TIN VE TIO₂ İNCE FİLMLERİNİN HAZIRLANMASI VE OPTİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

PREPARATION OF TIN AND TIO₂ THIN FILMS AND INVESTIGATION OF THEIR OPTICAL PROPERTIES

AYŞE BEGÜM ARIĞ

Hacettepe Üniversitesi Lisansüstü Eğitim – Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin FİZİK Mühendisliği Anabilim Dalı İçin Öngördüğü YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak hazırlanmıştır.

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü'ne,

Bu çalışma jürimiz tarafından **FİZİK MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI 'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Başkan	: (Prof. Dr. Aynur ERAY)
Üye (Danışman)	(Prof. Dr. Hüseyin Zafer DURUSOY)
Üye	(Prof. Dr. Semra İDE)
Üye	(Prof. Dr. Mehmet PARLAK)
Üye	(Doç. Dr. Engin ÖZDAŞ)

ONAY

Bu tez/..... tarihinde Enstitü Yönetim Kurulunca kabul edilmiştir.

Prof.Dr. Adil DENİZLİ Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü CANIM ANNEME VE BABAMA,

TIN VE TIO2 İNCE FİLMLERİNİN HAZIRLANMASI VE OPTİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Ayşe Begüm Arığ

ÖΖ

Bu tez çalışmasında öncelikli olarak tek katlı TiO₂, SiO₂ ve TiN ince filmleri, vakum sistemi üzerine kurulan yeni unsurlarla oluşturulmuş RF/DC reaktif magnetron kopartma sistemi kullanılarak farklı deneysel koşullarda 1737F camı, mikroskop camı ve Si alttaşlar üzerine hazırlanmıştır. Kaplama parametrelerinin elde edilen TiO₂ yalıtkan ince filmleri ile TiN metalik ince filmlerinin optik, elektriksel ve yapısal özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Bu amaçla farklı O₂ / N₂ gaz konsantrasyonu, çalışma basıncı, RF/DC gücü ve negatif alttaş besleme geriliminde deneyler gerçekleştirilmiştir. Böylece kaliteli tek katlı ince filmler elde etmek için gerekli olan optimum hazırlama koşulları belirlenmiştir.

Hazırlanan TiO₂, SiO₂ ve TiN ince filmlerin optik özellikleri, yapısal özellikleri ve elektriksel özellikleri sırasıyla spektrofotometre, atomik kuvvet mikroskobu (AFM), ve dört nokta tekniği prensibiyle çalışan elektriksel direnç ölçüm düzeneği kullanılarak belirlenmiştir.

Tek katlı filmlerin karakterizasyonu yapıldıktan sonra yüksek-düşük kırma indisli malzeme çifti olarak TiO₂-SiO₂ seçilerek çok katlı yapılar hazırlanmıştır. Buna göre görünür bölge ile yakın kırmızıaltı bölgede 2 ile 4 katlı yansıtmasız filtreler ve 4, 6 ile 12 katlı dielektrik aynalar hazırlanmıştır. Bu çok katlı yapıların 350-1100 nm bölgesindeki optik cevabı, matris teorisi kullanılarak geliştirilen tasarım programındaki teorik modelle karşılaştırılmıştır. Görünür (400-650 nm) ve yakın kırmızıaltı (650-1100 nm) geniş aralıklı bölgelerde hazırlanan örneklerde % 99,3 tam yansıtan, % 97,0 yansıtmayan (tek yüzü kaplı) ve % 99,7 yansıtmayan (her iki yüzü de kaplı) endüstriyel kalitede numuneler elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: TiN, TiO₂, SiO₂, optik ince filmler, RF/DC reaktif magnetron kopartma, optik özellikler, yansıtmasız filtre, dielektrik ayna.

Danışman: Prof. Dr. H. Zafer DURUSOY, Hacettepe Üniversitesi, Fizik Mühendisliği Bölümü, Katıhal Fiziği Anabilim Dalı

PREPARATION OF TIN AND TiO_2 THIN FILMS AND INVESTIGATION OF THEIR OPTICAL PROPERTIES

Ayşe Begüm Arığ

ABSTRACT

In this thesis study, single layer TiO₂, SiO₂ and TiN thin films were prepared on the 1737F glass, microscope glass and Si substrates by RF/DC reactive magnetron sputtering system which has constructed by adding new components to an old vacuum system. The influence of deposition conditions to the optical, electrical and structural properties of the insulating TiO₂ and metallic TiN thin films have been investigated. Deposition cycles have been carried out in different O₂ / N₂ reactive gas concentrations, working pressure, RF/DC power and negative substrate bias voltages. Then, the deposition conditions which are required to obtain high quality, single layer TiO₂, SiO₂ and TiN thin films have been optimized.

Optical properties of single layer films were measured by means of photospectrometry. Through simultaneous measurements of optical transmittance (T), optical reflectance (R), the refractive index (n) and extinction coefficient (k) have been deduced in terms of wavelength. The structural and electrical properties of these films were measured by means of atomic force microscopy and four point probe resistivity measurement system.

Finally, using high-low refractive index film pairs, like TiO₂-SiO₂, to form many multilayers, dielectric mirrors and filters have been manufactured in the visible (VIS) and near infrared (NIR) regions. 2, 4 layered anti-reflective filters and 4, 6, 12 layered dielectric mirrors have been prepared. Optical reflection and transmission measurements of samples have shown excellent match to designed models. In the VIS (400-650 nm) and NIR (650-1100 nm) wide band regions completely reflecting (% 99.3) and completely non-reflecting (one-face-coated, % 97.0 and two-face-coated, % 99.7) industrial quality samples were manufactured.

Keywords: TiN, TiO₂, SiO₂, optical thin films, RF/DC reactive magnetron sputtering, optical properties, anti-reflective filter, dielectric mirror.

Adviser: Prof. Dr. H. Zafer DURUSOY, Hacettepe University, Department of Physics Engineering, Solid State Physics Section

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam süresince çok değerli bilimsel bilgi ve deneyimlerini hiç esirgemediği, her türlü durumda göstermiş olduğu cesaretlendirici tavırları ve çıkmış olduğum bilimsel yoldaki rehberliği nedeniyle danışmanım Sayın Prof. Dr. Hüseyin Zafer DURUSOY'a en içten sevgi ve saygılarımla çok teşekkür ederim.

Hem çalışmalarıma bilimsel bakış açısını yansıtarak katkıda bulunan hem de manevi desteğini hiç esirgemeyen Özer ÇELİK'e teşekkür ederim.

Ortak çalışma imkanı bulduğum çalışma arkadaşım Hakan ÇALIŞKAN'a teşekkür ederim.

AFM ölçümlerinin alınmasında yardımcı olan Kimya Mühendisliği Bölümü'nden Sayın Prof. Dr. Nihal AYDOĞAN ve öğrencilerine teşekkür ederim.

Hazırlanan filmlerin kalınlık ölçümlerinde yardımlarını esirgemeyen, ODTÜ Fizik Bölümü'nden Sayın Prof. Dr. Mehmet PARLAK ve öğrencilerine teşekkür ederim.

Yüksek lisans çalışmalarım süresince destek veren TÜBİTAK'a teşekkür ederim.

Son olarak da hayatım boyunca belirlemiş olduğum hedeflerime ulaşmam konusunda maddi ve manevi destekleriyle hep yanımda olan çok sevgili anne ve babama en içten sevgilerimle teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

<u>Sayfa</u>

ÖZ	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iv
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL BİLGİLER	3
2.1. Vakum Bilimi	3
2.2. İnce Film	5
2.2.1. İnce film oluşumu	5
2.2.2. İnce filmlerin hazırlanması	7
2.3. Kopartma Teknikleri	8
2.3.1. DC kopartma tekniği	10
2.3.2. RF kopartma tekniği	12
2.3.3. Reaktif kopartma tekniği	14
2.3.4. Magnetron kopartma tekniği	15
2.3.4.1. Magnetron kopartma yöntemi uygulamaları	17
2.4. Optik Katsayılar	17
2.4.1. Dispersiyon	20
2.5. Katıların Optik Özellikleri	20
2.5.1. İletkenlerin optik özellikleri	21
2.5.1.1. Drude modeli	21
2.5.2. Yalıtkanların optik özellikleri	25
2.5.2.1. Lorentz modeli	26
2.5.2.2. Cauchy modeli	28
2.5.2.3. Sellmeier modeli	29
2.6. Optik Kaplama Malzemeleri	29
2.6.1. Cam	29
2.6.2. Silikon	32
2.6.3. Titanyumdioksit	32
2.6.4. Silisyumdioksit	33
2.6.5. Titanyumnitrür	34
2.7. Transfer Matris Kuramı	35

2.8. Matris Teorisi Kapsamında Geliştirilen Tasarım Çalışmaları	43
2.8.1. Yansıtmasız optik filtre tasarımı	45
2.8.2. Dielektrik ayna tasarımı	48
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	50
3.1. Alttaşların Temizlenmesi	50
3.2. İnce Film Hazırlama Düzeneği ve Filmlerin Hazırlanması	50
3.2.1. RF/DC reaktif magnetron kopartma sisteminin tanıtılması	50
3.2.2. RF/DC reaktif magnetron kopartma sisteminin çalıştırılması	53
3.3. Hazırlanan İnce Filmlerin Karakterizasyonu	57
3.3.1. Spektrofotometre	58
3.3.2. İnce film direncinin ölçülmesi	59
3.4. Tek Katlı ve Çok Katlı İnce Film Çalışmaları	60
3.4.1. Tek katlı dielektrik ince filmlerin hazırlanması	60
3.4.1.1. TiO ₂ ince filmlerin hazırlanması	61
3.4.1.2. SiO ₂ ince filmlerin hazırlanması	
3.4.2. Tek katlı TiN metalik ince filmlerin hazırlanması	
3.4.2.1. Hazırlanan filmlerin optik özellikleri	81
3.4.2.2. Hazırlanan filmlerin AFM analizleri	84
3.4.2.3. Hazırlanan filmlerin elektriksel özellikleri	86
3.4.3. Çok katlı filmler	89
3.4.3.1. Yansıtmasız kaplamalar	89
3.4.3.2. Dielektrik aynalar	95
4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	101
KAYNAKLAR DİZİNİ	104
ÖZGEÇMİŞ	108

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sayfa</u>

Şekil 2.1. Deneylerde kullanılan paslanmaz çelikten yapılmış vakum kazanı 3
Şekil 2.2. (111) NaCl alttaşı üzerine kaplanmış Ag filminin çekirdeklenme, büyüme
ve birleşme evreleri (Ohring, 2002)6
Şekil 2.3. DC kopartma sistemi (Harsha, 2006) 10
Şekil 2.4. RF kopartma sistemi 13
Şekil 2.5. Reaktif kopartma sistemi 14
Şekil 2.6. Magnetron kopartma sistemi 15
Şekil 2.7. Magnetron kopartma prensibi (Willey, 1996) 16
Şekil 2.8. Drude modeli için yansıma katsayısının değişimi (Fox, 2001)
Şekil 2.9. Frekansa bağlı olarak metallerin yansımasındaki değişim. (Simmons and
Potter, 2000)
Şekil 2.10. Kırma indisi ile soğurma katsayısının frekansa bağlı değişimi (Fox,
2001)
Şekil 2.11. SiO ₂ , AI_2O_3 ve Si_3N_4 için Cauchy dispersiyon modeli (Woollam, 2003).
Şekil 2.12. 1737F camının dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik (siyah yuvarlak
çizgi) ve optik yansıtma (mavi üçgen çizgi) eğrileri
Şekil 2.13. 1737F camının daha geniş bir spektral bölgede dalgaboyuna bağlı
optik geçirgenlik eğrisi
Şekil 2.14. Mikroskop camının dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik (siyah yuvarlak
çizgi) ve optik yansıtma (mavi üçgen çizgi) eğrileri
Şekil 2.15. Mikroskop camının daha geniş bir spektral bölgede dalgaboyuna bağlı
optik geçirgenlik eğrisi
Şekil 2.16. Silikonun dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik eğrisi
Şekil 2.17. Tek katlı bir ince filmden bir ışık demetinin yansıması
Şekil 2.18. Tek katlı filmlerin normalize optik kalınlıklarına (optik kalınlık/referans
dalgaboyu) bağlı olarak elde edilen optik yansıtma grafiği
Şekil 2.19. Referans dalgaboyu 550 nm alınarak tasarlanmış iki katlı optik filtre
(siyah düz çizgi) ile cam alttaşın (Kırmızı kesikli çizgi) dalgaboyuna bağlı optik
yansıtma değişimleri (S/(HL)/A ; S: Cam Alttaş, H: TiO ₂ (n _H =2,39), L: SiO ₂
(n _L =1,46), A: Hava)

- Şekil 2.23. Referans dalgaboyu 550 nm alınarak tasarlanmış 12 katlı ve film kalınlıkları λ/4 olan çok katlı optik kaplama (siyah düz çizgi) ile normal aynanın (kırmızı düz çizgi) dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimleri (S/(LH)⁶/A ;

- Şekil 3.5. Aquila NKD-8000 UV-VIS-NIR Spekrofotometresinin iç ve dış görünümü.
- Şekil 3.6. İnce film dirençlerinin ölçme teknikleri. 59

- Şekil 3.19. 1737F Cam alttaş üzerinde 50 mTorr çalışma basıncında, 150 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiO₂ ince filminin

- Şekil 3.32. a) Negatif besleme gerilimi uygulanmamış TiN ince filminin yüzey topografyası. b) 100V Negatif besleme geriliminde hazırlanmış TiN ince filminin yüzey topografyası. c) 200V Negatif besleme geriliminde hazırlanmış TiN ince filminin yüzey topografyası. d) 250V Negatif besleme geriliminde hazırlanmış TiN ince filminin yüzey topografyası.
 85
 Şekil 3.33. Negatif besleme gerilimine bağlı olarak ortalama yüzey pürüzlülüğünün değişimi.

- Şekil 3.37. İki katlı TiO₂-SiO₂ ince filmin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik ve yansıtma eğrileri. S/(HL)/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava). 90
- Şekil 3.39. Görünür bölgede büyütülmüş dört katlı ince film tasarımının dalgaboyuna bağlı optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri. S/(HL)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).
- Şekil 3.40. NIR bölgede büyütülmüş, tek yüzü kaplı, dört katlı ince film tasarımının dalgaboyuna bağlı model yansıtma (kırmızı düz çizgi) ve deneysel yansıtma (siyah yuvarlak çizgi) değişimleri. S/(HL)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).

- Şekil 3.45. Silikon alttaş üzerine hazırlanmış olan 4 katlı TiO₂-SiO₂ filminin dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimleri. S/(LH)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).

