ODABAŞI 09/02/2015

# SİLİKON NİTRAT (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) FİLMLERİN PLAZMA DESTEKLİ KİMYASAL BUHAR BİRİKTİRME (PECVD) YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE OPTİK KARAKTERİZASYONU

(Yüksek Lisans Tezi)

#### Emrah ODABAŞI

# GAZİ ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ Şubat 2015

#### ÖZET

Bu tez çalışmasında, silikon nitrat (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) ince filmler, NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranı değiştirilerek silikon alttaş üzerine Plazma Destekli Buhar Depolama (PECVD) yöntemi ile üretildi ve optik karakterizasyonu yapıldı. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ince filmlerin üretimi için ana gazlar, silan (SiH<sub>4</sub>) ve amonyaktır. RF ise paralel plakalar arasında plazma ortamı oluşturmak için kullanılmaktadır. Bu çalışmada, sıcaklık (300°C), RF gücü (15W) ve basınç (1Torr) parametreleri sabit değerlerde tutularak NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranı değiştirildi. PECVD de büyütülmüş filmlerin kırılma indisleri, soğurma pikleri ve bant tipleri gibi optik özellikleri elipsometre ve Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) spektrometre kullanılarak karakterize edildi. Farklı NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranına göre Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ince filmlerin kırılma indisleri tayin edildi. Silikon nitrat ince filmlerin kırılma indislerinin 1,813-1,850 aralığında değiştiği, NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranı azaldıkça filmlerin kırılma indislerinin arttığı gözlemlendi. NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranı azaldıkça silikon nitrat filmlere ait Si-N soğurma piklerinde de artış gözlemlendi. Bu sonuçlar, üretilen Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> filmlerin optik dalgakılavuzu olarak optoelektronik uygulamalarda kullanılabileceğini göstermektedir.

Bilim Kodu: 201.1.094Anahtar Kelimeler: SiN ince film, PECVD, Elipsometre, ProfilometreSayfa Adedi: 37Danışman: Prof. Dr. Elif ORHAN

# FABRICATION AND CHARACTERIZATION OF SILICON NITRIDE (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) FILMS BY PLASMA ENHANCEMENT CHEMICAL VAPOR DEPOSITION (PECVD)

(M. Sc. Thesis)

#### Emrah ODABAŞI

### GAZİ UNIVERSITY

# GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

February 2015

#### ABSTRACT

Silicon nitride  $(Si_3N_4)$  thin films were deposited on silicon substrate by plasma enhanced chemical vapor deposition (PECVD) by changing NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> flow ratio in this thesis. Silane (SiH<sub>4</sub>) and ammonia (NH<sub>3</sub>) were used as precursors for silicon and nitrogen. RF was used to create plasma in parallel-plate configuration. In the present study, NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> flow ratio were varied during deposition while other parameters were maintained at constant value, temperature 300°C, RF power 15W, and chamber pressure 1Torr. For the optical features such as refractive index, absorption pikes, bond types in the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> thin films were characterized by using elipsometry and Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectrometer. The refractive indices for Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> thin films with different ammonia to silane flow rate ratio were measured by elipsometry. The refractive index increases as NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> flow ratio decreases. The FT-IR spectra exhibit typical peaks corresponding to silicon nitride thin films. It can also be observed that the Si-N peaks increase as the NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> flow ratio decrease by FT-IR spectra. This indicates that the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> thin films will be utilized as an optical waveguides for optoelectronics applications.

Science Code: 201.1.094Key Words: SiN thin film, PECVD, Elipsometer, ProfilometerPage Number: 37Supervisor: Prof. Dr. Elif ORHAN

### TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın gerçekleşmesinde beni yönlendiren, bilimsel katkılarını ve yardımlarını esirgemeyen danışman hocam sayın, Prof. Dr. Elif ORHAN'a, Bilkent Üniversitesi İleri Araştırma Laboratuvarı (İAL) nın direktörü Prof. Dr. Atilla Aydınlı'ya, ve Yüksek Lisans sürecimde desteğinden dolayı Sn. Feza SARAÇOĞLU'na en içten saygı ve teşekkürlerimi sunarım. Çalışmalarıma katkılarından dolayı Doktora öğrencisi F. Gonca Aras' a teşekkür ederim.

Gazi Üniversitesi 18/201-05 nolu BAP projesi kapsamında bu tez tamamlanmıştır. Verdiği destekten dolayı Gazi Üniversitesi'ne de teşekkür ederim.

# İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	ix
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	Х
SİMGELER VE KISALTMALAR	xi
1. GİRİŞ	1
2. İNCE FİLM BÜYÜTME METOTLARI	3
2.1. Düşük Basınçlı Kimyasal Buhar Biriktirme Metodu	4
2.2. Atmosfer Basınçlı Kimyasal Buhar Biriktirme Metodu	6
2.3. Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme Metodu	7
2.4. Püskürtme (Sputtering)	10
3. SİLİKON NİTRAT	13
3.1. Uygulamalar	14
4. ANALİZ METOTLARI	15
4.1. Elipsometri	15
4.2. Profilometri	17
5. DENEYSEL SET-UP, A: BÜYÜTME	21
5.1. Deneysel Matris	21
6. DENEYSEL SET-UP, B: ANALİZ	25
7. SONUÇ VE ÖNERİLER	33

## Sayfa

KAYNAKLAR	35
ÖZGEÇMİŞ	37

# ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge Sa	iyfa
Çizelge 5.1. Alttaş temizlik aşamaları	23
Çizelge 5.2. SiN ince filmlerin büyütülmesinde kullanılan parametreler	23
Çizelge 6.1. SiN ince filmlerin elipsometre sonuçları	25
Çizelge 6.2. SiN ince filmlere ait karakteristik soğurma pikleri	27
Çizelge 6.3. SiN ince filmlerin SiH $_4$ / NH $_3$ akış oranına göre stres değerleri	31
Çizelge 6.4. Büyütme parametrelerinin değişimine göre analiz sonuçlarının irdelenmesi	32

# ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. LPCVD sistemi	. 4
Şekil 2.2. Atmosfer basınçlı CVD reaktörü	. 6
Şekil 2.3. Paralel plaka plazma reaktörü	. 7
Şekil 2.4. Paralel plaka PECVD sistemi	. 8
Şekil 2.5. PECVD sistemleri	. 8
Şekil 2.6. Fiziksel püskürtme işlemi	. 10
Şekil 2.7. Dc püskürtme sistemi	. 11
Şekil 4.1. Elipsometrik deney geometrisi	. 15
Şekil 4.2a. Çekme gerilmesi	. 18
Şekil 4.2b. Basınç gerilmesi	. 18
Şekil 5.1. Plasmalab - PECVD	. 21
Şekil 6.1. Kırılma indisinin $NH_3$ miktarıyla değişimi	. 26
Şekil 6.2. Kırılma indisinin SiH <sub>4</sub> / NH <sub>3</sub> oranıyla değişimi	. 26
Şekil 6.3. SiN ince filmlerin FT-IR Spektrumları	. 27
Şekil 6.4. Si-N gerilme pikleri	. 28
Şekil 6.5. Si-N gerilme pik konumundaki kayma	. 28
Şekil 6.6. Si alttaşın eğriliği	. 29
Şekil 6.7. Stresin NH <sub>3</sub> akış hızına göre değişimi	. 30
Şekil 6.8. Stresin kırılma indisine göre değişimi	. 31

### SİMGELER VE KISALTMALAR

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

Simgeler	Açıklamalar
mTorr	Militorr
Ω	Ohm
GPa	Giga Pascal
MV	Mega Volt
Rp	Fresnel yansıma sabiti paralel bileşeni
Rs	Fresnel yansıma sabiti dik bileşeni
$\partial_{\mathbf{p}}$	Fresnel yansıma sabiti fazı
$\partial_{\mathrm{s}}$	Fresnel yansıma sabiti fazı
ψ	Elipsometrik açı
Δ	Elipsometrik açı
Ä	Faz farkı
σ	Stres
ts	Alttaş kalınlığı
tf	Film kalınlığı
R	Eğrilik çapı
E	Alttaş için Young™ Modülü
ν	Poisson <sup>TM</sup> orani
<b>m</b> <sup>3</sup>	Metrküp
cm	Santimetre
nm	Nanometre
n	Kırılma indisi
hz	Hertz
λ	Dalga boyu
μm	Mikrometre
sccm	Akış birimi (Standard cubic centimeters per minute)