ÇİZELGELER DİZİNİ

Say	fa
Çizelge 2.1. Vakumun sınıflandırılması ve bu sınıflandırmalara karşı gelen Pa	ve
mbar birimleri cinsinden basınç aralıkları ve gaz yoğunlukları	. 4
Çizelge 3.1. TiO ₂ ve SiO ₂ ince filmlerinin kaplama koşulları	31

SIMGELER VE KISALTMALAR DIZINI

€r	Dielektrik Sabiti			
Δ	Yol Farkı			
μ_{o}	Boşluğun Manyetik Geçirgenliği (4π x 10 ⁻⁷ Tm/A)			
ε ₀	Boşluğun Elektriksel Geçirgenliği (8,8542 x 10 ⁻¹² C ² /N.m ²)			
€ ₁	Dielektrik Sabitinin Reel Bileşeni			
€ ₂	Dielektrik Sabitinin Sanal Bileşeni			
А	Hava			
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu			
Ag	Gümüş			
AI	Alüminyum			
AI_2O_3	Safir			
Ar	Argon			
AR	Yansıtmasız			
В	Manyetik Alan			
BN	Bornitrat			
с	Boş Uzaydaki Işığın Hızı (2,99792 x 10 ⁸ m/s)			
Cu	Bakır			
CVD	Kimyasal Kaplama Yöntemi			
D	Elektriksel Yer Değiştirme Vektörü			
DC	Doğru Akım			
E	Elektrik Alan			
е	Elektron yükü (1,6 x 10 ⁻¹⁹ C)			
Eg	Yasak Enerji Aralığı			
Н	Yüksek Kırma İndisli İnce Film			
Hg	Сіvа			
HR	Yüksek Yansıtmalı			
HV	Yüksek Vakum			
I	lşık Şiddeti			
k	Tükenme Sabiti			
L	Düşük Kırma İndisli İnce Film			
LV	Alçak Vakum			
m	Elektron Kütlesi (9,10953 x 10 ⁻³¹ kg)			

М	Transfer Matrisi
MOSFET	Metal Organik Yarıiletken Alan Etkili Transistör
MV	Orta Vakum
n	Kırma İndisi
Ν	Kompleks Kırma İndisi
N ₂	Azot Gazı
n _H	Yüksek Kırma İndisi
NIR	Yakın Kırmızıaltı Bölge
n _L	Düşük Kırma İndisi
n _o	Havanın Kırma İndisi
n _s	Alttaş Kırma İndisi
O ₂	Oksijen Gazı
р	Dipol Moment
Р	Kutuplanma
P _{Ar+O2}	Argon + Oksijen Gazı Basıncı
Pç	Çalışma Basıncı
P _{N2}	Azot Gazı Kısmi Basıncı
P _{O2}	Oksijen Gazı Kısmi Basıncı
PVD	Fiziksel Kaplama Yöntemi
q	Elektrik yükü
R (%)	Optik Yansıtma
R	Direnç
r	Yansıtma Katsayısı
RF	Radyo Frekans
RMS	Ortalama
S	Poynting Vektörü
Si	Silikon
Si_3N_4	Silisyumnitrür
SiO ₂	Silisyumdioksit
T (%)	Optik Geçirgenlik
t	Geçirme Katsayısı
TCR	Direncin Sıcaklık Katsayısı (Temperature Coefficient of Resistance)
Ті	Titanyum
TiN	Titanyumnitrür

TiO ₂	Titanyumdioksit
T _{MAX} (%)	Maksimum Geçirgenlik
TÜBİTAK	Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu
UHV	İleri Yüksek Vakum
UV	Morötesi Bölge
V	Ortamda Yayılan Işığın Hızı
V	Uygulanan Gerilim
VHV	Çok Yüksek Vakum
VIS	Görünür Bölge
XHV	Aşırı Yüksek Vakum
Zr	Zirkonyum
α	Soğurma Katsayısı
δ	Faz Farkı
λ	Dalgaboyu
λ_0	Referans Dalgaboyu
ρ	Özdirenç
ω_0	Rezonans Frekansı
ω_{p}	Plazma Frekansı
γ	Sönüm Sabiti
η	Birim Hacimdeki Elektron Sayısı

1. GİRİŞ

Modern optik sistemlerin performansı, bu sistemlerde kullanılan lenslerin, prizmaların ve aynaların kalitesiyle doğrudan ilişkilidir. Optik sistemlerde kullanılacak olan malzemelerin yüzey yansıtıcılığı ancak üzerlerine kaplanacak ince filmler yardımıyla değiştirilebilir. Bu teknik sayesinde de lenslerin yansımalardan kaynaklanacak kayıpları engellenebilir ya da aynaların % 100'e varan oranlarda yansıtıcı olması sağlanabilir. Tüm bu nedenlerden ötürü optik ince filmlerin ve uygulama alanlarının önemi her geçen gün daha da artmaktadır. Savunma sanayinden telekominikasyona, sağlıktan dekoratif kaplamalara kadar çok geniş kullanım alanlarına sahiptirler. Özellikle de yüksek sıcaklıkta çalışabilen lazer yansıtan yalıtkan aynalar, dar band ya da geniş band geçirgen filtreler, güneş pilleri, birleştirilmiş optik lensler, mikroelektronik ile geniş alan mimari cam kaplamaları optik ince filmlerin kullanım alanlarından başlıcalarıdır. Gelişen bilim ve teknoloji sayesinde bu alanlara yenileri de eklenmektedir.

Yapılan tez çalışmasında tek katlı TiO₂, SiO₂ ve TiN ince filmlerinin, RF/DC reaktif magnetron kopartma tekniği kullanılarak cam ve silikon alttaşlar üzerine kaplanması hedeflenmiştir. Daha kaliteli filmler elde etmek amacıyla, deney koşullarının ince filmler üzerindeki etkisi incelenmiştir. Bu amaçla; reaktif gaz konsantrasyonu, RF/DC gücü, çalışma basıncı ve negatif alttaş besleme gerilimi gibi kaplama koşulları değiştirilerek bu parametrelerin kaplanan filmlerin özelliklerine olan etkileri belirlenmiştir. Böylece tek katlı TiO₂, SiO₂ ve TiN ince filmlerinin hangi deneysel koşullar altında daha kaliteli bir şekilde oluştuğu tespit edilmiştir.

Kaplanan filmlerin optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri NKD-8000 Spektrofotometresi kullanılarak elde edilmiştir. Bu eğrilere uygun bir optik modelleme ile uyuşum (fit) işlemleri yapılmış ve filmlerin kalınlıkları ile kırma indislerinin (n) ve tükenme sabitlerinin (k) dalgaboyuna göre değişim grafiği elde edilmiştir. Böylece hazırlanan ince filmlerin optik özellikleri belirlenmiştir.

Yapılan bu çalışmada ayrıca çok katlı kaplamaların görünür (VIS) ile yakın kırmızıaltı (NIR) bölgedeki optik davranışı rapor edilmiştir. TiO₂-SiO₂ malzemesi sırasıyla yüksek-düşük kırma indisli kaplama çifti olarak seçilmiştir. Bunların alttaşlar üzerine ardışık kaplanmasıyla görünür bölge ile yakın kırmızıaltı bölgesinde, iki ile dört katlı yüksek geçirgenliğe sahip filtreler ve dört, altı ve oniki katlı yüksek yansıtıcılığa sahip dielektrik aynalar hazırlanmıştır. Hazırlanan bu çok katlı yapıların optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri, matris teorisi kapsamında geliştirilen teorik modelle karşılaştırılmıştır.

2. KURAMSAL BİLGİLER

2.1. Vakum Bilimi

Vakum, kapalı bir hacmin basıncının 760 mm-Hg (Torr) olarak kabul edilen açık hava basıncından kademeli pompalar yardımıyla düşürülmesi, başka bir deyişle söz konusu ortamda gaz (ya da hava) basıncını yaratan moleküllerin pompalarla emilip boşaltılması olayına verilen isimdir.

Vakum, ortamdaki gaz miktarının bir ölçüsü olduğu için vakum seviyesini belirlerken ortamda bulunan gazların oluşturdukları basıncın ölçülmesi gerekmektedir. Basınç birimleri arasındaki ilişki aşağıdaki gibi verilir.

Bir vakum düzeneğinin hedeflenen basınç seviyesine inebilmesinde, en az pompalar kadar belirleyici olan bir diğer etken de düzenekte kullanılan malzemelerin vakuma uygunluğudur. Bu nedenle de vakum teknolojisinde kullanılacak malzemelerin seçiminde malzemelerin mekanik özellikleri, gaz atma yükü, buhar basınçları, vb. gibi hususlara dikkat etmek gerekmektedir.



Şekil 2.1. Deneylerde kullanılan paslanmaz çelikten yapılmış vakum kazanı.

Yaşadığımız ortamda 1 m³'teki atom ve molekül sayısı yaklaşık olarak 10²⁵ mertebesindedir. Atmosferde bulunan ve yaşamamız için gerekli olan bu gazlardan bir kısmı bazı fiziksel ve kimyasal işlemlerin gerçekleştirildiği ortamlarda sorun yaratabilir. Safsızlığın önemli olduğu bazı yarıiletken malzemelerin üretimi sırasında ortamda istenmeyen türden atomların bulunması, malzemelerin safsızlığını dolayısıyla da elektronik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir (Tarımcı ve Sarı, 2006). Bu sebepten, bu türden malzemelerin üretiminin yapıldığı ortamlarda vakum seviyesi arttırılıp malzeme içerisine girebilecek istenmeyen atomların sayısı en aza indirilerek malzemenin en saf biçimde elde edilmesi sağlanır. Vakum uygulamalarına dair verilebilecek bir diğer örnek ise ince film büyütme tekniğidir.

Vakum Aralıkları	Pascal (Pa)	mbar	Gaz Yoğunluğu
			(molekül / m³)
Alçak Vakum	10 ⁵ - 3,3 x 10 ³	1013 - 1	2,5 x 10 ²⁵ - 10 ²²
(LV)			
Orta Vakum	3,3 x 10 ³ - 10 ⁻¹	1 - 10 ⁻³	$10^{22} - 10^{19}$
(MV)			
Yüksek Vakum	10 ⁻¹ - 10 ⁻⁴	10 ⁻³ - 10 ⁻⁶	10 ¹⁹ – 10 ¹⁶
(HV)			
Çok Yüksek Vakum	10 ⁻⁴ - 10 ⁻⁷	10 ⁻⁶ - 10 ⁻⁹	$10^{16} - 10^{13}$
(VHV)			
İleri Yüksek Vakum	10 ⁻⁷ - 10 ⁻¹⁰	10 ⁻⁹ - 10 ⁻¹²	$10^{13} - 10^{10}$
(UHV)			
Aşırı Yüksek Vakum	<10 ⁻¹⁰	<10 ⁻¹²	<10 ¹⁰
(XHV)			

Çizelge 2.1. Vakumun sınıflandırılması ve bu sınıflandırmalara karşı gelen Pa ve mbar birimleri cinsinden basınç aralıkları ve gaz yoğunlukları.

2.2. İnce Film

İnce film, her bir bağımsız atomun alttaş üzerine dizilmesiyle oluşan ve kalınlığı yaklaşık 5 µm'den az bazen de 1 nm kadar ince olan malzeme katmanlarını tanımlamakta kullanılan bir kavramdır. Kaplama koşullarının değiştirilmesiyle elde edilen filmin özellikleri de değiştirilebilir.

Günümüzde ince filmlere olan ilgi, geniş kullanım ve uygulama alanlarına sahip olmaları nedeniyle oldukça yüksektir. Örneğin optik kaplama alanında; filmler, ışığın dalgaboyundan (~10⁻⁷ m) daha az olan kalınlıklara sahip olduklarından, girişim olayı prensibiyle çalışan bir takım yansıtıcı veya geçirici aygıtların yapımında kullanılırlar. Bunun dışında ince filmler yarıiletken teknolojisinde, mikroelektronik endüstrisinde, manyetik kaplamalarda, dekoratif amaçlı metalik kaplamalarda ve dayanıklılığı arttırmak amacıyla yapılan sert kaplamalarda da oldukça sık tercih edilmektedir. İnce filmler, malzemenin sadece çok ince bir katmanının kullanılmasıyla elde edilip, buna rağmen hala malzemenin özelliklerini taşıyabilmesi ve ayrıca daha pek çok yeni özellik (optik, manyetik, mekanik, elektriksel) kazanması nedeniyle ekonomik olarak büyük bir avantaja sahiptir.

2.2.1. İnce film oluşumu

İnce filmler, atomların ya da moleküllerin, kaplanacakları yüzeye vakum ortamında tek tek dizilmesi ile hazırlanan, kalınlıkları 10 Å ile birkaç µm arasında değişen kaplamalara verilen isimdir. İnce film oluşumu çekirdeklenme ve büyüme süreçlerini içerir. İnce film oluşumunun ilk aşamalarında kaplanacak olan malzeme, alttaş üzerine atomik veya moleküler formda ulaşır. Alttaşın yüzeyi çok sayıda atomun (~10¹⁹ m⁻²) veya molekülün tutunabileceği pek çok bölge içermektedir. Bu nedenle yüzeye ulaşan atomlar veya moleküller uygun bağlanma enerjileriyle yüzeye bağlanırlar.

Yüzeye tutunan atom yüzey üzerinde, eğer tutunma enerjisine eşit bir enerji elde edebilirse durağan kalamaz. Bunun yerine tekrardan buharlaşma, yer değiştirme veya sıçrama yapma şansını yakalar. Genelde atomun sıçrama olasılığı daha yüksektir. Diğer olayların yokluğunda, atom tekrardan buharlaşıncaya kadar bir tutunma pozisyonundan başka bir tutunma pozisyonuna sıçrar. Bu durum alttaşın sıcaklığına bağlı olup, 10 nm civarındaki bir bölgede gerçekleşir.

Sıçrama olayından sonra artık çarpışma ve birleşme olayları etkin olmaya başlar. Atomların alttaşın yüzeyine varış hızına bağlı olarak, sıçrayan bir atomun bir diğeriyle çarpışarak bağlı birer atom çifti oluşturma olasılığı vardır. Bu çift iki ayrı atom olarak ayrışabilir veya üçüncü bir atomla daha birleşerek üçlü bir atom yapısı oluşturabilir. Üçlü atom oluşturma durumu, atom çifti oluşturmaktan daha kararlı ve atomların ayrılmasından çok daha olası bir durumdur. Bunun nedeni aynı cins atomlar arasındaki bağın yüzeye bağlanmadan daha güçlü olmasından kaynaklanmaktadır (Leaver and Chapman, 1971). Benzer şekilde dört tane atomun birleşmesi üç atomun birleşmesinden daha kararlıdır ve bu durum böylece devam eder. Yeterli sayıdaki buhar atomu veya molekülü, alttaş üzerinde yoğunlaşarak burada kalıcı bir tabaka oluşturur. Alttaşın buhar atomlarına maruz kalmasından hemen sonra alttaş üzerinde küçük ama yüksek mobiliteye sahip atom gruplarının düzenli bir dağılım oluşturduğu gözlenir. Bu atom gruplarının her birisine "ada" denir ve bir ada boyutuna ulaşır ulaşmaz artık bozunmadan çok büyümenin baskın olacağı bir durum söz konusu olur. Kararlı adacıkların ince filmin büyümesi sırasında oluştuğu ve film oluşumunun başladığı bu sürece çekirdeklenme denir. Bu aşamada birincil çekirdek, yüzeye çarpan atomlarla ve kümeciklerle birleşerek adacıkların yoğunluğu doyuma ulaşıncaya kadar büyür (Leaver and Chapman, 1971). Filmin çekirdeklenme ve büyüme süreçleri Şekil 2.2'de görülmektedir.



Şekil 2.2. (111) NaCl alttaşı üzerine kaplanmış Ag filminin çekirdeklenme, büyüme ve birleşme evreleri (Ohring, 2002).

Her bir bireysel adacık, sıçrayan diğer atomlarla birleşerek büyümeye devam eder. Bu durum "büyüme evresi" olarak bilinir. Bu aşamada adacıklar mikroskop ile görünür duruma gelmiştir.