Kısaltmalar	Açıklamalar
PVD	Physical vapor deposition
CVD	Chemical vapor deposition
MEMS	Mikro elektro-mekanik sistem
PECVD	Plasma enhanced chemical vapor deposition
SiN	Silikon nitrat
IAL	İleri araştırma laboratuarı
W	Tungsten
LPCVD	Low pressure chemical vapor deposition
APCVD	Atmospheric chemical vapor deposition
RF	Radio frequency
VLSI	Very large scale integration
ICP	Inductively coupled plasma
SPM	Scanning probe microscopy
AFM	Atomic force microscopy
RMS	Root mean square

## 1. GİRİŞ

Son yıllarda, elektronik iletişim endüstrisinde çok sayıda önemli gelişmeler meydana gelmiştir. Bu önemli gelişmeler, ince filmlerin yapısal, elektriksel ve optik özelliklerinin araştırılmasına, endüstri, bilim ve teknolojik uygulamalarda kullanımına yol açmıştır.

Silikon nitrat (SiN), yariletken ve mikro-elektro-mekanik sistemlerde (MEMS) çeşitli uygulamalar için önemli yapısal ve elektronik malzemelerdir. Özellikle SiN filmler, tümleşik devrelerde pasivizasyon, aşındırma maskesi, optik cihazlarda dielektrik malzeme olarak kullanılan tipik yapısal malzemedir [1-3]. Bazı araştırmacılar, PECVD yöntemi ile SiN filmlerin içinde silikon ve germanyum kuantum noktalar büyütmüşlerdir [4-5]. Wu ve arkadaşları, PECVD ile büyütülen SiN filmlerin hızla tavlama sonrası mekanik özelliklerini araştırmışlardır [6]. Bir diğer araştırmacı, PECVD ile büyütülen SiN filmlerin kimyasal yapıları üzerine ısıl işlemin etkisini araştırmışlardır [7]. Asinocsky ve arkadaşları, PECVD SiN filmlerin elipsometre ile optik özelliklerini karakterize etmişlerdir [8]. Stokiyometrik olmayan SiN filmlerin optik karakterizasyonu da Necas ve arkadaşları [9] tarafından yapılmıştır. Liu ve arkadaşları, silikon güneş pillerinde kullanılmak üzere pasivizasyon tabakası olarak PECVD ile SiN filmler büyütmüşlerdir [10]. Kumar ve arkadaşları, SiN kullanarak güneş pillerinin verimliliğini artırmaya yönelik çalışmalar yapmışlar ve 577 nm'de fotolümünesans gözlemlemişlerdir [12]. Jianqiang ve arkadaşları, PECVD ile büyütülmüş silikonca zengin SiN filmlerin termal iletkenliklerini ölçmek için kararlı hal ölçüm metodu geliştirmişler. Literatürle karşılaştırıldığında, termal iletkenlik için daha büyük değerler elde etmelerine rağmen üretilen SiN filmlerin, termal sensörlerde kullanılabileceğini göstermişlerdir [13].

Mikroelektronik cihazların üretim aşaması, çeşitli malzemelerin silikon alttaş yüzeyi üzerine büyütülmesi ile ilgili bir kaç adımdan oluşmaktadır. Metaller, amorf silikon ve polisilikon, veya silikon dioksit ve silikon nitrat gibi dilektrik malzemeler bu malzemelere örnek olarak verilebilir. Bu filmlerin depozizasyonu için kullanılan metotları iki gruba ayırabiliriz; Fiziksel Buhar Depolama (Physical Vapor Deposition – PVD) ve Kimyasal Buhar Depolama (Chemical Vapor Deposition – CVD). İlk gruba ait 2 metot, kimyasal reaksiyon içermeyen buharlaştırma ve püskürtme işlemidir. Buharlaştırma işleminde, ısıtma yolu ile büyütülecek malzeme buharlaştırılır. Püskürtme işleminde ise enerjik iyon bombardımanı ile malzeme büyütülür.

işlemi için kullanılır. Yarıiletken veya yalıtkan film depolama için ise ikinci grup metotlar kullanılır ve bunlar kimyasal reaksiyon içeren metotlardır. Buharlaştırma ve püskürtme işlemleri düşük basınçta çalışan vakum sistemlerine ihtiyaç duyarken, CVD metodu ya alçak basınç ya da atmosferik basınçta gerçekleştirilebilir. Ayrıca düşük sıcaklıkta depolamaya imkân veren alternatif enerji kaynakları (plazma veya kimyasal reaksiyonları sürdürmek için optik uyarma) da kullanılabilir [14].

Bu tez çalışması, silikon nitrat (SiN) filmlerin, NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranı değiştirilerek silikon alttaş üzerine Plazma Destekli Buhar Depolama (PECVD) yöntemi üretilmesi ve optik karakterizasyonu üzerine temellenmektedir.

# 2. İNCE FİLM BÜYÜTME METOTLARI

Giriş bölümünde değinildiği gibi, Kimyasal Buhar Depolama (kısaca CVD), ince film üretimi için kullanılan bir tekniktir. Polisilikon, amorf silikon, silikon nitrat veya silikon dioksit gibi malzemelerin depolaması için kullanılır. Dielektrik malzemelerin yanısıra, CVD, tungsten (W) gibi farklı metallerin depolanması için de kullanılır. CVD ile bu farklı malzemelerin depolanmasındaki ortak faktör, kaplamaların konformal olması ve çok sayıda alttaşın aynı anda kaplanabilmesidir [15]. Bu metot, termal ayrışma ve/veya gaz bileşiklerin reaksiyonu üzerine kurulmuş olup, arzu edilen malzeme gaz fazından direkt olarak alttaşın yüzeyinin üstüne depolanmaktadır. CVD' nin gaz molekülleri için oldukça küçük bir serbest yol sağlayacak şekilde yeterince yüksek basınçta ve yüksek sıcaklıkta kullanılabiliyor oluşu avantajlarından bazılarıdır.

İnce film depolamada kullanılan en yaygın CVD yöntemleri Bölüm 2'deki sunulmuştur. Bölüm 2.1'de "Düşük Basınçlı Kimyasal Buhar Biriktirme Metodu (Low Pressure Chemical Vapor Deposition-LPCVD)", Bölüm 2.2'de "Atmosferik Basınçlı Kimyasal Buhar Biriktirme Metodu (Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition-APCVD)", ve Bölüm 2.3'de "Plazma Destekli Kimyasal Buhar Depolama Metodu (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition-PECVD)" açıklanmıştır. Bu farklı depolama metotları arasında seçim yaparken, göz önünde bulundurulması gereken bazı hususlar; alttaş sıcaklığı, depolama hızı, filmin homojenliği, morfolojisi, elektrik ve mekanik özellikleri ve filmlerin kimyasal kompozisyonudur.

#### 2.1. Düşük Basınçlı Kimyasal Buhar Biriktirme Metodu (LPCVD)

LPCVD için çeşitli sistem geometrileri kullanılmaktadır. Bu sistemler iki farklı kategoriye ayrılabilir; sıcak ve soğuk duvar sistemleri. Sıcak duvar sistemleri homojen sıcaklık dağılımları ve indirgenmiş konveksiyon etkilerine sahiptir. Soğuk duvar sistemleri ise duvarlarda depolamayı azaltır. Burada biriken katmanlar (birikim), depozisasyon türlerinin tükenmesine ve parçacıkların oluşumuna yol açabilir ki bu duvarların pul pul soyulmasına ve alttaşların üzerine düşebilmesine sebep olur. Ayrıca duvarlardaki birikim hafıza etkisine, yani daha önceden duvarlarda depolanmış malzemenin alttaş üzerine depolanmasına yol açar. Bu nedenle, sıcak duvar reaktörleri özel filmlerin büyütülmesi için kullanılmalıdır.