Bir sonraki aşama ise adacıkların birleşmesini içerir. Adacıklar büyümeye devam ederek komşu adacıklarla temas etmeye başlarlar. Böylece adacıklar birleşerek, tek bir adacık oluştururlar. Birleşme, adacıkların yoğunluğunu düşürerek yeni çekirdeklenmelerin oluşması için alttaş üzerinde lokal boşlukların oluşmasını sağlar. Bu birleşme süreci, gelişen yapılar arasında doldurulmamış kanallara sahip birleşik ağların oluşumuna kadar devam eder. Bunun sonucunda ise alttaş üzerinde birbirleriyle boşluklar nedeniyle ayrılmış yapılar oluşur.

Bu aşamadan sonra kaplamaya devam edilmesi durumda kanallar tamamen dolarak geride izole boşluklar bırakır. Zamanla bu boşluklar tek bir sürekli yapı oluşuncaya kadar dolar. Buradaki bir dizi kolektif olay kaplamanın başlangıç aşamalarında, tipik olarak ilk birkaç yüz angstromluk film kalınlıklarında, meydana gelen olaylardır.

Saf, kusur içermeyen, iyi paketlenmiş ve yüzey pürüzlülüğü düşük filmler hazırlamak için kaplama hızı, alttaş sıcaklığı, atom enerjisi gibi birçok etken değiştirilerek kaliteli filmler elde etmek mümkündür.

2.2.2. İnce filmlerin hazırlanması

Sadece fiziksel ya da sadece kimyasal işlemlerden yola çıkılarak çok değişik yöntemlerle ve teknolojilerle ince filmler hazırlanabilmektedir. Kaplama tekniklerini üç başlık altında incelemek mümkündür; ısıl buharlaştırma, kimyasal kaplama (CVD) ve RF/DC reaktif kopartmadır (sputtering).

Bu çalışma kapsamında, tek katlı ve çok katlı ince filmler, RF/DC reaktif magnetron kopartma yöntemiyle hazırlanmıştır. Kopartma yönteminin tercih edilmesinin nedenleri şöyle sıralanabilir:

- Kopartma olayı, diğer ince film kaplama yöntemlerine oranla daha enerjitik bir işlemdir. Hedeften kopan atomların sahip oldukları enerji 1-100 eV mertebelerindedir. Bu durum hedeften kopan atomların, alttaş yüzeyindeki hareket kabiliyetlerini arttırırken, atomların kendileri için en kararlı konumları bulabilmelerine olanak verir. Böylece büyük, zayıf bağlı ve gözenekli yapıların dağılarak, küçük fakat gözeneksiz yapıların oluşması sağlanır. Sonuç olarak daha sıkı paketli ve sağlam yapılar elde edilmiş olur.
- Kaplama işlemi öncesinde alttaş yüzeyinin argon bombardımanına maruz bırakılması alttaş yüzeyinin temizlenmesini ve kaplanacak olan ince filmin yüzeye daha iyi yapışmasını sağlar.
- Düşük vakumda ince film kaplamalarında çok yaygın kullanılan bir plazma yöntemidir.
- 4. Birden fazla malzeme ile çalışma imkanı sunarak çok çeşitli bileşiklerin ve alaşımların elde edilmesinde kullanılır.

2.3. Kopartma Teknikleri

Kopartma olayı vakum altında, ince film kaplamak amacıyla kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem, ince film kaplama yöntemlerinden fiziksel kaplama yönteminin (PVD) bir alt grubu olarak bilinir.

Temel olarak çalışma prensibi; katoda yerleştirilen hedef malzemesi üzerine odaklanan iyonların, hedef malzemenin atomlarına enerji ve momentum aktarması suretiyle, bu atomları ortama ve kaplanacak olan alttaş malzemesi üzerine saçtırması olayına dayanır.

Saçtırılarak alttaş üzerine kaplanan ve ince filmi oluşturan malzemeleri içeren yapıya hedef adı verilir. Kopartma olayı düşük vakumda gerçekleştiğinden hedef malzemeden kopan ve özgür kalan atomlar vakum kazanı içerisinde difüzyonla istedikleri yere gidebilirler. Böylece uygun bir konuma yerleştirilen örneği de kaplamış olurlar.

Plazma, mTorr mertebelerindeki bir basınç altında katot ile anot arasına yüksek gerilim (DC veya RF) uygulanması sonucu oluşturulur. Plazma oluşumu esnasında temel iyonizasyon işlemi şöyle gerçekleşir: katot yakınlarındaki elektrik alan katottaki birincil elektronları ivmelendirir. Bu enerjitik elektronlar, anoda gitmeden önce ortamdaki gaz molekülleriyle çarpışarak gaz moleküllerini iyonlaştırır ve sonuçta pozitif yüklü iyonlar ortaya çıkar. Bu durum ancak elektronların enerjilerinin, gaz moleküllerinin iyonizasyon enerjilerinden daha büyük olmasıyla sağlanır. Pozitif iyonlar daha sonra katodu bombardıman ederek hem katodun önündeki hedef malzemeden atom koparır hem de katot yüzeyinde ikincil elektronların oluşmasına neden olurlar. Oluşan bu ikincil elektronlar bir yandan gaz moleküllerinin iyonizasyonunu artırırken diğer yandan da kendiliğinden devam eden bir boşalma oluşumunu sağlarlar (Wasa and Hayakawa, 1992).

Kopartma yöntemi, alttaş üzerine metal veya yalıtkan ince filmlerin kaplanmasında oldukça yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Kopartma olayının avantajlarından birisi geniş ve girintili yüzeyleri, alttaşın dönmesine gerek kalmadan kaplıyor olabilmesidir.

Kopartma olayı her şeyden önce momentum transferi sonucunda meydana geldiği için kopartma olayında kullanılacak saçtırma gazının atomik ağırlığının fazla olması etkinlik açısından çok önemlidir. Kopartma olayında herhangi bir kimyasal reaksiyondan kaçınmak için genellikle soy gazlarla çalışılır. Böylece kopartma gazının hedefle herhangi bir etkileşime girmesi söz konusu olmaz. Argon hem ucuz olması hem de etkileşime girmeme eğilimi sebebiyle kopartma sistemlerinde en çok tercih edilen gazdır. Argon iyonları ile hedef bombardıman edilerek hedef atomlarının hedeften kopartılması sağlanır.

2.3.1. DC kopartma tekniği

Kopartma tekniklerinden ilki DC kopartmadır. Bu kopartma yönteminde 1-100 mTorr bölgesinde boşalmanın gerçekleşmesi amacıyla DC güç kaynağından elektrotlara birkaç yüz volt gerilim (200–800 V) uygulanarak enerji aktarımı gerçekleştirilir. Boşalma, hedef yüzeyinden yayılan ve ivmelenen elektronlar yardımıyla sürdürülür. Bu birincil elektronlar boşalma bölgesine girerek gaz atomlarıyla çarpışırlar ve gaz atomlarının iyonlaşmasına neden olurlar. Plazma içinde meydana gelen pozitif iyonlar, hedefe doğru ivmelenirler ve hedef atomlarını kopartırlar. Hedeften kopartılan atomlar alttaşa giderek burada yoğunlaşırlar ve film oluşumuna neden olurlar (Harsha, 2006).



Şekil 2.3. DC kopartma sistemi (Harsha, 2006).

Vakum kazanının içerisi, ihtiyaçlara göre 1x10⁻⁶ ile 1x10⁻¹⁰ Torr kadarlık bir aralıktaki taban basıncı seviyelerine kadar vakuma alınabilir. Bu işlem, kopartma işlemi yapılmadan önce sistemin içerisini temizlemek amacıyla yapılır ve taban basıncı seviyesi, kopartma işleminin gerçekleştirildiği çalışma basıncı seviyesinden oldukça düşüktür. Vakuma alma işleminden sonra kazanın içerisine basınç seviyesi 1-100 mTorr oluncaya kadar Ar gazı gönderilir. Kaplanacak olan malzeme atomlarının hedeften buhar fazına geçişi tamamıyla fiziksel momentum değiş tokuşuyla gerçekleşir. Bu olay kopartma yöntemine çok önemli bir özellik kazandırır. Ayrıca herhangi bir malzeme de bu yöntemle rahatlıkla kaplanabilir. Ancak DC kopartma yönteminin bir kısıtlayıcılığı vardır. O da hedef malzemesinin iletken olma zorunluluğudur. Aksi halde katotta biriken yük, Ar⁺ iyonlarının çarpmasını engeller ve kopartma olayının durmasına neden olur.

Yüksek enerjili parçacıkların kaynağı plazma içindeki elektronlardır. İyonlar katodu çevreleyen plazmaya ulaştıklarında, hedeften atomları sökecek yeterli enerjiyi elektrik alandan alırlar. DC kopartmada, gaz boşalmasının sürekliliğini sağlamak için gaz basıncının en az birkaç mTorr olması gereklidir. Vakum kazanındaki gaz moleküllerinin saçılması sonucunda saçtırılan malzemenin çoğu vakum kazanının duvarlarına yapışır. Hedef üzerine gelen enerjinin ancak çok azı hedeften atom kopartmaya harcanır. Enerjinin büyük bir bölümü hedefin ısınmasına neden olmaktadır. Bu nedenle de hedefteki ısınmayı azaltmak amacıyla hedefin soğutulması gerekir. Hedefin üzerinde ve magnetron'da ısınmadan dolayı oluşabilecek bozulmalardan kaçınmak için su soğutma sisteminin sürekli ve etkin olması gereklidir.

Kaplamadan hemen önce hedef üzerine tutunmuş gazlar gibi bir takım kirliliklerin temizlenmesi için hedef boştayken ya da engel (shutter) kapalı iken hedef kopartma işlemine tabi tutulur. Bu durum kaliteli bir film kaplaması için yapılan tipik bir uygulamadır.

Kaplama koşulları deneysel olarak belirlenebilmektedir. Kaplama hızı, hedef voltajı, çalışma gaz basıncı, kullanılan gazın türü, alttaş sıcaklığı ve alttaş beslemesi başlıca deneysel değişkenler arasında yer almaktadır. Bütün bu değişkenler birbirleriyle bağlantılıdır ve birbirlerinden bağımsız şekilde kontrol edilemezler. Ayrıca bu deneysel parametreler, alttaş üzerinde büyüyen filmin kompozisyonunu, yapısını, yoğunluğunu ve fiziksel özelliklerini belirleyici rol oynamaktadır.

2.3.2. RF kopartma tekniği

RF kopartma tekniği iletken, yarıiletken ve yalıtkan malzemelerin kaplanmasında kullanılan bir yöntemdir. Hedef yüzeyindeki yük birikimi, iletken olmayan malzemelerin saçtırılmasında DC metotların kullanımını kısıtlamaktadır. Fakat RF güç kaynağının kopartma tekniklerinde kullanılmaya başlanmasıyla birlikte iletken hedef kullanma mecburiyeti ortadan kalkmıştır. Her ne kadar RF kopartma tekniğindeki kaplama hızı, DC kopartmaya oranla daha düşük olsa da yalıtkanların RF kopartma yöntemiyle daha iyi bir şekilde kaplanabilmeleri bu tekniğin geniş bir alanda kullanılabilmesine olanak sağlamıştır.

RF güç kaynağının elektrotlar arasına uygulanmasıyla düşük basınçlarda (5-15 mTorr) kendiliğinden devam eden boşalma elde edilir. Yüksek frekanslarda titreşim yapan elektronlar, kopartma gazıyla olan çarpışmalarının dolayısıyla da iyonizasyonların artmasına neden olurlar. DC boşalmadan farklı olarak elektronlar anoda ulaşamaz. Çünkü RF boşalmanın içindeki elektronlar, elektrotlar arasında ileri-geri hareket ederek alandan kazandıkları enerjileri, iyonizasyona neden olmak için harcarlar (Harsha, 2006).

RF kopartma sistemlerinde, güç kaynağı ile plazma arasındaki empedans uyumunu sağlamak üzere empedans-uyuşum ünitesi (impedance-matching network) kullanmak gereklidir. RF kopartma sistemlerinde kullanılan frekans 13,56 MHz'dir.



Şekil 2.4. RF kopartma sistemi.

RF kopartmanın en önemli kullanım alanları SiO₂, Al₂O₃, BN, Si₃N₄ gibi yalıtkan malzemelerin kaplanmasıdır. Birçok yalıtkan bileşik formdadır. Fakat bunların hedeften alttaşa gerçek sitokiyometrelerini koruyarak taşınması nadiren gerçekleşmektedir. SiO₂ hedefi örneğinde oksijen kaybını azalmak dolayısıyla da hedefin sitokiyometresini koruyabilmek için ortama oksijen gazının verilmesi gerekebilir. Fakat bu durum kopartma hızının azalmasına sebep olur. Ayrıca hedefteki RF akımı dielektriği ısıtır. Eğer malzeme RF frekansına karşı dayanıksız bir malzemeyse, ısı oluşumu hedefin zarar görmesine neden olacaktır.

2.3.3. Reaktif kopartma tekniği

Reaktif kopartma, kaplanacak malzemenin en az bir kısmının veya tamamının gaz kaynağından kopartma sistemine gönderilmesi yoluyla gerçekleştirilen bir yöntemdir. Hedef malzemesi ile gaz fazın belli bir bölümü birleşerek reaksiyon ürünü olarak istenilen filmi üretir. Bu sebeple DC kopartma ile metal hedeften yalıtkan filmler üretilebilmektedir. Reaktif kopartma, özellikle düşük sıcaklıkta, diğer metotlarla elde edilemeyen bileşiklerin oluşturulmasında önem kazanır. Reaktif gaz basıncı, gazın akış hızı ve kopartma hızı, bileşiğin hedefte mi yoksa alttaşta mı oluşacağını belirlemektedir (Harsha, 2006). Doğru gaz akışı ve basıncında çalışılmadığı takdirde hedef zehirlenmesi (poisoning) olarak bilinen ve reaktif kopartmanın performansını engelleyici bir takım durumlar söz konusu olur. Bileşik istenildiği gibi sadece alttaş üzerinde değil hedef üzerinde de oluşacaktır. Bu durum kopartma veriminin dolayısıyla da kaplama hızının azalmasıyla sonuçlanır (Güttler et al., 2004).



Şekil 2.5. Reaktif kopartma sistemi.

2.3.4. Magnetron kopartma tekniği

DC ve RF kopartmanın ortalama kaplama hızları metaller için 200 Å/dk, metal olmayan malzemeler içinse 20 Å/dk olup bu değerler ısıl ince film kaplama tekniklerine oranla oldukça düşüktür. Bunun nedeni iyon yaratmakta kullanılan elektronların etkin bir şekilde kullanılamamasıdır.

Manyetik alan, ortamdaki elektronları etkin bir şekilde kullanarak, vakum kazanı içindeki iyonlaşmış gazın arttırılmasına katkıda bulunur. Bu şekilde, yüksek bir manyetik alan, oluşan plazmayı (iyonlaşmış gaz) hedefin yakınına odaklar ve sonuç olarak kaplama hızında bir artış gerçekleşir. Magnetron ise elektronların manyetik alanda sınırlandırılmasını sağlayan kopartma kaynağı olarak bilinmektedir.



Şekil 2.6. Magnetron kopartma sistemi.

Kuvvetli bir manyetik alanın varlığı, plazma içerisindeki elektronun aldığı yolun uzamasına ve elektronun anoda ulaşmadan uzun helissel bir yörünge izlemesine neden olur. Bu da iyonlaşacak olan nötral atomlar ile elektronlar arasındaki çarpışma olasılığını arttırır (Wasa and Hayakawa, 1992). Elektrik ve manyetik alanın varlığında, elektronlar hedef yakınında tuzağa düşürülerek iyonizasyonu arttırırlar. Manyetik alan, elektronların duvarlara ve alttaşa giden yollarını da azaltarak anoda giden elektronların birçok iyonlayıcı çarpışma sonucunda yok olmalarını böylece engellemiş olur. Magnetron kopartma ile yüksek kaplama hızlarına ulaşılır.



Şekil 2.7. Magnetron kopartma prensibi (Willey, 1996).

Magnetron kopartmanın en temel avantajı düşük basınçlarda (1-10 mTorr) katot yakınında yoğun bir plazma oluşturabilmesidir. Bunun anlamı iyonların, plazmadan katoda ivmelendirilmeleri sonucunda fiziksel çarpışmalardan kaynaklı enerji kayıplarının olmamasıdır. Kopartma olayında gelen enerjinin büyük bir kısmı katodun ısınmasında harcanır. Katodun soğutulması ise kopartma işleminde yüksek kaplama hızlarına ulaşılmasına bir kısıtlama getirir. NdBFe mıknatısların sıcaklığı, 80°C'nin üstünde kullanılmalarını engellemektedir.

Magnetron kopartma yönteminin önemli bir dezavantajı ise manyetik ve elektrik alan altında belli bir bölgede odaklanmış plazma etkileşimlerinin, hedefin tüm yüzey alanının sadece küçük bir bölgesinde meydana geliyor olmasıdır. Kopartma işlemi devam ettikçe, bu küçük bölgede meydana gelen aşınma, hedefin diğer bölgelerinden daha fazla olur. Bu şekilde magnetron kopartma yöntemiyle hedefin saçtırılmasında belli bir bölge tercihli olarak aşınırken hedefin geri kalanındaki aşınma daha azdır. Hedefin daha homojen bir şekilde aşınmasını sağlamak için manyetik ve elektrik alan ile hedef şekillerinin çok özel bir tasarımla dizayn edilmesi gerekmektedir.
2.3.4.1. Magnetron kopartma yöntemi uygulamaları

Magnetron kopartma, metal ve metal alaşımlarının endüstriyel üretiminde, hızlı, ucuz ve istenilen boyutlarda kolaylıkla yapılabilmesi nedeniyle oldukça etkin bir ince film kaplama yöntemidir. Geniş alanların kaplanması ve düşük alttaş sıcaklığı gibi avantajları da vardır. Bu yöntemle hazırlanan filmler genellikle polikristal veya amorf formundadır. Mikroelektronik ve sert kaplamalar en yaygın uygulama alanlarıdır. Bundan başka plastik parçaların üzerine metal kaplama uygulaması otomotiv endüstrisinde geniş bir alanda kullanılmaktadır. Cam üzerine yansıtıcı, karartıcı ve dekoratif kaplamalar metal hedeflerin saçtırılmasıyla oluşturulmaktadır.

2.4. Optik Katsayılar

Makroskopik düzeyde ortamın optik özelliklerinin belirlenmesi çok sayıdaki parametre yardımıyla yapılır. Yüzeyden meydana gelen yansıma, yansıma katsayısı veya yansıtıcılık (R) ile tanımlanmakta ve yüzey üzerinden yansıyan elektromanyetik dalga şiddetinin yüzey üzerine gelen dalga şiddetine oranı olarak ifade edilmektedir. Geçirme katsayısı veya geçirgenlik (T) ise geçen elektromanyetik dalga şiddetinin yüzey üzerine gelen dalga şiddetine oranı olarak ifade edilmektedir. Eğer ortamda soğurma varsa, soğurma katsayısı A olmak üzere, enerjinin korunumu gereğince şu koşul sağlanır (Fox, 2001):

$$R + T + A = 1 \tag{2.1}$$

Elektromanyetik dalgalar, ortamda bulunan yükler nedeniyle, malzemeler içerisinde boş uzaydakinden daha farklı bir şekilde yayılırlar. Bu nedenle dalganın hızında ve şiddetinde kompleks kırma indisiyle (N) tanımlanan bir değişim meydana gelir.

$$N = n - ik \tag{2.2}$$

Kompleks kırma indisinin reel bileşeni (n), boş uzaydaki ışığın hızının (c), ortamda yayılan ışığın hızına (v) oranı olarak ifade edilmektedir.

$$\boldsymbol{n} = \frac{c}{v} \tag{2.3}$$

17

Kompleks kırma indisinin sanal bileşeni (k) ise tükenme sabiti olarak bilinir ve ortamın soğurma katsayısı (α) ile direk olarak ilişkilidir. α ile k arasındaki ilişki, kompleks kırma indisli ortam içerisinde yayılan düzlem elektromanyetik dalga göz önüne alınarak bulunabilir.

$$E = E_0 e^{\frac{-i2\pi Nx}{\lambda_0}} e^{iwt} = E_0 e^{\frac{-2\pi kx}{\lambda_0}} e^{\frac{-i2\pi nx}{\lambda_0}} e^{iwt}$$
(2.4)

 E_0 elektrik alanın genliğini ve λ_0 ise boş uzaydaki ışığın dalgaboyunu göstermektedir. Buradaki $e^{\frac{-2\pi kx}{\lambda_0}}$ terimi, malzeme içerisindeki birtakım soğrulmalardan ötürü dalganın genliğinde gerçekleşen exponansiyel sönümü ifade etmektedir. E, kompleks konjugesiyle çarpılacak olursa şiddetteki azalmayı gösteren Beer Yasası elde edilmiş olur.

$$I \propto EE^{\star}$$
 (2.5)

$$I \propto E_0^2 e^{\frac{-4\pi kx}{\lambda_0}} \tag{2.6}$$

$$I = I_0 e^{-\alpha x} \tag{2.7}$$

Burada x doğrultusunda ilerleyen bir ışık için şiddetin değişimi gösterilmektedir. I_o , x=0'daki şiddeti gösterir. Ortamın ışığı soğurma miktarı soğurma katsayısı (α) ile tanımlanır ve ortamın birim uzunluğunda soğrulan ışık şiddeti şeklinde ifade edilir.

$$\alpha(\lambda) = \frac{2kw}{c} = \frac{4\pi k(\lambda)}{\lambda_0}$$
(2.8)

Bir ortamın kompleks kırma indisi (N) ile dielektrik sabiti (ϵ_r) arasındaki ilişki Maxwell denklemleri kullanılarak türetilmiş ve şu sonuç bulunmuştur (Simmons and Potter, 2000);

$$N = \sqrt{\epsilon_r} \tag{2.9}$$

Buna göre eğer kırma indisi kompleks bir nicelikse dielektrik sabiti de kompleks olacaktır.

$$\epsilon_r = \epsilon_1 - i\epsilon_2 \tag{2.10}$$

$$N^2 = \epsilon_r \tag{2.11}$$

Kompleks kırma indisi ile dielektrik sabitinin reel ve sanal kısımları ayrı ayrı birbirlerine eşitlenecek olursa;

$$\epsilon_1 = n^2 - k^2 \tag{2.12}$$

$$\epsilon_2 = 2nk \tag{2.13}$$

ifadeleri elde edilir. Buna göre N ve ϵ_r 'nin birbirlerinden bağımsız nicelikler olmadığı, n ve k biliniyorsa ϵ_1 'in ve ϵ_2 'nin bulunabileceği sonucuna ulaşılır.

 n_0 kırma indisli bir ortamdan, n_1 kırma indisli bir ortama geçen bir dalga için yansıma katsayısı şöyle ifade edilir (Fox, 2001):

$$R = \frac{(n_1 - n_0)^2}{(n_1 + n_0)^2} \tag{2.14}$$

Eğer ortam k₁ tükenme sabitli soğurgan bir ortamsa, o zaman bağıntı şu formu alacaktır:

$$R = \frac{(n_1 - n_0)^2 + k_1^2}{(n_1 + n_0)^2 + k_1^2}$$
(2.15)

2.4.1. Dispersiyon

Malzemelerin kırma indisi (n), tükenme sabiti (k), soğurma katsayısı (α), vb. gibi optik katsayıları, malzemeye gelen ışığın dalgaboyuyla değişen niceliklerdir. Bu nedenle bir malzemenin optik özelliklerinin tam olarak belirlenmesinde dispersiyon olarak adlandırılan bu dalgaboyu bağımlılığının tanımlanması gerekmektedir. Dispersiyon, her bir dalgaboyu için farklı optik katsayılar (n, k, α , vb.) vermektedir. Bu da her yeni malzeme için çok sayıdaki farklı değerin elde edilmesi anlamını taşımaktadır. Genelde optik katsayılar, bir model yardımıyla geliştirilen dispersiyon denklemi ile tanımlanırlar. Bu da malzemeleri tanımlamada kullanılacak parametre sayısında bir azalmaya neden olur. Çok kullanılan bazı modeller: Drude, Lorentz, Cauchy, Sellmeier'dir (Woollam, 2003).

Malzeme içerisinde herhangi bir soğurma olayı yokken, kırma indisinin artan dalgaboyuyla azalması gerekir ve buna normal dispersiyon denir. Soğurmanın olduğu durumlarda, soğurmanın etkisi geçinceye kadar kırma indisi bundan etkilenir ve davranışı değişir. Güçlü soğurmaların olmasıyla kırma indisinin davranışında meydana gelen bu dispersiyona ise normal olmayan dispersiyon adı verilir (Woollam, 2003).

2.5. Katıların Optik Özellikleri

Katıların optik özellikleri, elektromanyetik dalgalarla olan etkileşimlerinin bir sonucu olarak ortaya çıkmaktadır. Özellikle belirli bir dalgaboyu aralığı için indüklenmiş kutuplanma (polarization) veya manyetizasyon sergileyebilen malzemeler, içlerinden geçen ışığın karakterizasyonunu değiştirebilme potansiyeline sahiptirler. Bu değişimlerden bazıları ışığın şiddetinde azalma, dalgaboyunda kayma ve band aralığının genişlemesi, daralması veya filitrelenmesi şeklinde sıralanabilir.

Genellikle malzemeler, optik radyasyona verdikleri farklı tepkiler göz önüne alınarak sınıflandırılırlar. Yalıtkanların ve iletkenlerin, elektriksel kutuplanmaya verdikleri yanıtlar birbirlerinden farklıdır. Yalıtkanlarda bağlı yüklerin, dipollerin, vb. neden olduğu lokal olarak indüklenmiş kutuplanma meydana gelirken, iletkenlerde serbest yüklerin hareketlerinden dolayı indüklenmiş akımlar oluşur. Bazı durumlarda malzemeler, sadece lokal kutuplanmaların mümkün olduğu belirli bir sıcaklıkta ve frekansta yalıtkan gibi davranırken, koşulların yük taşınımına uygun olduğu durumlarda ise iletken gibi davranırlar. Örneğin çeşitli camlar ve yarıiletkenler, serbest yüklerin uyarılabildiği frekansların daha altında olan frekanslarda veya düşük sıcaklıklarda yalıtkan gibi, serbest yüklerin uyarılabilmesi için yeterli enerjinin sağlanabildiği ve böylece indüklenmiş elektrik akımının yaratılabildiği yüksek frekanslarda ve sıcaklıklarda ise iletken gibi davranırlar. Buna göre malzemeler (1) moleküler veya dipolar, (2) iyonik veya atomik ve (3) elektronik kutuplanmaları içeren lokal kutuplanma mekanizmalarında çok sayıda değişik davranış sergilerler. Bu da dalgaboyu değiştikçe optiksel davranışta meydana gelen büyük değişimlerin nedenini açıklar (Simmons and Potter, 2000).

2.5.1. İletkenlerin optik özellikleri

İletkenlerin optik özelliklerinde, sahip oldukları yüksek yansıtıcılık ön plana çıkmaktadır. Bundan ötürü de iletkenler, optik sistemlerde genellikle optik sinyallerin yansıtılması veya bir ortamın elektromanyetik dalgalardan korunması amaçlı uygulamalarda kullanılmaktadır. İletken kaplamalar, kırmızıaltı ve görünür bölgedeki ışığın yansımasını ayarlamak için aynamsı yüzeyler olarak hizmet vermektedir. Örneğin, mutfaklarda kullanılan mikrodalga fırınların içerisi ve çevresi, mikrodalga enerjisinden arındırılmak amacıyla metal bir kaplamayla tamamen çevrelenmiştir. İletkenler aynı zamanda düşük frekanstaki elektromanyetik sinyallerin algılanmasında ve emilmesinde (AM ve FM radyoları, televizyonlar, sinyaller ve radarlar için anten olarak) veya dalga kılavuzları icerisinde kılavuzlanmış mikrodalgaların ve radyo frekans dalgalarının (RF) taşınmasında kullanılmaktadır (Simmons and Potter, 2000).

2.5.1.1. Drude modeli

Elektromanyetik alan içerisindeki yüklerin hareketleri, yüklerin çiftlenmiş harmonik osilatörler ve alanın da sürücü kuvvet olarak ele alınmasıyla kolaylıkla incelenebilmektedir. Yalıtkanlarda yükler bağlı elektronlardır ve buna göre de geri çağırıcı kuvvet iyon merkezlerinden kaynaklanan coulomb kuvvetidir. Metallerde ise yükler serbest elektronlardır. Bu nedenle de ortada hiçbir geri çağırıcı kuvvet bulunmaz. Drude, bu yaklaşımı kullanarak optik radyasyona maruz kalan bir metal için serbest elektronların davranışını açıklayan çok temel bir model geliştirmiştir. Bu model, metallerin neden iyi birer ısıl ve elektriksel iletken olduğunun, metallerin iyi yansıtıcı olmasını da içeren pek çok optiksel özelliklerinin, vb. açıklanmasında kullanılır. Öte yandan, optiksel spektrumun daha detaylı olarak açıklanmasında band teorisinin kullanılması gerekmektedir.

Her birinin kütlesi m, yükü e olan ve birim hacimde η tane bulunan serbest elektron, x yönündeki değişken elektrik alana maruz bırakılsın. Serbest elektronlar için hareket denklemi Newton'un ikinci yasası gereği şöyle verilir;

$$m\frac{d^2x}{dt^2} = q\boldsymbol{E} = -e\boldsymbol{E}_0 e^{iwt}$$
(2.16)

 $\mathbf{x}(t) = \mathbf{x}_0 e^{iwt}$ çözüm önerisi yapılırsa,

$$x_0 = \frac{eE_0}{mw^2}$$
(2.17)

ifadesine ulaşılır. Burada x(t) elektronların denge konumdan olan yer değiştirmelerini göstermektedir. Buradan dipol momenti (**p**) ve malzemenin kutuplanması (**P**) yazılacak olursa:

$$p(t) = -ex(t) = \frac{-e^2 E(t)}{mw^2}$$
(2.18)

$$\boldsymbol{P}(t) = \sum \boldsymbol{p} = \frac{-\eta e^2 \boldsymbol{E}(t)}{m w^2}$$
(2.19)

Elektriksel yer değiştirme vektörü (**D**), uygulanan elektriksel alan (**E**) ve kutuplanma (**P**) arasındaki ilişkiden;

$$\boldsymbol{D} = \boldsymbol{\epsilon} \boldsymbol{E} = \boldsymbol{\epsilon}_0 \boldsymbol{\epsilon}_r \boldsymbol{E} = \boldsymbol{\epsilon}_0 \boldsymbol{E} + \boldsymbol{P} \tag{2.20}$$

$$\epsilon_r = N^2 = 1 + \frac{P(t)}{\epsilon_0 E(t)} = 1 - \frac{\eta e^2}{\epsilon_0 m w^2}$$
(2.21)

elde edilir. "Eş. 2.21." deki ikinci terim için plazma frekansı tanımı yapılır:

$$w_{\rho}^{2} = \frac{\eta e^{2}}{\epsilon_{0}m} \tag{2.22}$$

Böylece dielektrik sabiti şu formu alır:

$$\epsilon_r(w) = 1 - \frac{w_p^2}{w^2}$$
 (2.23)

"Eş. 2.23."teki bağıntıdan dielektrik sabitinin, düşük frekanslarda negatif, plazma frekansı olarak tanımlanan bir frekansta sıfır ($\epsilon_r(w_p)=0$) ve yüksek frekanslarda ise pozitif olacağı görülmektedir. Buna göre plazma frekansının altındaki frekanslarda kompleks kırma indisinin sanal olması söz konusu olur ki bu da elektromanyetik dalganın metal içerisinde yayılamayacağını ve tamamen yansıyacağını gösterir (Simmons and Potter, 2000).