Şekil 2.1.' de bir sıcak duvar LPCVD sistemi gösterilmiştir. Bu sistem yaygın olarak polisilikon, silikon dioksit ve silikon nitrat depolama için kullanılmaktadır. Bu örnekte, reaktif gazlar, tüpün bir ucundan sisteme girer ve diğer uca pompalanır.



Şekil 2.1. LPCVD sistemi [16]

Sıcaklık aralığı 300 °C ile 1150 °C [16] arasındadır. Tipik değerler ise 700 °C ve 800 °C [17] dir. Örnek tipik bir depolama hızı 10 nm/dk civarındadır. Bu hız, APCVD (Bölüm 2.2'de bahsedilecek yöntem) nin 100 nm/dk değerine göre oldukça düşük bir değerdir. LPCVD nin avantajı, birkaç yüz alttaş tek bir sürümde işlenebilir ve mükemmel homojenlik elde edilir. Sıcak duvar sistemlerinin dezavantajı, parçacık sorunu ile ilgili problemleri minimize etmek için tüp periyodik olarak temizlenmeli veya değiştirilmelidir. Çünkü depolanmış film aynı anda tüpün içini de kaplar [14].

Yatay LPCVD sistemleri, genel olarak 3-4 tüplük kümeler halinde oluşturulur. Gazlar tüpün arkasında kitlesel akış ekipmanları ile kontrol edilir ve firinin ön tarafına

5

yönlendirilir. Tüpün önündeki halkadan enjekte edilir, ya da gazlar tüpe bağlanır, fırının uzunluğu boyunca ilerler ve homojen bir şekilde alttaşlar boyunca enjekte edilir. Çoğu üretim sistemi, yumuşak iniş yükleyicileri veya manivelalara sahiptir. Bunun yükleme/boşaltma sırasında parçacık formasyonunu ve pullanmayı minimize edeceği umulur.

Yükleme bittiği zaman, firin kapatılır. Sonra tüpe  $N_2$  gibi bir inert gaz gönderilir ve vakum ortamına pompalanır. Eğer firin, henüz depolama sıcaklığında beklemede değilse, önce bu sıcaklığa ulaştırılır ve sonra depolama gazları açılır. Depolama, öngörülmüş bir süre boyunca devam eder ve sonra firina tekrar  $N_2$  püskürtülür. Basınç, atmosferik seviyeye gelince alttaşlar çıkarılır.

LPCVD alanındaki son gelişme dikey fırınların ortaya çıkışıdır. Bu sistemlerde, alttaşlar yerçekimi ile tutulur. Bu standart tüplere göre daha avantajlıdır, çünkü reaktördeki alttaş ile alttaş aralığı daha homojendir. Ayrıca konvektif etkiler alttaş boyunca daha düzgün dağılır. Son olarak çok önemli bir avantajı vardır ki bu da azalmış parçacık sayısıdır. Bununla birlikte, ticari LPCVD sistemleri ile karşılaştırılınca, bu dikey odaların dezavantajı daha yüksek maliyetli oluşudur [14].

#### 2.2. Atmosfer Basınçlı Kimyasal Buhar Biriktirme Metodu (APCVD)

APCVD, yüksek reaksiyon hızı ve kolaylığı ile özellikle dielektriklerin depolanması için kullanılan bir CVD sistemidir. 100 nm/dk lik yüksek depolama hızı sebebiyle, günümüzde kalın dielektrik malzemelerin depolanması için kullanılan en yaygın metottur. LPCVD sistemleri, ince filmler için daha homojen bir yapı elde edilmesini sağladığından tercih edilir [18].

Şekil 2.2. basit APCVD reaktörünü göstermektedir. Bu tip reaktörler, entegre devre işlemlerinde son adımlardan biri olarak kullanılan silikon dioksit pasivasyon tabakasının depolanmasında sık sık kullanılır. Reaktif gazlar reaktörün orta bölümü boyunca akar, ve sonda nitrojen bölmeler tarafından hapsedilir. Bu tip reaktörün dezavantajı, yüksek gaz akış hızı gerektirir. Sıcaklıklar, 240 °C ile 450 °C arasında değişir [14].



Şekil 2.2. Atmosfer basınçlı CVD reaktörü [16]

APCVD nin önemli bir dezavantajı düşük homojenite ve parçacık oluşumudur [14]. Bu durum, özellikle bu tür bir reaktör için bir problemdir. Yeterli miktar N<sub>2</sub> veya başka inert gaz eklemek, gaz fazında parçacık oluşumunu kontrol edebilir. Bu parçacıkların büyütme hızı düşük olsa bile, belli sayıda alttaştan sonra parçacıklar pullanıp alttaş yüzeyi üzerine düşecek kadar büyük olur. Bu problemi gidermek için, duş başlığı parçalara ayrılır, böylece reaktif gazlar odaya enjekte edilinceye kadar birbirlerinden ayrılır.

#### 2.3. Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme Metodu (PECVD)

Kimyasal buhar depolama plazma reaktöründe de gerçekleşebilir. Plazma oluşumundan dolayı, reaksiyon tipik olarak 250 °C ile 400 °C [19] arası düşük sıcaklıklarda gerçekleşebilir. Bu, plazmanın gaz ve/veya absorbe edilmiş moleküller için alternatif enerji kaynağı olmasından dolayıdır. Plazma, molekülleri kırmak ve reaksiyon kimyasını sürdürmek için yüksek sıcaklık yerine kullanılan kısmen iyonize bir gazdır. Ayrıca iyonları oluşturmak ve ivmelendirmek için de kullanılabilir.

Şekil 2.3. basit paralel plaka plazma reaktörünü göstermektedir. İki paralel plaka bir vakum sistemi içerir ve bir yüksek voltaj kaynağı, bir de kaynağına vakum güç besleme bloğu üzerinden bağlıdır.



Şekil 2.3. Paralel plaka plazma reaktörü [18]

Plazma prosesi için tipik basınç 1Torr dur. Yüksek voltaj kaynağı, plazmayı başlatmak için devreye anlık olarak bağlanır. Bir veya birden fazla elektrot üzerindeki malzeme yalıtıldığında, iletken gaz tarafından oluşturulan elektrik alan azaltılacaktır. Bu durum yalıtkan malzemenin yüzeyindeki yük birikimi nedeniyledir ve alanın azalması plazmanın eninde sonunda sönmesine yol açar. Bu problemi çözmek için, plazma bir ac sinyali ile sürülebilir. Kaynaklar radyo frekans (RF) aralığındadır, dolayısıyla buna RF plazma sistemi de denir [18].

Şekil 2.4.'te, paralel plaka PECVD sistemi görülebilir. Bu sistemde alttaşlar alt elektrot olarak plazmanın oluşturulmasına hizmet etmek için topraklanmış alüminyum plaka üzerinde bulunurlar. Alttaşlar, yüksek yoğunluklu lambalar veya rezistanslı ısıtıcılar

kullanılarak 400 °C a kadar ısıtılabilir. İkinci alüminyum plaka, alttaşın yüzeyine oldukça yakın yerleştirilir ve üst elektrot olarak işlev görür.



Şekil 2.4. Paralel plaka PECVD sistemi [16]

Gazlar, sistem dışından içeri girer, alttaşlar boyunca radyal bir biçimde akar ve ortadaki egzoz üzerinden pompalanır. Alttaşlar elle yüklenmelidir ve sistem kapasitesi limitlidir. VLSI (Very Large Scale Integration / Büyük Ölçekli Entegrasyon) söz konusu olunca da büyük bir problem açığa çıkar, parçacıklar üst plakadan alttaşlar üzerine düşebilir. Aynı anda büyük miktarlarda alttaşı işlemek için, daha çok Bölüm 2.1' deki LPCVD gibi 3 bölümlü fırın tüpü kullanılması daha iyi olur. Bu tip bir fırın Şekil 2.5.'te gösterilmiştir. Özel bir elektrot montajı alttaşları gaz akışına paralel tutar [14].



Şekil 2.5. PECVD sistemi [16]

Düşük depolama sıcaklığının LPCVD den avantajlı olmasının yanında, göz önünde bulundurulması gereken bir diğer nokta ise; PECVD, silikon nitrat filmlerde sıkça karşılaşılan yüksek stresin azaltılması için özel bir metottur. Plazma depolamada, filmlerin yoğunlaştırılması için iyon bombardımanı kullanılabilir ki bu filmlerin daha sıkıştırılmış, ve bu nedenle daha düşük gerilme stresine sahip olmalarını sağlar [19] (Gerilme ve sıkıştırma stresleri için Şekil 4.4., Bölüm 4.4'e bakınız).

PECVD nin değişik türleri vardır. Bunlardan biri ICP PECVD dir. ICP, İndüktif Çiftlenmiş Plazma (Inductively Coupled Plasma) anlamına gelir ve bu tip plazma kaynağında enerji, elektromanyetik indüksiyon ile üretilen elektrik akımları tarafından sağlanır. Ticari PECVD işlemiyle kıyaslandığında, ICP daha fazla işlem parametresini kontrol etmemize imkân verir.

#### 2.4. Püskürtme (Sputtering)

CVD nin aksine, püskürtme işlemi sıcaklıkla aktive edilmez. Bu fiziksel işlem, Şekil 2.6.'da verilmiştir. Katı yüzey, hızlandırılmış iyonlar gibi enerjik parçacıklarla bombardıman edilir, yüzey atomları ve enerjik parçacıklar arasındaki çarpışmalar nedeniyle katının yüzeyindeki atomlar etrafa saçılır. Saçılan yüzey atomları daha sonra alttaş üzerine biriktirilir.



Şekil 2.6. Fiziksel püskürtme işlemi [20]

Püskürtmenin bir şekli genelde ince filmler için kullanılan katot püskürtmedir. Şekil 2.7.' de, dc diyot püskürtme sistemi gösterilmiştir. Katot, iki plaka arasında oluşturulan plazmadaki iyonlar tarafından bombardıman edilir ve katot atomları metal yüzeyden saçılır. Bu atomlar, sonra anotta bulunan alttaş üzerinde depolanır. Püskürtme gazı, 40 mTorr basınçtaki argon gazıdır [20].



Şekil 2.7. Dc püskürtme sistemi [20]

Bir diğer katot püskürtme sistemi, silikon nitrat depolamak için sık sık kullanılan magnetron püskürtmedir. Bu metotta, manyetik alan katot üzerine uygulanır ve akkor deşarj oluşur. Elektronlar ile püskürtülen gaz atomları veya molekülleri arasındaki artan çarpışmalar nedeniyle daha düşük bir basınç kullanılır. Ayrıca artan plazma yoğunluğu, püskürtme hızında da artışa yol açar. Düşük basınç nedeniyle, püskürtülen parçacıklar ve gazdaki parçacıklar arasındaki çarpışma riski minimize edilince, depolama hızında artış meydana gelir [14].

Yalıtkanlar için, radyo frekans püskürtmeye ihtiyaç duyulur (Bölüm 2.3, PECVD konusuna bakınız). Silikon nitrat için püskürtme, PECVD'ye göre daha düşük sıcaklık kullanır ve daha düşük depolama hızına sahiptir.

## **3. SİLİKON NİTRAT**

Silikon nitratı, termal nitridasyonla örneğin amonyak kullanarak büyütmek, düşük büyütme oranı ve yüksek büyütme sıcaklığı nedeniyle zordur. Silikon 1000 °C and 1100 °C arasında amonyağa maruz bırakıldığında silikon nitrat oluşur, ancak büyütme hızı çok düşüktür.

Silikon nitrat filmler hem silan (SiH<sub>4</sub>) ve amonyak (NH<sub>3</sub>) arasındaki reaksiyonlarla, hem de diklorosilan (SiCl<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) ile amonyak arasındaki reaksiyonlarla, farklı işlem şartları altında büyütülebilir. Silan reaksiyonu 700 °C ile 900 °C de atmosferik basınçta, aşağıdaki reaksiyon formülüne göre gerçekleşir:

 $3SiH_4 + 4NH_3 \rightarrow Si_3N_4 + 12H_2$ 

LPCVD de diklorosilan kullanılır ve reaksiyon 700 °C ile 800 °C arasındaki sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Reaksiyon şu şekilde tanımlanır:

$$3SiCl_2 + 4NH_3 \rightarrow Si_3N_4 + 6HCl + 6H_2$$

Plazma sistemlerinde silan, plazma nitrat (SiN) oluşturmak üzere azotla tepkimeye girer.

$$SiH_4 + N_2 \rightarrow SiNH + 3H_2$$

(SiNH deki H, filmdeki yüksek içerikli hidrojeni tanımlar.)

Silan, ayrıca argon plazma içinde amonyak ile de tepkimeye girer:

 $SiH_4 + NH \rightarrow SiNH + 3H$ 

LPCVD filmler, hidrojence zengin olup %8 e kadar hidrojen içermektedir. Plazma depolama, stokiyometrik silikon nitrat filmler üretmez. Bunun yerine, filmler olabilidiğince çok %20–25 hidrojen içerir [16]. LPCVD filmler genellikle yüksek iç gerilme stresine sahiptir ve 200 nm den kalın filmler bu stresten dolayı kırılabilirler. Fakat plazma ile büyütülmüş filmler, daha düşük gerilme stresine sahiptir (Bunun açıklaması Bölüm 2.3' te yapılmıştır) [14].

LPCVD nitrat filmlerin direnci (1016  $\Omega$ -cm) ve dielektrik mukavemeti (10 MV/cm) bir çok plazma filmden daha iyidir. Plazma nitratin direnci, filmdeki nitrojen miktarına bağlı olarak 105  $\Omega$ -cm ile 1021  $\Omega$ -cm arasında değişebilirken, dielektrik mukavemeti 1 MV/cm ile 6 MV/cm arasındadır [15].

### 3.1. Uygulamalar

Silikon nitrat

- Düşük ağırlık,
- Yüksek dayanıklılık ve tokluk (seramik malzeme için),
- Asitlere, bazlara, tuzlara ve erimiş metallere karşı yüksek kimyasal direnç,
- 1500 °C a kadar oksidasyona karşı iyi direnç,
- Yüksek elektrik direnci

özelliklerine sahip bir materyaldir [21].

Silikon nitrat bir dielektrik malzemedir ve tümleşik devre cihazlarıyla ilgili uygulamalarda önemlidir. Dielektrik filmler temel olarak yalıtım ve pasivasyon için tümleşik devre ve dijital cihazlarda kullanılır. Örneğin, LPCVD silikon nitrat filmler, su ve sodyumun difüzyonu için iyi bariyer görevi gördüğünden, pasivasyon için kullanılmaktadır. Silikon nitrat hemen her şey için mükemmel bir bariyerdir, bu nedenle ıslak ve kuru aşındırma için sert maske olarak kullanılır. Bu filmler ayrıca silikonun oksidasyonu için maske olarak da kullanılabilir, çünkü silikon nitrat çok yavaş oksitlenerek altında bulunan silikonun oksitlenmesini önler. Plazma ile büyütülmüş nitrat, çizilmelere karşı koruma sunar, nem bariyeri olarak hizmet verir ve sodyum difüzyonunu önler [14].

Büyütülmüş nitrat filmler genellikle birkaç GPa mertebesinde oldukça yüksek gerilme stresine sahiptir, ancak silikon yönünden daha zengin bir film daha düşük strese sahiptir. Çoğu durumda filmlerin düşük strese sahip olmaları önem arz etmektedir. Mesela bu, ince pencere üretimi için bir ön koşuldur. Yüksek gerilimle beraber bunlar çatlar ve kırılır. Bu ince pencereler Rutherford Geri Saçılma deneylerinde alttaş olarak (20 nm kadar) veya kızılötesi ışıkta, extra ultraviyole ışıkta ve x-ışını deneylerinde (100 nm) geçirgen pencere olarak kullanılmaktadır [13].