Ortamın kompleks kırma indisi, kompleks dielektrik sabitine $N = \sqrt{\epsilon_r}$ eşitliğiyle bağlıdır. Buna göre yansıma katsayısı şu ifadeyle verilecektir;

$$R = \left|\frac{N-1}{N+1}\right|^{2}$$
(2.24)

Şekil 2.8. Drude modeli için yansıma katsayısının değişimi (Fox, 2001).

Drude modeline göre bir metalin yansıma katsayısı Şekil 2.8'deki gibi bir değişim sergileyecektir. Fakat bazı metallerin frekansa bağımlı yansıma katsayılarında, bağlı elektronların katkılarından ötürü zayıf osilasyonlar meydana gelmektedir (Şekil 2.9.). Bağlı elektronların etkileri Lorentz modeliyle, serbest elektronların etkileri ise Drude modeliyle açıklanmaktadır. Buna göre her iki katkının da göz önüne alınarak geliştirildiği modele Drude-Lorentz modeli denilmiştir (Simmons and Potter, 2000).



Şekil 2.9. Frekansa bağlı olarak metallerin yansımasındaki değişim. (Simmons and Potter, 2000).

Buna göre daha önceden yazılan Drude denklemine ilave olarak bir sönüm terimi eklenerek bağıntılar yeniden türetilebilir.

$$m\frac{d^2x}{dt^2} + m\gamma\frac{dx}{dt} = qE = -eE_0e^{iwt}$$
(2.25)

$$\boldsymbol{\epsilon}_{\boldsymbol{r}}(w) = 1 - \frac{w_{\boldsymbol{p}}^2}{(w^2 - \frac{iw\gamma}{m})}$$
(2.26)

2.5.2. Yalıtkanların optik özellikleri

İletkenlerin aksine, yalıtkanlarda indüklenmiş akımlar oluşamaz. Bu nedenle de zamanla değişen bir elektromanyetik alanın varlığında malzemenin içerisi bu alandan arındırılamaz. Sonuç olarak da optik dalgalar yalıtkanlar içerisinde yayılırlar ve malzemenin dielektrik katsayısı ve kırma indisi ile soğurma ve saçılma mekanizmaları yalıtkanların optik özelliklerini karakterize etmekte kullanılır. Yalıtkanlar ve özellikle de camlar, optik spektrumun bazı bölgelerinde geniş bir geçirgenlik penceresine sahiptirler. Bu geçirgenlik penceresinin bulunduğu dalgaboyu aralığında dielektrik sabiti oldukça zayıf bir dispersiyon sergiler ve böylece malzeme ışığı çok az kayıp olacak şekilde geçirir. Geçirgenlik penceresinden uzaktaki spektral bölgede ise kırma indisinde ve dielektrik sabitinde dispersiyona neden olabilecek güçlü kutuplanma mekanizmaları indüklenir. Bu da soğrulmaların artışını beraberinde getirir (Simmons and Potter, 2000).

Yalıtkanların optik özelliklerinde, sahip oldukları yüksek geçirgenlik daha ön plana çıkmaktadır. Yalıtkanlar genellikle optik lenslerde, optik dalga kılavuzlarında (fiber iletişimlerinde), optik filtre yapımında ve dielektrik aynalarda sıklıkla kullanılmaktadır.

Yalıtkanların kutuplanması elektromanyetik spektrum boyunca pek çok değişime uğrar. Tüm bu değişimler ise kırma indisinin dispersiyonunu etkileyecek ve soğurmaya neden olacaktır (Şekil 2.10.). Kutuplanma süreçlerini içeren değişimler şu yapısal uyarılmalardan kaynaklıdır:

- Dipolar kutuplanma: Eğer yalıtkan içerisinde polar moleküller mevcutsa ısısal uyarılmalar dipolleri rastgele yönlendirir. Dışarıdan uygulanan elektrik alan ise bu dipolleri belirli bir hizaya sokacaktır.
- İyonik kutuplanma: İyon merkezlerinin çevresindeki bağlı elektronlar ve değerlik elektronlarının oluşturduğu elektron bulutu ile iyonik yük merkezlerinde meydana gelecek ufak bir kayma, indüklenmiş dipol oluşumuna neden olur.
- Elektronik kutuplanma: Foton uyarımı ile bağlı oldukları durumları terk eden değerlik elektronları, metallerde olduğu gibi kutuplanmaya katkıda bulabilecek serbest elektron oluşumuna neden olurlar.



Şekil 2.10. Kırma indisi ile soğurma katsayısının frekansa bağlı değişimi (Fox, 2001).

2.5.2.1. Lorentz modeli

Lorentz modeli, yalıtkanların optiksel davranışının belirlenmesinde kullanılan iyi bir yaklaşımdır. Lorentz modelinde, basit harmonik osilatörün hareketinden yola çıkılarak yalıtkanlar için kutuplanma belirlenmiştir.

Çekirdeğe bağlı tek bir elektrondan oluşan bir atom için uygulanan elektromanyetik dalganın etkisinde, elektron bulutu elektrostatik Coulomb çekimi ve itimi altında hareket edecektir. Buna göre değişken elektrik alan altındaki elektron bulutunun hareket denklemi şöyle verilir:

$$\boldsymbol{E}(t) = \boldsymbol{E}_0 e^{iwt} \tag{2.27}$$

$$m\frac{d^2x}{dt^2} + m\gamma\frac{dx}{dt} + mw_0^2 \mathbf{x} = q\mathbf{E} = -e\mathbf{E}_0 e^{iwt}$$
(2.28)

"Eş. 2.28."deki birinci terim ivmeyi, ikinci terim ışımadan kaynaklı enerji kayıplarından veya fononlarla olan çarpışmalarından kaynaklı sönüm kuvvetini, üçüncü terim basit harmonik hareketteki geri çağırıcı kuvveti ve eşitliğin sağ tarafındaki terim ise lokal elektrik alandan kaynaklı sürücü kuvveti göstermektedir.

$$\boldsymbol{x}(t) = \boldsymbol{x}_0 e^{iwt} \tag{2.29}$$

şeklinde bir çözüm önerisi yapılırsa;

$$x_0 = \frac{-eE/m}{w_0^2 - w^2 - i\gamma w}$$
(2.30)

ifadesine ulaşılır. Burada **x**(t) elektronların denge konumdan olan yer değiştirmelerini göstermektedir. Buradan malzemenin dipol momenti (**p**) ile kutuplanması (**P**) yazılacak olursa:

$$\boldsymbol{p}(t) = -\boldsymbol{e}\boldsymbol{x}(t) \tag{2.31}$$

$$P(t) = \sum p = \frac{\eta e^2}{m} \frac{1}{(w_0^2 - w^2 - i\gamma w)} E$$
(2.32)

ifadeleri elde edilir. Elektriksel yer değiştirme vektörü, uygulanan elektriksel alan ve kutuplanma arasındaki ilişkiden;

$$\boldsymbol{D} = \boldsymbol{\epsilon} \boldsymbol{E} = \boldsymbol{\epsilon}_0 \boldsymbol{\epsilon}_r \boldsymbol{E} = \boldsymbol{\epsilon}_0 \boldsymbol{E} + \boldsymbol{P} \tag{2.33}$$

$$\epsilon_r = N^2 = 1 + \frac{P(t)}{\epsilon_0 E(t)} = 1 + \frac{\eta e^2}{\epsilon_0 m} \frac{1}{(w_0^2 - w^2 - i\gamma w)}$$
(2.34)

ifadelerine ulaşılacaktır. Genellikle optik ortamlar, safsızlıklar ve örgü bozuklukları gibi nedenlerden ötürü pek çok karakteristik rezonans frekansı sergiler ve dielektrik sabiti şu formu alır:

$$\epsilon_{r}(\omega) = N^{2} = 1 + \frac{P(t)}{\epsilon_{0}E(t)} = 1 + \frac{\eta e^{2}}{\epsilon_{0}m} \sum_{v} \frac{1}{(w_{v}^{2} - w^{2} - i\gamma_{v}w)}$$
(2.35)

2.5.2.2. Cauchy modeli

Cauchy dispersiyon modeli genellikle geçirgen malzemelere uygulanabilen tamamıyla empirik olarak geliştirilmiş bir modeldir. Cauchy modeli, sadece malzemenin geçirgen olduğu dalgaboyu aralığı için geliştirilmiş olması nedeniyle yasak enerji band aralığı bölgesinden uzaktaki yalıtkanlara, organik ve yarıiletken malzemelere uygulanabilmektedir (Woollam, 2003). Cauchy dispersiyon modeli şu şekilde verilmektedir:

$$n(\lambda) = A_0 + \frac{A_1}{\lambda^2} + \frac{A_2}{\lambda^4} + \cdots,$$
(2.36)

Burada A₀, A₁, A₂,... katsayıları malzemelere özgü sabitler olup dalgaboyu aralığı için kırma indisinde meydana gelen değişim tanımlanmaktadır. Bu modele göre dalgaboyu artışı beraberinde kırma indisinde bir azalmaya neden olacaktır. Şekil 2.11'de görülen bu davranış tüm geçirgen malzemelerin gösterdiği bir davranıştır.



Şekil 2.11. SiO₂, Al₂O₃ ve Si₃N₄ için Cauchy dispersiyon modeli (Woollam, 2003).

2.5.2.3. Sellmeier modeli

Sellmeier dispersiyon modeli de yine yalıtkan ve geçirgen malzemelere uygulanabilen yarı-empirik bir modeldir. Sellmeier dispersiyon modeli şu şekilde verilmektedir:

$$n(\lambda) = \sqrt{(A_0 + \frac{A_1\lambda^2}{\lambda^2 - B_1^2} + ...)}$$
(2.37)

Burada A₀, A₁, B₁,... katsayıları malzemelere özgü sabitler olup dalgaboyu aralığı için kırma indisinde meydana gelen değişim tanımlanmaktadır.

2.6. Optik Kaplama Malzemeleri

Bu tez çalışması kapsamında hazırlanan tek katlı ve çok katlı ince film kaplamalarında, alttaş malzemesi olarak cam ve silikon, kaplama malzemeleri olarak TiO₂, SiO₂ ve TiN kullanılmıştır. Bu filmlerin optik karakterizasyonunda ise yukarıda özetlenen modeller uyuşum işlemleri için kullanılmıştır.

2.6.1. Cam

Cam, çoğunlukla saydam veya yarısaydam halde kullanılan, sert ve kırılgan olan inorganik katı bir malzemedir. Temel olarak silikadan (SiO₂) ve alkali metallerden meydana gelmiştir. Bu malzemeler yüksek sıcaklılara kadar ısıtılıp eriyik hale getirildikten sonra çok hızlı bir şekilde soğutulurlar. Yeni oluşan katı düzgün bir kristal formu oluşturmaya yeterli zaman bulamaz ve sonuç olarak amorf bir yapı meydana gelir. Bu yapı cama sağlamlık ve saydamlık özelliğini kazandırır. Cam mimari uygulamalardan uzay araştırmalarına ve optik sistemlere kadar oldukça geniş uygulama alanına sahip bir malzemedir. Değişik uygulamalar ve kullanım alanları nedeniyle istenilen özellikleri sağlayacak değişik cam türleri mevcuttur. Bu tez çalışması kapsamında kullanılan camlar 1737F camı ve mikroskop camıdır. 1737F camı görünür bölgede sağladığı düzgün ve yüksek geçirgenliği nedeniyle özellikle çok katlı geçirgen filtre, optik pencere, dielektrik ayna ve mikroelektronik uygulamalarında sıklıkla tercih edilen bir malzemedir. Mikroskop camı ise görünür bölgedeki yüksek geçirgenliğinden ötürü deneysel çalışmalarda alttaş malzemesi olarak kullanılmaktadır.



Şekil 2.12. 1737F camının dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik (siyah yuvarlak çizgi) ve optik yansıtma (mavi üçgen çizgi) eğrileri.



Şekil 2.13. 1737F camının daha geniş bir spektral bölgede dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik eğrisi.



Şekil 2.14. Mikroskop camının dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik (siyah yuvarlak çizgi) ve optik yansıtma (mavi üçgen çizgi) eğrileri.



Şekil 2.15. Mikroskop camının daha geniş bir spektral bölgede dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik eğrisi.

2.6.2. Silikon

Silikon (Si), 3-5 µm kırmızıaltı bölgesi için tasarlanan optik sistemlerde oldukça sık kullanılan yarıiletken bir malzemedir. Bu bölgedeki kırma indisi yaklaşık olarak 3,4'tür. Sahip olduğu ısıl iletkenlik, düşük atomik kütle ve dayanıklılık gibi özelliklerinden ötürü silikon, lazerler için ayna olarak, 1,2-6,7 µm bölgesi için pencere ve lens olarak kullanılmaktadır.



Şekil 2.16. Silikonun dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik eğrisi.

2.6.3. Titanyumdioksit

Titanyumdioksit (TiO₂) geniş bir bölgeyi içine alan geçirgenliği (350-1100 nm), yüksek kırma indisi, düşük soğurganlığı, yüksek dielektrik sabiti, yüksek mekanik ve kimyasal dayanıklılığı ile iyi bir yalıtkan olma (ρ =10¹³ Ω .cm) gibi üstün fiziksel özelliklere sahip bir malzemedir. Ayrıca çevresel etkenlere karşı da dayanıklıdır. Tüm bu özelliklerinden ötürü görünür ve yakın kırmızıaltı bölgesinde kullanılan optik kaplamalar, sert kaplamalar, lazer optiği, mimari cam kaplamaları, soğuk/sıcak aynalar, mikroelekronik aygıt uygulamaları, fotokatalizör, güneş pilleri, gaz sensörleri ve kendi kendini temizleyen pencereler gibi çok geniş teknolojik uygulamalara sahiptir. TiO₂ ince filmlerinin hazırlanmasında pek çok yöntem kullanılmaktadır. Genellikle kopartma ve elektron demetiyle buharlaştırma (e-beam evaporation) teknikleriyle beklenen özelliklere sahip katmanlar elde etmek mümkündür. Reaktif kopartma yöntemi, TiO₂ ince filmlerin hazırlanmasında, gaz akışı, çalışma basıncı, alttaş sıcaklığı gibi kaplama parametrelerinin düzgün bir şekilde kontrolüne olanak vermesi nedeniyle en çok kullanılan yöntemdir. Kopartma yönteminin diğer bir ilgi çekici özelliği ise kaplamanın oda sıcaklığında yapılıyor olmasıdır. Bu durum özellikle sıcaklığa karşı yüksek hassasiyete sahip olan alttaşların kullanıldığı uygulamalarda büyük kolaylık sağlamaktadır.