### 4. ANALİZ METOTLARI

Bu tezde, büyütülen silikon nitrat ince filmlerin analizi için bazı farklı metotlar kullanıldı. Bu bölüm, bu tekniklerle ilgili bilgileri kapsamaktadır. Kullanım sırasına göre analiz yöntemleri verilmiştir. Elipsometri, Bölüm 4.1 de ve Profilometri, Bölüm 4.2 de açıklanmıştır.

#### 4.1. Elipsometri

Elipsometri, ince film ve çok tabakalı yapıların karakterizasyonu için kullanılan optik bir tekniktir. Ayrıca makromoleküler adsorbsiyon gibi yüzey dinamiği ilgili çalışmalar için de uygundur. Polarize ışığın yüzeyden yansımasından istifadeyle polarizasyon durumundaki değişimi ölçmeye yarayan bir metottur [22, 23] ve Şekil 4.1.'de verilmiştir.



Şekil 4.1. Elipsometrik deney geometrisi [24]

Geliş açısı sıfırdan farklı olduğunda, farklı yansıma şartları nedeniyle geliş düzlemine paralel ve dik polarizasyon bileşenleri birbirinden ayrılır. Bu yüzden, elipsometrede ölçülen temel nicelik kompleks yansıma oranı üzerinden aşağıdaki gibi tanımlanır.

$$\tilde{n} = \frac{R_p}{R_s} = \left| \frac{R_p}{R_s} \right| e^{i(\partial_p - \partial_s)}$$
(4.1)

Burada Rp, toplam Fresnel yansıma sabitinin paralel bileşeni, Rs ise dik bileşendir,  $\partial_p$  ve  $\partial_s$  bunların fazlarıdır. Ayrıca polar formda şu şekilde de ifade edilebilir:

$$\tilde{n} = \tan \Psi e^{i\Delta} \tag{4.2}$$

burada genlik oranı

$$\tan \phi = \left| \frac{R_{\rm p}}{R_{\rm s}} \right| \tag{4.3}$$

ve faz farkı

$$\ddot{\mathbf{A}} = \partial_{\mathbf{p}} - \partial_{\mathbf{s}} \tag{4.4}$$

dır.

 $\psi$  ve  $\Delta$  elipsiyometrik açılardır. İki polarizasyon yönündeki elektrik alan arasındaki genlik ve faz farkı ölçülebilmektedir. Metot, temassız ve tahribatsız analiz tekniğidir. Ayrıca, bu metot transmisyon ve reflaktans ölçümleri gibi diğer optik tekniklerle karşılaştırıldığında mutlak ışık şiddeti ölçümüne ihtiyaç duyulmadığı için avantajlıdır.

Elipsometrede genelde ölçülen büyüklükler dalgaboyu, geliş açısı ve polarizasyon durumunun fonksiyonları olduğu için bir numunenin analizinde çoğunlukla direkt bir anlam taşımaz. Ölçülen büyüklükler, incelenen malzemenin optik özellikleri ve film kalınlığını tespit için değerlendirilmelidir. Bu, elipsometrinin indirekt bir metot olduğu anlamına gelir. Örneğin optik sabitler ve kalınlık gibi bilinmeyen fiziksel parametreler değiştirilerek, hesaplanan model verisi, iteratif bir prosedür ile mümkün olduğu kadar ölçülen değere yakın olacak şekilde eşleştirilmeye çalışılır. Eğer kabul edilebilir bir fit elde edilirse, model numunenin doğru fiziksel yapısını sunacaktır [14].

Silikon nitrat gibi bir dielektrik malzeme için en kullanışlı model, Cauchy tabakası modelidir [24]. Bu, tabakaya dayalı bir fonksiyondur. Yani, optik sabitleri yaygın dalgaboyu çizelgelerinden ziyade, bir matematiksel fonksiyondan elde edilir. Örneğin kırılma indisi, dalgaboyunun yavaşça değişen bir fonksiyonu (ë) olarak ifade edilebilir.

Formüle göre:

$$n(\ddot{e}) = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4}$$
(4.5)

A, B, C parametrelerinden her biri, değişken fit parametresi olarak tanımlanabilir.

Kabul edilebilir bir fit elde edilip edilmediğini kontrol etmek için, "Ortalama Kare Hata" (Mean Square Error-MSE) olarak adlandırılan bir değer verilir. MSE, modelden hesaplanan eğrinin ölçülen grafikle ne kadar eşleştiğini belirtir ve aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$MSE = \sqrt{\frac{1}{2N-M} \sum_{i=1}^{N} \left[ \left( \frac{\Psi_i^{mod} - \Psi_i^{exp}}{\sigma_{\Psi,i}^{exp}} \right)^2 + \left( \frac{\Delta_i^{mod} - \Delta_i^{exp}}{\sigma_{\Delta,i}^{exp}} \right)^2 \right]}$$
(4.6)

Ölçülen ø ve Ä çiftlerinin sayısı N, ve gerçek fit parametre değerlerinin toplam sayısı ise M dir.

#### 4.2. Profilometri

Profilometri ile ilgili bilgiler vermeden önce, mümkün olan stres türleri ile ilgili kısa bir açıklama yapılmalıdır:

İnce filmlerdeki stres ya termal genişlemedeki (termal stres) farklılıklardan kaynaklanır ya da büyütülen filmin mikro yapısından (iç stres) kaynaklanır. Termal stres, film büyütme işlemi oda sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda yapılırsa oluşur. Alttaşla beraber büyütülen film depozisyon sıcaklığından oda sıcaklığına kadar soğutulduğunda, alttaş ve filmin termal genişleme katsayıları arasındaki fark, termal stres yaratır. İç stres ise, atomlar alttaş üzerine biriktirilince oluşan mikro yapıdan kaynaklanır.

Elde edilen stres basınç gerilmesi veya çekme gerilmesi olabilir. Şekil 4.2.'de bu durum açıklanmıştır. Şekil 4.2a. çekme gerilmesi, Şekil 4.2b. ise basınç gerilmesini göstermektedir.



Şekil 4.2. a) Çekme gerilmesi [25] b) Basınç gerilmesi [25]

Çekme gerilmesi, atomların birbirleri ile çekici etkileşim nedeniyle ince filmdeki mikro boşluklardan kaynaklanır. Basınç gerilmesi ise ağır iyonlar veya enerjili parçacıkların depolama sırasında filme çarpmasından kaynaklanır. Bu etkiler sanki filme bir balyozla vurmak gibi olup atomları sıkıca bir araya getirir.

Profilometre, ince bir filmdeki stresi hesaplamak için kullanılan bir cihazdır. Alttaş yüzeyinin eğriliğini ölçmeye yarar [14]. Yukarıda Şekil 4.2a. ve Şekil 4.2b.'de gösterildiği gibi, bu ölçümler, stresin büyüklüğünü hesaplamanın yanında, bu ölçümler filmdeki streslerden hangisinin (gerilme veya sıkıştırma) baskın olduğu sorusuna cevap verir. Bu stres ölçümleri depolamadan önce bir referans tarama yapılması ile elde edilir ve aynı alttaşın, depolama sonrası taraması ile karşılaştırılır.

Bir profil alındığında, alttaşın yüksekliği pozisyonun bir fonksiyonu olarak ölçülür [26]:

$$\mathbf{y} = \mathbf{f} \left( \mathbf{x} \right) \tag{4.7}$$

ve eğrilik, aşağıdaki formüle göre hesaplanır:

$$R(x) = \frac{\left[1 + \left(\frac{dy}{dx}\right)^2\right]^{\frac{3}{2}}}{d^2 \frac{y}{dx^2}}$$
(4.8)

Bu stres hesaplamaları, alttaş üzerine biriktirilmiş ince film tabaka için Stoney [11] eşitliğinin kullanılması ile yapılır:

$$\sigma = \frac{\Delta}{r^2} \frac{\left(t_{\text{alttas}}\right)^2}{t_{\text{film}}} \frac{E}{3(1-\upsilon)}$$
(4.9)

Burada,  $\sigma$ ; filmin stresini,  $\Delta$ ; alttaştaki eğrilik değişimini, r; tarama yarıçapını, t<sub>alttaş</sub> ve t<sub>film</sub>; alttaşın ve filmin kalınlıklarını, E; alttaşın Young modülünü ve  $\boldsymbol{v}$  = alttaşın Poission oranını göstermektedir.