Titanyumdioksit filmlerinin özellikleri, hazırlama metotlarına ve kaplama parametrelerine bağlılık gösterir (Jin et al., 2003; Heo et al., 2005; Pérez-Pacheco et al., 2009). Bu nedenle de bu filmlerin özelliklerini, kaplama koşullarını göz önüne alarak karakterize etmek önemlidir. Reaktif gaz basıncının, kaplama hızının ve alttaş sıcaklığının, filmlerin paketlenme yoğunluğunu, kristalliğini ve optiksel özelliklerini belirleyen başlıca parametreler olduğu bilinmektedir.

2.6.4. Silisyumdioksit

Silisyumdioksit (SiO₂) ince filmi sahip olduğu elektriksel ve optik özellikleri nedeniyle yarıiletken, optik ve elekro-optik endüstrisinde oldukça sık kullanılan önemli bir malzemedir. Düşük kırma indisi (λ =550 nm'de n=1,46) ve 200 ile 2000 nm bölgesindeki düşük soğurma katsayısı sebebiyle güneş pilleri ve yüksek güç lazerleri gibi optik uygulamalarında kullanılan yansıtmasız (antireflective) ya da yüksek yansıtan dielektrik ayna (high reflective mirror) kaplamalarının potansiyel bir malzemesidir. Sahip olduğu mükemmel dielektrik özellikleri sebebiyle de entegre devrelerin temel taşlarından olan MOSFET uygulamalarında çok geniş bir kullanım alanı vardır. SiO₂ filmlerin hazırlanmasında genellikle elektron demetiyle buharlaştırma ve kopartma teknikleri kullanılmaktadır.

2.6.5. Titanyumnitrür

Titanyumnitrür (TiN) kaplamaları, yalıtkan malzemelerde bulunan kovalent bağlar, yüksek sertlik ve erime sıcaklığı gibi özellikleri içerisinde barındırırken, metalik elektriksel iletkenlik, düşük sürtünme katsayısı, kimyasal dayanıklılık gibi ilave özelliklere sahip olmasından ötürü çok dikkat çeken sihirli bir malzemedir. Ayrıca görünür bölgede sergilediği yüksek optik geçirgenliğinden ve sahip olduğu altın renginden ötürü de optik ve dekoratif kaplamalarda oldukça sık tercih edilir. TiN'ün bu tip olağanüstü özelliklere sahip olması, onu geniş uygulama alanlarının ve teknolojik uygulamaların aranılan malzemesi haline getirmiştir. Sahip olduğu bu üstün özelliklerden ötürü mekanik parçaların ve kesici aletlerin sert kaplamasından yarıiletken teknolojisindeki difüzyon bariyerlerine kadar oldukça geniş bir alanda kullanılmaktadır.

TiN kaplamalar çok çeşitli yöntemler kullanılarak hazırlanabilir. Bunlar arasında fiziksel kaplama yöntemi, film ile metal veya seramik alttaşlar arasında oldukça iyi bir yapışma sağlaması açısından sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. RF/DC reaktif magnetron kopartma ise geniş skaladaki uygulamaları nedeniyle kullanılmaktadır.

Bugüne kadar yapılan pek çok çalışma, reaktif olarak saçtırılan TiN filminin yapısının ve özelliklerinin kaplama koşullarına olan bağlılığını araştırmaya yöneliktir (Vaz et al., 2002; Jeyachandran et al., 2007). Filmin özellikleri ile kaplama koşulları arasındaki ilişkinin bilinmesi, TiN kaplamalarının uygulamaları açısından önem teşkil etmektedir. Örneğin; TiN filmin renginin ve tonunun tam bir uyum içinde altın rengini vermesi, kaplanan malzemenin stokiyometresine ve mikroyapısına bağlıdır. Ayrıca yapılan çalışmalar göstermiştir ki; alttaş beslemesi olmaksızın (iyon bambardımanı) kaplanan filmler, koyu kahverenginde ve oldukça yüksek bir dirence sahip olmaktadır (Valvoda et al., 1988). Uygun bir negatif alttaş beslemesi altında ise yoğun altın renginde ve düşük dirençli filmlerin elde edildiği görülmüştür (Mumtaz et al., 1982). Yine de bazı araştırmacılar hiçbir besleme yapılmadan da altın renkli ve düşük dirençli filmlerin elde edilebildiğini iddia etmişlerdir (Manory, 1987). Bu da kaplama koşullarının filmin özelliklerine olan etkisinin araştırılmasını gerekli kılmaktadır.

2.7. Transfer Matris Kuramı

Optik ince filmlerin pek çok alanda kullanılmasıyla birlikte çok katlı ince film kaplamaların önemi her geçen gün artmaktadır. Her bir bireysel katmanın kalınlığının ve kırma indisinin dikkatli bir şekilde belirlenmesiyle istenilen optik cevabı veren çok katlı yapılar hazırlanabilmektedir. Bu çok katlı yapıların tasarımını yapabilecek ve performansını analiz edebilecek çeşitli hesaplama yöntemleri mevcut olup bu yöntemlerden en bilineni transfer matris metodudur. Bu metot ilk kez 1950 yılında F. Abelés tarafından önerilmiş olup o tarihten bu yana geliştirilmiştir. Bu metodun temeli, bir optik katman için bütün yansıtılmış ya da geçirilmiş demetlerin elektrik alan ve manyetik alan bileşenlerinin Maxwell denklemlerinin genel sınır şartlarını sağlayacak şekilde toplanması prensibine dayanmaktadır (Pedrotti et al., 2007).

Burada elektromanyetik kuramdan bilinen bazı bağıntılar özetlenecektir. Poynting vektörü "Eş. 2.38." ile verilmektedir.

$$\boldsymbol{S} = \epsilon_0 c^2 (\boldsymbol{E} \boldsymbol{x} \boldsymbol{B}) \tag{2.38}$$

Bir dielektrik ortamda yayılan elektromanyetik dalganın elektrik alan ve manyetik alan bileşenlerinin genlikleri arasında "Eş. 2.39." ile verilen bir ilişki vardır.

$$E = vB \tag{2.39}$$

Vakum ortamında ilerleyen elektromanyetik dalganın hızı sabittir ve "Eş. 2.40." ile verilen ifadeye eşittir.

$$c = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0 \mu_0}} \tag{2.40}$$

Burada ϵ_0 ve μ_0 sırasıyla boşluğun elektriksel ve manyetik geçirgenliğidir. Bu bağıntıların birleştirilmesiyle elektrik alan ve manyetik alan bileşenlerinin genlikleri arasında

$$B = \frac{E}{v} = \frac{n}{c}E = n\sqrt{\epsilon_0\mu_0}E \tag{2.41}$$

35

ile verilen bir ilişki olduğu görülür. Tek katlı bir ince filmden bir ışık demetinin yansıması Şekil 2.17'de görülmekte ve Maxwell sınır koşullarının uygulanacağı nicelikler burada tanımlanmaktadır.



Şekil 2.17. Tek katlı bir ince filmden bir ışık demetinin yansıması.

Şekil 2.17'de görüldüğü gibi ışık demetinin elektrik alan bileşeni, geliş düzlemine dik olacak şekilde seçilmiştir. Yüzeye gelen ışık demetinin bir kısmı, ilk olarak arakesit (a) düzleminde dış yansımaya uğrayarak kırma indisi n₀ ile gösterilen dış ortama geri dönmektedir. Demetin geri kalan kısmı ise kırma indisi n₁ olan ve manyetik olmayan ($\mu = \mu_0$) film içerisine geçmekte ve burada bir kısmı arakesit (b) düzleminde iç yansımaya uğrarken, bir kısmı kırma indisi n_s ile gösterilen alttaş malzemesi içerisine geçmektedir. Her bir demet boyunca elektrik alan bileşenleri sayfa düzleminden dışarı doğru (-z yönü) gösterilirken, manyetik alan bileşenleri ise "Eş 2.38."'i sağlayacak yönde gösterilmiştir. Ayrıca manyetik alanın y bileşeninin yansımada ters döndüğüne dikkat edilmelidir. a ve b sınırlarında elektrik alan bileşenlerinin büyüklüklerini tanımlamak için bir terminoloji geliştirilmiştir. Buna göre E_{r1}, a arakesitinde filmden yansıyan bütün çok katlı yansımaların toplamını, E_{i2}, b arakesitinde alttaş yüzeyinden yansıyan bütün çok katlı yansımaların toplamını göstermektedir.

Filmin homojen ve izotropik olduğu varsayımı altında a ve b arakesitleri üzerine gelen düzlem dalgaların elektrik alan ve manyetik alan bileşenleri için sınır koşulları basit olarak incelenecek olursa: **E** ve **B** alanlarının teğet bileşenleri arakesit üzerinde sürekli olup, her iki taraftaki büyüklükleri birbirine eşittir. Şekil 2.17'deki durum düşünüldüğünde: **E**, her yerde a ve b arakesitlerine teğet iken; **B**, y yönünde teğet bir bileşen ve x yönünde dik bir bileşenden oluşmaktadır. Böylece her iki arakesitte elektrik alan bileşenleri için sınır şartları;

$$E_a = E_0 + E_{r1} = E_{t1} + E_{i1} \tag{2.42}$$

$$E_b = E_{i2} + E_{r2} = E_{t2} \tag{2.43}$$

ile verilirken manyetik alan bileşenleri,

$$B_a = B_0 Cos\theta_0 - B_{r1} Cos\theta_0 = B_{t1} Cos\theta_{t1} - B_{i1} Cos\theta_{t1}$$
(2.44)

$$B_b = B_{i2} Cos\theta_{i1} - B_{r2} Cos\theta_{i1} = B_{t2} Cos\theta_{t2}$$
(2.45)

ile verilir.

"Eş. 2.44." ile "Eş. 2.45." yeniden düzenlenip elektrik alan bileşenleri cinsinden ifade edilecek olursa

$$B_a = \gamma_0 (E_0 - E_{r1}) = \gamma_1 (E_{t1} - E_{i1})$$
(2.46)

37

$$B_b = \gamma_1 (E_{i2} - E_{r2}) = \gamma_s E_{i2}$$
(2.47)

$$\gamma_0 = n_0 \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0} \cos \theta_0 \tag{2.48}$$

$$\gamma_1 = n_1 \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0} \cos \theta_{t1} \tag{2.49}$$

$$\gamma_s = n_s \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0} \cos \theta_{t2} \tag{2.50}$$

 E_{i2} , E_{t1} 'den sadece faz farkı δ 'dan dolayı farklıdır.

$$\delta = k_0 \Delta = \frac{2\pi}{\lambda_0} n_1 t Cos \theta_{t1}$$
(2.51)

Burada ko boş uzayın dalgavektörünü, Δ ise yol farkını göstermektedir.

$$E_{i2} = E_{i1} e^{-i\delta}$$
(2.52)

$$E_{i1} = E_{r2} e^{-i\delta}$$
(2.53)

"Eş. 2.52." ve "Eş. 2.53." kullanılarak "Eş. 2.43." ve "Eş. 2.47." ile verilen b 'deki sınır koşulları içindeki E_{i2} ve E_{r2} alanları yok edildiğinde,

$$E_{b} = E_{t1}e^{-i\delta} + E_{i1}e^{i\delta} = E_{t2}$$
(2.54)

$$B_{b} = \gamma_{1} (E_{t1} e^{-i\delta} - E_{i1} e^{i\delta}) = \gamma_{s} E_{t2}$$
(2.55)

ifadelerine ulaşılır. Buradan E_{t1} ve E_{i1} , E_b ve B_b cinsinden şu şekilde yazılırlar:

$$E_{t1} = \left(\frac{\gamma_1 E_b + B_b}{2\gamma_1}\right) e^{i\delta}$$
(2.56)

$$E_{i1} = \left(\frac{\gamma_1 E_b - B_b}{2\gamma_1}\right) e^{-i\delta}$$
(2.57)

"Eş. 2.56." ve "Eş. 2.57.", "Eş. 2.42." ve "Eş. 2.46."da kullanılıp $2Cos\delta = e^{i\delta} + e^{-i\delta}$ ve $2iSin\delta = e^{i\delta} - e^{-i\delta}$ trigonometrik bağıntılarından yararlanıldığında a sınırı için elektrik alan ve manyetik alan bileşenleri tanımlanabilir:

$$E_{a} = E_{b} Cos \delta + B_{b} \left(\frac{i Sin \delta}{\gamma_{1}} \right)$$
(2.58)

$$B_a = E_b(i\gamma_1 Sin\delta) + B_b Cos\delta$$
(2.59)

Bu iki denklem çifti "Eş. 2.60."da verilen bir matris formunda ifade edilebilir:

$$\begin{bmatrix} E_a \\ B_a \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos\delta & \frac{iSin\delta}{\gamma_1} \\ i\gamma_1Sin\delta & \cos\delta \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_b \\ B_b \end{bmatrix}$$
(2.60)

"Eş. 2.60."da verilen bu 2x2'lik matrise filmin transfer matrisi adı verilir ve en genel formda şu şekilde yazılır:

$$M = \begin{bmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{bmatrix}$$
(2.61)

Eğer b sınırı alttaş değil de başka bir film katmanının arakesiti olsaydı, "Eş. 2.61." ile verilen ifade hala geçerli olurdu. Fakat E_b ve B_b alanları, ikinci film katmanının altındaki sınırda bulunan E_c ve B_c alanlarıyla ikinci bir transfer matrisi kullanılarak ilişkilendirilirdi. Buna göre yapılan bu formalizm N katlı bir yapı için genelleştirilecek olursa:

$$\begin{bmatrix} E_a \\ B_a \end{bmatrix} = M_1 M_2 M_3 \dots M_N \begin{bmatrix} E_N \\ B_N \end{bmatrix}$$
(2.62)

ifadesi elde edilecektir.

$$M_T = M_1 M_2 M_3 \dots M_N \tag{2.63}$$

Burada M_T bütün çok katlı yapıyı ifade etmektedir ve her bir katmana ait transfer matrislerinin çarpımına eşittir. Transfer matrisini bulabilmek için "Eş. 2.42.", "Eş. 2.43.", "Eş. 2.46." ve "Eş. 2.47."deki gerekli ifadeler yerlerine yazılacak olursa:

$$E_a = E_0 + E_{r1} (2.64)$$

$$E_b = E_{t2} \tag{2.65}$$

$$B_a = \gamma_0 (E_0 - E_{r1}) \tag{2.66}$$

$$B_b = \gamma_s E_{t2} \tag{2.67}$$

$$\begin{bmatrix} E_0 + E_{r1} \\ \gamma_0 (E_0 - E_{r1}) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_{t2} \\ \gamma_s E_{t2} \end{bmatrix}$$
(2.68)

"Eş. 2.68.", "Eş. 2.69." ve "Eş. 2.70." ile verilen ifadelere özdeştir.

$$1 + r = m_{11}t + m_{12}\gamma_s t \tag{2.69}$$

$$\gamma_0(1-r) = m_{21}t + m_{22}\gamma_s t \tag{2.70}$$

Buradaki yansıma (r) ve geçirme (t) katsayıları "Eş. 2.71." ile verilir.

$$r = \frac{E_{r1}}{E_0}$$
 , $t = \frac{E_{r2}}{E_0}$ (2.71)

"Eş. 2.69." ve "Eş. 2.70." çözülürse, transfer matrisinin elemanları cinsinden sırası ile "Eş. 2.72." ve "Eş. 2.73." ile verilen yansıma ve geçirme katsayıları elde edilir.

$$t = \frac{2\gamma_0}{\gamma_0 m_{11} + \gamma_0 \gamma_s m_{12} + m_{21} + \gamma_s m_{22}}$$
(2.72)

$$r = \frac{\gamma_0 m_{11} + \gamma_0 \gamma_s m_{12} - m_{21} - \gamma_s m_{22}}{\gamma_0 m_{11} + \gamma_0 \gamma_s m_{12} + m_{21} + \gamma_s m_{22}}$$
(2.73)

"Eş. 2.60." ve "Eş. 2.68." ile verilen matris elemanlarıyla birlikte "Eş. 2.72." ve "Eş. 2.73.", tek ya da çok katlı filmlerin yansıtma ve geçirgenlik özelliklerinin transfer matrisi kullanılarak hesaplanmasına imkan verir.