### 5. DENEYSEL SET-UP, A: BÜYÜTME

Deneysel çalışma, büyütme ve analiz olarak iki bölüme ayrılmıştır. Analiz, Bölüm 6 da açıklanmış olup, bu bölüm silikon nitrat filmlerin büyütülmesine ayrılmıştır.

Bu tez çalışmasında, silikon nitrat (SiN) ince filmler, NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranı değiştirilerek silikon alttaş üzerine Plazma Destekli Buhar Depolama (PECVD) yöntemi ile üretildi ve optik karakterizasyonu yapıldı. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ince filmlerin üretimi için ana gazlar, silan (SiH<sub>4</sub>) ve amonyaktır. RF ise paralel plakalar arasında plazma ortamı oluşturmak için kullanılmaktadır. Bu çalışmada, sıcaklık (300°C), RF gücü (15W) ve basınç (1Torr) parametreleri sabit değerlerde tutularak NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranı değiştirildi.

### 5.1. Deneysel Matris

Bu tezin amacı, farklı NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranının silikon nitrat filmlerin özelliklerini nasıl değiştirdiği araştırmak olduğundan, her sürümdeki parametreler için deneysel bir matris ihtiyacı vardır.



Şekil 5.1. Plasmalab-PECVD

SiN ince filmler, Bilkent İleri Araştırma Laboratuvarlarındaki Şekil 5.1.'de gösterilen Plasmalab marka PECVD cihazı ile büyütüldü. Bu sistem, içerisinde plazmanın elde edildiği reaktör, birbirine paralel olan disk şeklindeki iki elektrot, gazların bileşenlerine ayrılması için radyo frekanslı gerilim uygulayan RF jeneratörü, reaktöre kontrollü bir sekilde gaz akısını sağlayan: iğne vana, akıs ölçer ve düzenleyicilerin olduğu gaz girisleri ile çıkıştaki mekanik vakum pompasından meydana gelmektedir. Paralel iki elektrot arasına doğru akım (DC) uygulanarak elektrik alanın katkısıyla elektrotlar arasında bir kaç pF değerinde bir kapasitans oluşturulur ve RF sinyali buraya uygulanır. Gazlar anot-katot arasına gönderilerek plazmanın sadece bu iki elektrot arasında oluşması sağlanmaktadır. Bu plazma oluşması istenilen kaplamanın cinsine göre ortamda bulunan gazları bileşenlerine ayırır ve alttaş üzerinde ince bir film tabakası halinde kaplanmasını sağlar. Başlangıç olarak bu teknikte tabakalar arasına uygulanan elektrik alan, ortamda bulunan gazların kinetik enerjilerinin artmasına ve bu sayede gaz ortamından ayrılan bazı gaz moleküllerin iyonize olmasına sebep olur. İyonize olmuş moleküllerin birbirleri arasında etkileşimleri sonucunda reaksiyon başlatılır. İşlem devam ederken ortamda yeni elektronlar üretilmesi durmaz ve bu oluşum plazmanın oluşumu ile sonuçlanır. PECVD kaplama hızını etkileyen parametreler; Sıcaklık, basınç, gaz akış hızı ve RF güçtür. Büyütülen filmlerde, mekanik stresin varlığı, yapılacak cihazın performansını etkileyen en büyük etkenlerden biridir. Mekanik stresi belirlemek için Eş. 4.9 kullanılmıştır.

Stres ölçümü yapılacak SiN ince filmler,  $10^{-6}$  torr kadar düşük basınçta çalışan PECVD sistemlerinde büyütüldü. SiN ince filmleri büyütmek için SiH<sub>4</sub> ve NH<sub>3</sub> gazları kullanıldı. Büyütme islemine başlamadan önce Si alttaş Çizelge 5.1.'de tanımlanan işlemlerden geçirildi. Daha sonra yüzeydeki su moleküllerinden kurtulmak için alttaş,  $120^{\circ}$ C'de 5 dk tutuldu. SiN ince filmlerin büyütülmesinde kullanılan parametreler Çizelge 5.2.'de sunulmuştur.

Çizelge 5.1. Alttaş temizlik aşamaları

$H_2SO_4$ (Sülfürük asit ) : $H_2O_2$ (Hidrojen peroksit) = 3:1	→ Piranha çözeltisi
DI su ile 2-5 dk. yıkama	
HF (Hidroflorik asit ) (50%) : DI su = 100: 1	
DI su ile 2-5 dk. yıkama	
120 °C 'de 5 dk kurutma	

Filmlerin yapısal özelliklerini belirlemek için filmler kızılötesi geçirgen Si alttaş üzerine büyütüldü. Si alttaş, P/Boron tipi olup, çapı 76,2 mm ve kalınlığı 380 mikrondur. Alttaşlar Çizelge 5.1.'de verilen temizleme parametreleriyle temizlendi ve filmler Çizelge 5.2.'de verilen parametrelere göre bu alttaşlar üzerinde büyütüldü.

SiN filmler	Film 1	Film 2	Film 3	Film 4
SiH <sub>4</sub> (sccm)	180	180	180	180
NH <sub>3</sub> (sccm)	15	25	35	45
Basınç (Torr)	1	1	1	1
RF Güç (W)	15	15	15	15
Sıcaklık (°C)	300	300	300	300
Süre (dk)	10	10	10	10

Çizelge 5.2. SiN ince filmlerin büyütülmesinde kullanılan parametreler

Yapısal ve optik karakterizasyon için NH<sub>3</sub> gazının miktarı 15, 25, 35 ve 45 sccm seçilerek dört farklı SiN ince film büyütüldü. Büyütülen filmlerin elipsometre ile kırılma indisleri ve kalınlıkları ölçüldü. Ayrıca, Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) spektrometre ile büyütülen filmlerin spektrumu incelendi.

### 6. DENEYSEL SET-UP, B: ANALİZ

Büyütülen silikon nitrat filmleri analiz etmek için birkaç farklı teknik kullanıldı. İlk olarak, kırılma indisi ile birlikte tabaka kalınlığı elipsometri kullanılarak belirlendi. Depolama hızı kalınlığı depolama süresine bölerek hesaplandı. Son olarak, PECVD ile büyütülen filmlerin stres tayini profilometre ile gerçekleştirildi.

Çizelge 6.1. filmlerin kalınlıklarını, kırılma indislerini, PECVD büyütme oranlarını, SiH<sub>4</sub> / NH<sub>3</sub> ve NH<sub>3</sub> / SiH<sub>4</sub> akış oranlarını göstermektedir.

SiN Filmler	Film 1	Film 2	Film 3	Film 4
Kalınlık (nm)	106,4	103,2	100,4	99,3
Kırılma İndisi	1,850	1,835	1,822	1,813
Büyütme Oranı (nm\dk)	10,4	9,8	9,6	9,3
SiH <sub>4</sub> /NH <sub>3</sub>	12	7,2	5,1	4
NH <sub>3</sub> / SiH <sub>4</sub>	0,0833	0,1388	0,1944	0,25

Çizelge 6.1. SiN ince filmlerin elipsometre sonuçları

Çizelge 6.1.'den anlaşıldığı üzere NH<sub>3</sub> gazının akış miktarı arttıkça SiN filmlerin kırılma indisi azalmaktadır. Şekil 6.1. kırılma indisindeki azalmayı göstermektedir.



Şekil 6.1. Kırılma indisinin NH3 miktarıyla değişimi

Kırılma indisleri ve kalınlıkları belirlenen filmlerin soğurma pikleri FT-IR ile karakterize edildi. Kırılma indisinin SiH<sub>4</sub> / NH<sub>3</sub> akış oranıyla değişimi Şekil 6.2.'de gösterilmiştir. Şekil 6.3. dört farklı NH<sub>3</sub> akış hızında büyütülen SiN ince filmlerin FT-IR spektrumunu göstermektedir. SiN ince filmlere ait karakteristik soğurma pikleri Çizelge 6.2.'de verilmiştir.



Şekil 6.2. Kırılma indisinin SiH<sub>4</sub> / NH<sub>3</sub> akış oranıyla değişimi



Şekil 6.3. SiN ince filmlerin FT-IR spektrumları

Çizelge 6.2. SiN ince filmlere ait karakteristik soğurma pikleri

Si-N Gerilme	825-875 cm <sup>-1</sup>
N-H Eğilme	$1187 \text{ cm}^{-1}$
N-H Gerilme	$3350 \text{ cm}^{-1}$
Si-H Gerilme	2100-2175 cm <sup>-1</sup>

Burada özellikle Si-N bağları, büyüttüğümüz filmlerin SiN olduğunun en büyük kanıtıdır. NH<sub>3</sub> gaz akış miktarı arttıkça Si-N gerilme piklerinin sağa doğru kaydığı gözlenmiştir. Şekil 6.4. Si-N gerilme piklerini göstermektedir. Şekil 6.5. ise pikin konumundaki kaymayı göstermektedir.



Şekil 6.4. Si-N gerilme pikleri



Şekil 6.5. Si-N gerilme pik konumundaki kayma

Dört farklı gaz akış hızına (NH<sub>3</sub>: 15 sccm, NH<sub>3</sub>: 25 sccm, NH<sub>3</sub>; 35 sccm, NH<sub>3</sub>: 45 sccm) göre büyütülen ince filmlerin ve alttaşın eğriliklerindeki değişim, Dektak 3030st profilometre ile incelendi. Şekil 6.6. alttaşın eğrilik değişimini ( $\Delta$  = filmin eğriliği – alttaşın eğriliği) göstermektedir.



Şekil 6.6. Si alttaşın eğriliği

Profilometriden elde edilen, alttaşın ve filmlerin eğrilikleri sırasıyla aşağıdaki gibidir;

Alttaş:	8,2 μ
NH <sub>3</sub> (15 sccm) :	2,60 µ
NH <sub>3</sub> (25 sccm) :	5,96 µ
NH <sub>3</sub> (35 sccm) :	12,11 µ
NH <sub>3</sub> (45 sccm) :	14,17 µ

silikon alttaş için ilgili parametreler de aşağıdaki gibidir;

r; tarama yarıçapı = 5 cm =  $5.10^4 \mu$ t<sub>alttaş</sub>; alttaşın kalınlığı =  $380 \mu$ , E; alttaşın Young modülü (Silikon için) = 130 GPa [27]  $\boldsymbol{v}$  = alttaşın Poission oranı (Silikon için) = 0,28 [27]

Profilometreden elde edilen veriler, alttaş parametreleri ve tarama parametreleri Eş. 4.9' da kullanılarak her bir film için stres değerleri hesaplandı. Şekil 6.7. bu değerlerin grafiksel ifadesidir.



Şekil 6.7. Stresin NH3 akış hızına göre değişimi

Kırılma indisi ile stres arasındaki ilişki Şekil 6.8.' de gösterilmiştir. NH<sub>3</sub> gaz akış hızının artmasıyla artan stres, kırılma indisinde azalmaya sebep olmaktadır. SiN ince filmlerin dört farklı SiH<sub>4</sub> / NH<sub>3</sub> akış oranına göre stres değerleri Çizelge 6.3.'de sunulmuştur. Büyütme parametrelerinin (NH<sub>3</sub> gaz akış hızının, SiH<sub>4</sub> / NH<sub>3</sub> ve NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranlarının) SiN filmin özelliklerini nasıl etkilediği Çizelge 6.4.'te sunulmuştur.



Şekil 6.8. Stresin kırılma indisine göre değişimi

	Film 1	Film 2	Film 3	Film4
SiN Filmler	(NH <sub>3</sub> :15 sccm)	(NH <sub>3</sub> :25 sccm)	(NH <sub>3</sub> :35 sccm)	(NH <sub>3</sub> :45sccm)
Kalınlık (nm)	106,4	103,2	100,4	99,3
Kırılma İndisi	1,850	1,835	1,822	1,813
Büyütme Oranı (nm\dk)	10,4	9,8	9,6	9,3
SiH <sub>4</sub> /NH <sub>3</sub>	12	7,2	5,1	4
Stres (MPa)	-183,112 MPa	-75,603 MPa	141,581 MPa	209,065 MPa
Stres Tipi	Compressive (-)	Compressive (-)	Tensile (+)	Tensile (+)

Çizelge 6.3. SiN ince filmlerin SiH $_4$  / NH $_3$  akış oranına göre stres değerleri

Faktör	Değişim	Kırılma indisi	Büyütme	Film kalınlığı	Stres
			oranı		
NH <sub>3</sub> akış	1	$\downarrow$	$\downarrow$	$\downarrow$	1
hızı	$\downarrow$	1	1	<b>↑</b>	$\downarrow$
NH <sub>3</sub> /SiH <sub>4</sub>	1	$\downarrow$	$\downarrow$	$\downarrow$	1
oranı	$\downarrow$	1	↑	↑	$\rightarrow$
SiH <sub>4</sub> /NH <sub>3</sub>	1	1	1	1	$\rightarrow$
oranı	$\downarrow$	$\downarrow$	$\downarrow$	$\rightarrow$	1

Çizelge 6.4. Büyütme parametrelerinin değişimine göre analiz sonuçlarının irdelenmesi

NH<sub>3</sub> akış hızındaki değişime göre, film stresi ve kırılma indisi arasındaki ters orantı önemli bir noktadır. Ayrıca kırılma indisi, büyütme oranı ve film kalınlıklarının kendi aralarında doğru orantılı, stres ile ters orantılı olduğu bu analiz vasıtasıyla ortaya konmuştur.

### 7. SONUÇ VE ÖNERİLER

Son yıllarda elektronik iletişim endüstrisindeki gelişmeler ince filmlerin yapısal, elektriksel ve optik özelliklerinin araştırılmasına ve endüstri, bilim ve teknolojik uygulamalarda kullanımına yol açmıştır. Silikon nitrat (SiN), yarıiletken ve mikro-elektromekanik sistemlerde (MEMS) çeşitli uygulamalar için önemli yapısal ve elektronik malzemelerdir. Özellikle SiN filmler, tümleşik devrelerde pasivizasyon, aşındırma maskesi, optik cihazlarda dielektrik malzeme olarak kullanılan tipik yapısal malzemedir.

Bu tez çalışması, silikon nitrat (SiN) ince filmlerin, NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranı değiştirilerek silikon alttaş üzerine Plazma Destekli Buhar Depolama (PECVD) yöntemi ile üretilmesi ve optik karakterizasyonu üzerine temellenmektedir. PECVD kaplama hızını etkileyen parametreler; sıcaklık, basınç, gaz akış hızı ve RF güçtür.

SiN filmleri büyütmek için SiH<sub>4</sub> ve NH<sub>3</sub> gazları kullanıldı. Bu çalışmada sıcaklık (300°C), RF gücü (15W) ve basınç (1 Torr) parametreleri sabit değerlerde tutularak dört farklı NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranında silikon alttaş üzerine SiN filmler büyütüldü. Büyütülen filmlerde, mekanik stresin varlığı, yapılacak cihazın performansını etkileyen en büyük etkenlerden biridir. Stres ölçümü yapılacak SiN filmler, 10<sup>-6</sup> torr kadar düşük basınçta çalışan PECVD sistemlerinde büyütüldü. PECVD ile büyütülen filmlerin stres tayini profilometre ile gerçekleştirildi. Ortamdaki NH<sub>3</sub> miktarı arttıkça mekanik stresin arttığı gözlenmiştir.