Matris teorisi, pratikte çok yaygın olarak kullanılan, ışığın film yüzeyine normal gelmesi durumu için incelenebilir. Burada elde edilen sonuçlar ışığın yüzeye normale yakın gelişleri için de oldukça kullanışlıdır. Işık demeti bütün arakesit yüzeylerine normal olarak gelirse, bu durum bağıntılardaki bütün açıların sıfır olması sonucunu doğurur. Buna göre "Eş. 2.60." ile verilen matris elemanları şu formu alır:

$$m_{11} = Cos\delta \qquad \qquad m_{12} = \frac{iSin\delta}{n_1\sqrt{\varepsilon_0\mu_0}}$$

$$m_{21} = in_1\sqrt{\varepsilon_0\mu_0}Sin\delta \qquad \qquad m_{22} = Cos\delta$$
(2.74)

Bu matris elemanları "Eş. 2.73."te yerine yazılıp, sabit $\sqrt{\varepsilon_0 \mu_0}$ terimleri çarpan olarak alınırsa ve bazı basitleştirmeler yapılırsa, yansıma katsayısı şu şekilde elde edilir:

$$r = \frac{n_1(n_0 - n_s)Cos\delta + i(n_0n_s - n_1^2)Sin\delta}{n_1(n_0 + n_s)Cos\delta + i(n_0n_s + n_1^2)Sin\delta}$$
(2.75)

Yansıtma R ise yansıma katsayısı cinsinden şöyle ifade edilir:

$$R = \left| r \right|^2 \tag{2.76}$$

Yansıma katsayısı r, kompleks bir niceliktir ve şu genel formda yazılır:

$$r = \frac{A + iB}{C + iD} \tag{2.77}$$

$$|r|^{2} = rr^{*} = \left(\frac{A+iB}{C+iD}\right) \left(\frac{A-iB}{C-iD}\right) = \frac{A^{2}+B^{2}}{C^{2}+D^{2}}$$
(2.78)

Sonuçta yansıtma,

$$R = \frac{n_1^2 (n_0 - n_s)^2 \cos^2 \delta + (n_0 n_s - n_1^2)^2 \sin^2 \delta}{n_1^2 (n_0 + n_s)^2 \cos^2 \delta + (n_0 n_s + n_1^2)^2 \sin^2 \delta}$$
(2.79)

şeklinde elde edilir.

Benzer şekilde geçirgenliğin elde edilmesinde ise "Eş. 2.72." deki geçirme katsayısı ifadesinde "Eş. 2.74." teki matris elemanları yerine yazılıp, sabit $\sqrt{\varepsilon_0 \mu_0}$ terimleri çarpan olarak alınırsa ve bazı basitleştirmeler yapılırsa, geçirme katsayısı t elde edilir.

$$t = \frac{2n_0n_1}{n_1(n_0 + n_s)Cos\delta + i(n_0n_s + n_1^2)Sin\delta}$$
(2.80)

Geçirgenlik T, şu şekilde ifade edilebilir:

$$T = |t|^2 \left(\frac{ns}{n_0}\right)$$
(2.81)

Geçirme katsayısı t, kompleks bir niceliktir ve şu genel formda yazılır:

$$t = \frac{A}{C+iD}$$
(2.82)

$$|t|^{2} = tt^{*} = \left(\frac{A}{C+iD}\right) \left(\frac{A}{C-iD}\right) = \frac{A^{2}}{C^{2}+D^{2}}$$
 (2.83)

Sonuçta geçirgenlik,

$$T = \frac{4n_0 n_s n_1^2}{n_1^2 (n_0 + n_s)^2 \cos^2 \delta + (n_0 n_s + n_1^2)^2 \sin^2 \delta}$$
(2.84)

şeklinde elde edilir.

2.8. Matris Teorisi Kapsamında Geliştirilen Tasarım Çalışmaları

Optik kaplama tasarımı, gelen ışığın katmanlar arasında ardışık yansımalardan dolayı uğradığı girişim etkilerinin, istenen optik cevabı verecek şekilde katman kırma indislerinin, kalınlıklarının ve sayısının belirlenmesi prensibine dayanmaktadır. Ayrıca endüstriyel ince film tasarımlarında kullanılacak malzemelerin seçimi de önem taşımaktadır. Çok katlı optik kaplamalar istenilen amaçlar doğrultusunda derin UV' den uzak IR'e kadar bütün optik spektrum için tasarlanabilmektedir. Optik kaplama tasarımları ile teknolojik ve bilimsel uygulamalarda kritik öneme sahip olabilecek pek çok optik filtre tasarımları yapmak mümkündür. Bu tez çalışması kapsamında matris teorisi göz önüne alınarak geliştirilen ve MATLAB programı kullanılarak yazılan bir tasarım programı ile çok çeşitli optik kaplama tasarımları yapılmıştır.

Cam alttaş (n_s=1,52) üzerine kaplanan farklı kırma indisine sahip tek katlı yapılar için optik kalınlığın referans dalgaboyunun katları şeklinde normalize edildiği duruma karşı elde edilen optik yansıtma grafiği Şekil 2.18'de görülmektedir. Optik yansımanın, kaplanmamış camın yansıtıcılığından daha mı fazla yoksa daha mı az olacağını belirlemede filmin kırma indisinin (n₁) büyüklüğü önemli rol oynar. Buna göre camın kırma indisinden daha büyük kırma indisli tek katlı ince film kaplamalarında (n₁>n_s) optik yansıtma kaplanmamış duruma göre daha fazla olmaktadır. Buradan yüksek yansıtmalı optik kaplamalar için en üst katmana kırma indisi yüksek bir malzeme konulması gerektiği sonucuna ulaşılır. Kırma indisi alttaş kırma indisinden küçük olan tek katlı optik ince film kaplamalarında $(n_1 < n_s)$ ise optik yansıtma kaplanmamış duruma oranla azalmıştır. Buna göre yansıtmasız optik filtre tasarımı yapılmak isteniyorsa en üst katmana küçük kırma indisli malzeme kaplanması gerektiği sonucuna ulaşılır. Ayrıca farklı film kalınlıkları için de optik yansımanın değişimi söz konusudur. Örneğin optik film kalınlığının referans dalgaboyunun dörtte biri veya dörtte birinin tek katları olması durumu için optik yansıtma, yüksek kırma indisli film kaplamaları için maksimum olurken, düşük kırma indisli film kaplamaları için minimum olmaktadır. Oysaki optik kalınlığın referans dalgaboyunun yarısı veya dörtte birinin çift katları olması durumu için optik yansıtmanın kaplanmamış durumla aynı olduğu görülmüştür. Tüm bu durumlar göz önünde bulundurulacak olursa istenilen optik cevabın elde edilebilmesinde, optik tasarımda kullanılacak olan film malzemesi seçiminden optik kalınlığa kadar pek çok parametrenin özenli bir şekilde seçilmesi gerekliliği ortaya çıkar. Tek katlı optik kaplamalar için yapılan bu tartışmalar çok katlı optik tasarım çalışmalarına temel oluşturacak niteliktedir.

Kuramsal çok katlı optik kaplamaların tasarım çalışmaları kapsamında yüksekdüşük kırma indisli malzeme olarak sırası ile TiO₂-SiO₂ malzeme çifti seçilmiştir. Bu seçimdeki en önemli etken malzemelerin kimyasal olarak stabil olması ve aralarındaki kırma indisi farkının yüksek olmasıdır. Buna göre elektromanyetik spektrumun görünür ve yakın kırmızıaltı bölgelerinde yansıtmaz filtreler ile yüksek yansıtan dielektrik aynalar için çeşitli tasarım çalışmaları gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.18. Tek katlı filmlerin normalize optik kalınlıklarına (optik kalınlık/referans dalgaboyu) bağlı olarak elde edilen optik yansıtma grafiği.

2.8.1. Yansıtmasız optik filtre tasarımı

Optik sistemlerde, hava-cam arakesitinde meydana gelen yansımalar ışık şiddetinin kayda değer şekilde azalmasına neden olmaktadır. Dielektrik ince film katmanlarının yer aldığı optik kaplamalar, çok çeşitli yüzeylerden olan ve istenmeyen yansımaları ortadan kaldırmak amacıyla yansıtmasız filtre olarak pek çok alanda kullanılmaktadır. Özellikle askeri uygulamalardaki gece görüş sistemlerinde ve güneş pillerinde, yansımadan kaynaklanabilecek söz konusu kayıpların yok edilmesi amacıyla kullanılan bu tip çok katlı filtrelerin önemi büyüktür.

Tasarım çalışmaları kapsamında ilk olarak iki katmandan oluşan yansıtmasız optik filtre tasarımı yapılmıştır (Şekil 2.19.). Bu tasarım çalışması, görünür bölge hedef alınarak gerçekleştirilmiş ve referans dalgaboyu 550 nm olarak seçilmiştir. İki katlı kaplamaların ancak tek bir dalgaboyunda yansıtmasız özellik göstermesinden ötürü, yansıtma eğrisi V şeklinde oluşur ve bu nedenle bu kaplama türüne V – kaplama denir. Buna göre tasarımda kullanılan TiO₂-SiO₂ malzeme çiftinin kalınlıkları, optik yansıtma sadece tek bir dalgaboyunda minimum olacak şekilde seçilmiştir.



Şekil 2.19. Referans dalgaboyu 550 nm alınarak tasarlanmış iki katlı optik filtre (siyah düz çizgi) ile cam alttaşın (Kırmızı kesikli çizgi) dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimleri (S/(HL)/A ; S: Cam Alttaş, H: TiO₂ (n_H=2,39), L: SiO₂ (n_L=1,46), A: Hava).

Daha sonra optik çalışmalar konusunda birçok uygulaması olan elektromanyetik spektrumun görünür bölgesi (λ_0 =550 nm) ile yakın kırmızıaltı bölgesi (λ_0 =850 nm) hedeflenerek 4 katlı yansıtmasız optik filtre tasarımları yapılmıştır (Şekil 2.20. ve Şekil 2.21.). Tasarımda kullanılan film kalınlıkları özel olarak seçilerek optik yansımanın, spektrumun hedeflenen bölgesinde % 1'den daha düşük olması ve geniş bir bölgede düzgün bir yansıma vermesi sağlanmıştır.

Yakın kırmızıaltı bölgesi uygulamalarında daha uzun dalgaboylarında çalışılacağından, optik film kalınlığının artışı söz konusu olur ve bu bölgelerde çok katmanlı film yapmak gittikçe zorlaşır. Film kalınlığındaki artış beraberinde film içinde varolan stresi arttıracak ve filmin pul pul dökülmesi tehlikesini ortaya çıkartacaktır. Bu nedenle 3-5 µm ve 8-12 µm gibi endüstriyel–savunma alanı olan bölgelerde katmanlı film hazırlamak için iyon bombardımanı yardımı olan özel kaplama sistemleri geliştirilmiştir.



Şekil 2.20. Referans dalgaboyu 550 nm alınarak tasarlanmış 4 katlı optik filtre tasarımı (S/(HL)²/A ; S: Cam Alttaş, H: TiO₂ (n_H=2,39), L: SiO₂ (n_L=1,46), A: Hava).



Şekil 2.21. Referans dalgaboyu 850 nm alınarak tasarlanmış 4 katlı optik filtre tasarımı (S/(HL)²/A; S: Cam Alttaş, H: TiO₂ (n_H=2,39), L: SiO₂ (n_L=1,46), A: Hava).

2.8.2. Dielektrik ayna tasarımı

Tek katlı ve kalınlığı çeyrek dalgaboyu (quarter wavelenght-QW) olan bir yapının yüksek yansıtıcılığı nasıl ki her iki yüzeyden yansıyan ışınların yapıcı girişiminin bir sonucuysa bu etki çoklu film katmanlarından yansıyan ışınların faz uyumluluğu sağlanarak daha da arttırılabilir. Bu durum yüksek (high-H) ve düşük (low-L) kırma indisli ve kalınlığı çeyrek dalgaboyu olan tek katlı filmlerin alttaş üzerine ardışık olarak kaplanmasını gerektirmektedir.



Şekil 2.22. Referans dalgaboyu 550 nm alınarak tasarlanmış farklı katman sayılarında ve film kalınlıkları $\lambda/4$ olan çok katlı optik ince filmlerin dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimleri (a.N=2, b.N=4, c.N=6, d.N=12, S: Cam Alttaş, H: TiO₂ (n_H=2,39), L: SiO₂ (n_L=1,46), A: Hava, N: Toplam katman sayısı).

Elektromanyetik spektrumun görünür bölgesi (λ_0 =550 nm) hedef alınarak cam alttaş üzerine çok katlı, optik kalınlığı çeyrek dalgaboyu olan katmanlardan oluşacak şekilde tasarımı yapılmış kaplamanın dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimleri Şekil 2.22'de verilmiştir. 550 nm referans dalgaboyu değerinde iki katlı kaplamada meydana gelen optik yansıtma % 37 oranındayken, dört katlı kaplamada bu % 68, altı katlı kaplamada % 88, oniki katlı kaplamada ise % 99 civarlarındadır. Görüldüğü gibi katman sayısının artışıyla birlikte yansıtma da artmaktadır. Yüksek yansımanın meydana geldiği spektral bölgenin genişliği ise tasarımda kullanılan filmlerin kırma indisi farklarının bir fonksiyonudur. Geniş bir spekral bölgede yüksek yansıma elde edebilmek için kırma indisi farkı yüksek olan TiO₂-SiO₂ malzeme çifti seçilmiştir.

Şekil 2.23'te referans dalgaboyu λ_0 =550 nm alınarak cam alttaş üzerine görünür bölge için tasarlanmış olan oniki katmandan oluşan yansıtan kaplama ile normal aynanın dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimi görülmektedir. Oniki katmandan oluşan bu dielektrik aynanın yansıtıcılığının görünür bölgeyi içine alan bir alanda % 99 civarında olduğu ve istenen bölgede oldukça düzgün bir yansıtma verdiği belirlenmiştir. Günlük hayatta kullanılan normal aynanın ise maksimum % 90 yansımasının olduğu ve spektral bölgede hiç de düzgün olmayan bir yansıma grafiği verdiği görülmüştür. İstenen optik cevabı vermekteki başarısı ve mekanik veya ısıl şoklara karşı dayanıklılığı nedeniyle dielektrik aynaların bilimsel ve teknolojik uygulamalardaki önemi büyüktür. Bu tarz dielektrik kaplamalar, tam yansıtan ya da kısmen geçirgen lazer aynalarda sıklıkla kullanılmaktadır.