PECVD de büyütülmüş filmlerin kalınlıkları, kırılma indisleri, soğurma pikleri ve bant tipleri gibi optik özellikleri, elipsometre ve Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) spektrometre kullanılarak karakterize edildi. Büyütülen SiN filmlerin kalınlıkları elipsometre ile ölçüldü ve film kalınlıkları 99,3nm -106,4nm değerleri arasında bulundu. Biriktirme (depolama-büyütme) hızı, kalınlığı depolama süresine bölerek hesaplandı. Biriktirme hızı 9,3 nm/dak -10,4 nm/dak arasında değişmekte olup, biriktirme hızı arttıkça kalınlığın arttığı gözlemlenmiştir. Filmlerin yapısal özelliklerini belirlemek için filmler kızılötesi geçirgen Si alttaş üzerine büyütüldü. Farklı NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranına göre de SiN filmlerin kırılma indisleri tayin edildi. Filmlerin kırılma indisleri 1,813-1,850 arasında değişmektedir. Biriktirme hızı arttıkça kırılma indisinin gözlemlendi. Yüksek kırılma indisi silikonca zengin bir filmi tanımlamaktadır. NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranı azaldıkça filmlerin kırılma indislerinin arttığı yanı NH<sub>3</sub> gazının miktarı arttıkça SiN filmlerin kırılma indislerinin

azaldığı gözlemlendi. Kırılma indisleri ve kalınlıkları belirlenen filmlerin FT-IR ile soğurma pikleri bulundu. NH<sub>3</sub>/SiH<sub>4</sub> akış oranı azaldıkça silikon nitrat filmlere ait Si-N soğurma piklerinde de artış gözlemlendi. Burada özellikle Si-N bağları büyüttüğümüz filmlerin SiN olduğunun en büyük kanıtıdır. NH<sub>3</sub> miktarı arttıkça SiN gerilme piklerinin sağa doğru kaydığı gözlenmiştir.

NH<sub>3</sub> akış hızındaki değişime göre, film stresi ve kırılma indisi arasındaki ters orantı önemli bir noktadır. Ayrıca kırılma indisi, büyütme oranı ve film kalınlıklarının kendi aralarında doğru orantılı, stres ile ters orantılı olduğu bu analiz vasıtasıyla ortaya konmuştur.

Bu sonuçlar, üretilen SiN filmlerin optik dalgakılavuzu olarak optoelektronik uygulamalarda kullanılabileceğini göstermektedir.

#### KAYNAKLAR

- 1. Dange, M. D., Lee, J.Y., Sooriakumar, K. (1991). *Mikroelektron*. (J22). 19.
- 2. Jana, T., Ray, S. (2000). Proc. SPIE. Int. Soc. Opt. Eng. (3975). 845.
- 3. Winchester, K. J., Dell, J.M. (2001). Micromech. Microeng. (11). 589.
- 4. Mercaldo, L.V., Veneri, P.D., Esposito, E., Massera, E., Usatii, I., Privato, C. (2009). *Materials science and Eng.* (B159). 16-77.
- 5. Şahin, B., Ağan, S. (2010). PECVD Tekniği ile Büyütülmüş İnce Filmlerde Oluşan Ge ve SiGe Nanokristallerin Geçirgen Elektron Mikroskobu (TEM), Raman ve Fotoışıma Spektroskopisi Teknikleri ile İncelenmesi. *International Journal of Engineering Research and Development 2*.
- 6. Wu, P.H., Lin, I.K., Yan, H.Y., Ou, K.S., Chen, K.S., Zhang, X.(2011). Sensors and *Actuators*. (A168). 117–126.
- 7. Jehanathan, N., Walmsley, B., Liu, Y., Dell, J. (2007). *Journal of Alloys and Comp.* (437). 332.
- 8. Asinosky, L., Şen, F., Yamaguchi, T. (1998). Thin Solid Films. (313). 198.
- 9. Necas, D., Perina, V., Franta, D., Ohlidal, I., Zemek, J. (2008). *Phys. Stat. Sol.* (5). 1320.
- 10. Liu, B., Zhong, S., Liu, Xia, Y., Li, C. (2012). *International Journal of Photoenergy*, doi:10.1155/2012/971093.
- 11. Stoney, G. (1909). Proc. Royal Soc. London. (A82). 172.
- 12. Kumar, A., Taube, W.R., Sarvanan, R., Agarwal, P. B., Kothari, P., Kumar, D. (2012). *International Journal of Scientific Engineering and Technology*. (1). 111-116.
- 13. Jianqiang, H., Yan, L., Senlin, L., Qing, L. (2014). Journal of Semiconductors. (35). 4.
- 14. Tönnberg, S. (2006). *Optimization and characterization of PCVD silicon nitride thin film growth*. Unpublished Master's Thesis, Chalmers University of Technology, Sweden.
- 15. Sze, S.M. (2002). *Semiconductor devices, Physics and Technology*. (2.ed.) John Wiley & Sons, Inc. ISBN 0-471-33372-7.
- 16. Jaeger, Richard C. (1993). *Introduction to microelectronic fabrication*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. ISBN 0-201-14695-9.
- 17. İnternet: Thermal CVD of Silicon Nitride. Web: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.timedomaincvd.com%

2FCVD\_Fundamentals%2Ffilms%2FSiN\_thermal\_CVD.html&date=2015-04-06, Son Erişim Tarihi: 06.04.2015.

- 18. Campbell, Stephen A. (2001). *The Science and Engineering of Microelectronic Fabrication*. Oxford University Press, New York. ISBN 0-19-513605-5.
- İnternet: Plasma Enhanced CVD of Silicon Nitride. Web: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.timedomaincvd.com% 2FCVD\_Fundamentals%2Ffilms%2FSiN\_plasma\_CVD.html&date=2015-04-06, Son Erişim Tarihi: 06.04.2015.
- 20. Wasa, Kiyotaka, et al. (2004). Thin Film Materials Technology Œ Sputtering of Compound Materials. William Andrew Publishing, Norwich, N.Y. ISBN 0815514832.
- 21. Pierson, H.O. (1999). Handbook of Chemical Vapor Deposition Œ Principles, Technology and Applications (2.ed.) Noyes Publications, Norwich, N.Y. ISBN 1591240301.
- 22. Pettersson, Leif, et al. (2004). *Ellipsometry, An introduction to laboratory work in Analytical Methods in Materials Science*. Department of Physics and Measurement Technology, Linköping University.
- 23. Arwin, Hans. (2000). *Thin film optics*. Department of Physics and Measurement Technology, Linköping University.
- 24. Herzinger, C., Johs, B. (1996). Guide to Using WVASE32. J.A. Woollam Co., Inc. 675.
- Internet: Controlling Stress in Thin Films. Web: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fflipchips.com%2Ftutorial%2 Fprocess%2Fcontrolling-stress-in-thin-films%2F+&date=2015-04-06, Son Erişim Tarihi: 06.04.2015.
- 26. Veeco Instruments Inc. Dektak 3030st Auto 1 Remote Control Stage Profiler Installation Operation and Maintenance Manual. Santa Barbara, California, USA.
- 27. Laconte, J., Flandre, D., Raskin, J. P. (2006). *Micromachined Thin Film Sensors for* SOI CMOS Co-Integration.(14). Springer, ISBN: 978-0-387-28842-0.

# ÖZGEÇMİŞ

### **Kişisel Bilgiler**

Soyadı, adı	: ODABAŞI, Emrah
Uyruğu	: T.C.
Doğum tarihi ve yeri	: 02.09.1984, Diyarbakır
Medeni hali	: Evli
Telefon	: 0 (312) 405 81 42
Faks	: 0 (312) 405 81 43
e-mail	: emrah.odabasi@gazi.edu.tr



## Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	Gazi Üniversitesi /F.B.E	2015
Lisans	Eskişehir Osmangazi Üniversitesi/EE Müh.	2008
Lise	Bursa Cumhuriyet Lisesi	2002

# İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2008-2009	Motorola / ONS	Drive Test Opt. Mühendisi
2009-	Schneider Electric	Kıdemli SCADA Sistem Uzm.

## Yabancı Dil

İngilizce, Fransızca

### Yayınlar

-

# Hobiler

Sinema, Otomobiller, Teknoloji, Boks



GAZİ GELECEKTİR...