Şekil 2.23. Referans dalgaboyu 550 nm alınarak tasarlanmış 12 katlı ve film kalınlıkları $\lambda/4$ olan çok katlı optik kaplama (siyah düz çizgi) ile normal aynanın (kırmızı düz çizgi) dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimleri (S/(LH)⁶/A ; S: Cam Alttaş, H: TiO₂ (n_H=2,39), L: SiO₂ (n_L=1,46), A: Hava).

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Alttaşların Temizlenmesi

İnce film hazırlanmasındaki en önemli hususlardan biri temizliktir. Alttaşların temizliği, filmin kalitesine son derece önemli etkisi olan bir faktördür. Temiz olmayan alttaşlar üzerine kaplanan filmlerin alttaş yüzeyine zayıf yapışması, filmin istenilen elektrik, optik, vb. gibi fiziksel özelliklere sahip olamaması ve film yüzeyinde gözle görülebilecek ölçüde kusurların oluşması söz konusu olur. Bu nedenle de film yapımına başlanmadan önce alttaşlar özenle kimyasal temizlikten geçirilmiştir. Aslında, vakuma giren tüm parçaların tamamı kimyasal temizlik işleminden geçirilmiştir. Buna ek olarak bazı parçalar mekanik temizleme ve parlatma işlemlerine de tabi tutulmuştur.

Alttaşların temizlenmesindeki ilk aşamada, üzerlerinde bulunabilecek olası yağ tabakalarının atılması için alttaşlar sabunlu sudan geçirilmiştir. Alttaş yüzeyi, sabunlu suda ıslatılmış pamuklu çubukla silinmiş sonra da bir behere konup ultrasonik temizleyicide temizlenmiştir. Bundan sonraki tüm işlemler ultrasonik temizleyicide yapılmıştır. Öncelikle saf su ile durulama işlemi yapılmıştır. Kimyasal aşındırma içinse asetik asit kullanılmış ve tekrardan durulama işlemi uygulanmıştır. Sonra sırasıyla aseton ve izopropil alkolle temizlik işlemi gerçekleştirilmiştir. Kurutma tek yönde üflenen azot (N₂) gazıyla yapılmıştır. Vakum kazanı içerisine yerleştirilmiş alttaş, kaplama öncesi dolaylı Argon bombardımanına tabi tutularak üzerinde kalan son kirlilik unsurları da temizlenmiştir.

3.2. İnce Film Hazırlama Düzeneği ve Filmlerin Hazırlanması

3.2.1. RF/DC reaktif magnetron kopartma sisteminin tanıtılması

İnce film kaplamaları, RF/DC reaktif magnetron kopartma sistemi kullanılarak hazırlanmıştır. Bu sistem, paslanmaz çelikten yapılmış bir kazan, difüzyon pompası, mekanik pompa, basınç ölçerler, magnetron saçtırma kaynakları, RF/DC güç kaynakları, N₂, O₂, Ar gaz akış kontrolcüleri, kalınlık ölçerler ve kapalı devre su soğutma sisteminden oluşmaktadır (Şekil 3.1.).



Şekil 3.1. RF/DC reaktif magnetron kopartma sistemi.

Sistemde bulunan 2" lik dairesel-düzlemsel magnetron saçtırma kaynakları, deney boyunca kapalı devre su soğutma sistemiyle soğutulmuştur. Yüksek saflıktaki (% 99,999) Ar gazı saçtırma gazı olarak, N₂ ve O₂ gazları ise reaktif gazlar olarak kullanılmıştır. Sistemde kullanılan hedef malzemeler Ti (Titanyum) ve Si (Silisyum) olup, bunlar da yüksek saflıktadır (% 99,995). Kaplama sistemi, difüzyon pompası ve difüzyon pompasının arka çıkışını alan mekanik pompa kullanılarak 1-2×10⁻⁶ Torr mertebelerine kadar vakuma alınıp deneyler gerçekleştirilmiştir. Tüm gazların sisteme girişleri MKS Type 247 4 Channel Readout kütle akış kontrolcüsü yardımıyla yapılmıştır. Sistemin basınç değerleri ise Terranova Model 934 Wide Range Vacuum Gauge Controller, Terranova Model 908A Dual Capacitance Diaphragm Gauge ve Huntington TGC-201 Vacuum Gauge kontrolcüsü ile belirlenmiştir. Sistemin vakum seviyesi, vakum kazanı mekanik pompa ile pompalanırken ısılçift vakum ölçerle, vakum kazanı difüzyon pompası ile pompalanırken ise iyonizasyon vakum ölçerle belirlenmiştir (Şekil 3.2.).



Şekil 3.2. Kütle akış kontrolcüsü, iyozasyon + ısılçift basınç ölçer ve kapasitans diyafam basınç ölçer.

İki kafalı RF/DC reaktif magnetron kopartma sisteminde; RF magnetron kopartma için Comdel CX-600S RF güç kaynağı ve bununla birlikte Match Pro CPM-1000 uyuşum ünitesi, DC magnetron kopartma içinse Comdel XDC-1000 DC güç kaynağı kullanılmıştır. Sistemde ayrıca metalik filmlerde kullanılmak üzere tasarlanmış alttaş negatif besleme gerilim güç kaynağı da mevcuttur. Kaplanan filmlerin kalınlık ve kaplama hızı değerleri iki kanal kuvartz kristalli Maxtek marka TM-400 kalınlık ölçeri ile belirlenmiştir (Şekil 3.3.). Kuvartz kristal, hedeften kopan atomların üzerine kaplanması sonucu kütlesinde meydana gelen değişime bağlı olarak rezonans frekansındaki kayma miktarından üzerine kaplanan toplam film miktarını belirler. Bu şekilde filmlerin kalınlıkları kaplama süresince doğru bir şekilde tespit edilmiş olur.



Şekil 3.3. Kuvartz kristal ve kalınlık ölçer kontrol ünitesi.
3.2.2. RF/DC reaktif magnetron kopartma sisteminin çalıştırılması

Deneye başlamadan önce temizlenmiş alan alttaşların, alttaş tutamağı üzerindeki uygun pozisyonlara yerleştirilip sabitlendikten sonra vakum kazanı içerisine konulmuş olmaları gerekmektedir.

Öncelikle elektrik kontrol panelindeki ana şalter ile ilgili şalterler daha sonrasında ise kapalı devre su soğutma sistemi, sisteme giden suyun giriş ve çıkış vanaları açılır. Vakum kazanı içinde bulunan kuvartz lambalar yakılarak, çalışma bölgesi ısıtılır. Bunun için de DC güç kaynağı gerekli bağlantıları yapılarak çalıştırılır.

Sistemin vakuma alınmasından önce sistemdeki tüm havalandırma (VENT) vanalarının (Mekanik pompayı difüzyon pompasına bağlayan boru üzerindeki havalandırma vanası ile vakum kazanı havalandırma vanası) kapalı olduğuna emin olunmalıdır. Bunun yanı sıra sistemdeki ön giriş (FORELINE) ve kaba vakum (ROUGH) vanaları kontrol edilmeli eğer kapalı değillerse kapatılmalıdır. Bu sayede gaz çıkışı önlenmiş olur.

Mekanik pompa çalıştırılıp ön giriş ve kaba vakum vanalarına kadar olan boru hatları, ısılçift vakum ölçeri (TC2) 10-20 mTorr seviyelerine gelinceye kadar vakuma alınır (Şekil 3.4.). Difüzyon pompasındaki yağın pompa çalışırken oksitlenmesini önlemek için ilk olarak difüzyon pompasının içinin mekanik pompa yardımıyla pompalanması gereklidir. Bu nedenle de ilk olarak ön giriş vanası açılır. Yine ısılçift vakum ölçeri (TC2) 10-20 mTorr seviyelerine gelinceye kadar difüzyon pompasının içi pompalanır ve sonrasında ön giriş vanası kapatılır.

Çalışma bölgesinin vakuma alınması için ön giriş vanası kapalı durumda iken kaba vakum vanası açılır. Çalışma ortamının basıncı bu kez geniş bölge vakum ölçer kontrolcüsünün A göstergesinden (TC1) takip edilir (Şekil 3.4.). Isılçift vakum ölçeri ~20 mTorr civarına geldiğinde kaba vakum vanası kapatılır. Burada dikkat edilecek hususlardan biri mekanik pompa ile çalışma ortamının 30 dakikadan daha uzun bir süreyle vakuma alınmaması gerektiğidir. Bunun nedeni ise mekanik pompanın yağının çalışma ortamına kaçabilme riskidir.

Kaba vakum vanası kapatıldıktan sonra ön giriş vanası tekrar açılır ve bu arada difüzyon pompası çalıştırılır. Bu pompanın normal çalışma durumuna gelebilmesi için difüzyon pompasının içindeki yağın ısınması gerekmektedir. Bu da yaklaşık olarak 30-40 dakika sonra gerçekleşir. Bu süre zarfında difüzyon pompasının girişinde olan soğuk tuzağın sıvı azot girişinden belirli aralıklarla sıvı azot takviyesi yapılır ve bu durum deney bitimine kadar bu şekilde devam eder. Böylece difüzyon pompasındaki yağ buharının tutulması ve çalışma bölgesine ulaşması önlenmiş olur. Difüzyon pompası yeterli sıcaklığa ulaştığında ana giriş (GATE) vanası açılır. Artık difüzyon pompası çalışma odasını pompalamaya başlamıştır. Geniş bölge vakum ölçer kontrolcüsünün iyonizasyon vakum ölçer göstergesi açılarak çalışma ortamının basıncı buradan gözlenir. Vakum kazanı içindeki basınç değerinin yaklaşık 1-2×10⁻⁶ Torr seviyesine kadar inmesi beklenir. Bu arada da aralıklarla soğuk tuzağa sıvı azot takviyesi yapılması unutulmaması gereken bir husustur.



Şekil 3.4. RF/DC reaktif magnetron kopartma sisteminin şematik gösterimi.

Çalışma bölgesinin basınç seviyesi $1-2 \times 10^{-6}$ Torr mertebelerine indiğinde gaz hatlarının temizlenmesi işlemine geçilir. Bu amaçla kütle akış kontrolcüsü çalıştırılır. Farklı akışmetre kanallarına bağlı olan Ar, N₂ ve O₂ gazlarının gaz hatlarının temizlenmesi amacıyla kütle akış kontrolcüsünden her bir gaz için farklı olan gaz akış değerleri ayarlanır ve sırasıyla çalışma odasına salınır. Bu işlem deneyde kullanılacak olan her bir gaz için birkaç kez beşer dakikalık süreler boyunca tekrarlanır ve gaz hatları temizlenir. Gaz hattı temizliğinden sonra çalışma ortamında çok az miktarda da olsa Ar, N₂ veya O₂ gazları olacağından 5-10 dakika daha vakuma alma işlemine devam edilerek vakum seviyesinin tekrar 1- 2×10^{-6} Torr seviyesine gelmesi sağlanır. İyonizasyon vakum ölçerinden gözlenen bu değerden sonra ana giriş vanası tamamen kapalı duruma getirilip hemen sonra yarım tur açılır ve çalışma bölgesinin vakum seviyesinin 1×10⁻⁴ Torr seviyesinde dengeye gelmesi için beklenir.

Bu işlemden sonra tek katlı ve çok katlı ince filmlerin hazırlanabilmesi için gereken uygun gaz konsantrasyonu, kütle akışmetresinden ayarlanacak olan Ar, N₂ veya O₂ gazlarının kütle akış değerleri yardımıyla yapılır. İlk olarak ince film kaplamalarında reaktif gaz olarak kullanılan N₂ veya O₂ gazı istenilen basınç değerinde çalışma ortamına verilir. Daha sonra ise kopartma gazı olarak kullanılan Ar gazı çalışma ortamına verilir. Gazların kısmi basınç değerlerinin oranlanması sonucunda gaz konsantrasyonu hesaplanır. Çalışma ortamı basıncı 1-50 mTorr seviyelerine getirilerek deneyler gerçekleştirilir.

Kopartma kaynağının kapalı devre su soğutma sistemi çalıştırılır. Böylece deney sırasında hedefin ısınmasından kaynaklanacak herhangi bir sorun ortadan kaldırılmış olur. RF/DC güç kaynağı çalıştırılır ve istenilen güç değeri belirlenir. Uygun çalışma basıncı, gaz konsantrasyonu ve RF/DC güç değerinde plazma oluşturulur. RF güç kaynağının kullanıldığı deneylerde plazmanın oluşmaması veya plazma şiddetinin az olması RF güç kaynağına gelen yansımayla ilişkilendirilir. Uygulanan güç değerinin yüzde kaçının yansıdığı, RF güç kaynağının göstergesinden görülebilir. Yansıma olayı istenmeyen bir olaydır ve yüksek yansımalar güç kaynağına zarar verebilir. Bu nedenle de yansıma miktarını azaltmak amacıyla uyuşum ünitesi (matching unit) kullanmak gerekmektedir. Bu aygıt, çalışma bölgesi ile RF güç kaynağı arasında bir empedans uyuşumu

sağlayarak yansımayı azaltıcı bir görev üstlenir. Bu yüzden tüm RF güç kaynakları bir uyuşum ünitesiyle birlikte kullanılır.

Güç kaynağının çalıştırılmasıyla birlikte hemen kaplama işlemine geçilmez. Öncelikli olarak deneyde kullanılacak hedefin yüzeyi, argon atomlarının bombardımanına 10-15 dakika kadar maruz bırakılarak hedef yüzeyinin temizlenmesi sağlanır. Diğer bir temizleme işlemi de alttaşa negatif besleme geriliminin yine kaplama öncesi 10-15 dakika boyunca uygulanmasıyla gerçekleştirilir. Alttaşa çarpan argon iyonları, alttaş yüzeyinin temizlenmesini sağlayacaktır.

İstenen tüm çalışma şartları sağlandığında alttaş tutucu hedef üzerine getirilerek kaplama işlemine geçilir. Yapılan çalışmalarda hazırlanan ince filmlerin özelliklerinin, RF/DC gücü, çalışma basıncı, alttaş negatif besleme voltajı (metalik filmler için) ve gaz konsantrasyonu gibi deneysel parametrelere olan bağlılığının incelenmesi hedeflenmiştir. Böylece hem kaliteli hem de istenilen optik, elektriksel veya yapısal özelliklere sahip olan ince filmlerin elde edilebilmesi için gereken optimum koşullar belirlenmiştir. Bu amaçla bir deneysel parametre değişimi yapılırken diğer tüm parametreler sabit tutulmuştur. Böylece değiştirilen deneysel parametrenin etkisi belirlenmiştir.

Kaplama işlemi bitiminde uygulanan RF/DC gücü kesilir. Alttaşa negatif besleme voltajı uygulanmış ise kapatılır. Daha sonra çalışma basıncının deney başlangıcında okunan basınç değeriyle aynı olup olmadığı kontrol edilir. Sırasıyla önce argon gazı kapatılır. Kullanılan reaktif gazlardan N₂ veya O₂ gazlarının basınç değerini başlangıç değerini koruyup korumadığına bakılır. Böylece film kaplama işlemi süresince başlangıç koşullarının kararlı bir şekilde sürdürülmüş olup olmadığına karar verilir. İyi bir deneysel çalışma için başlangıç ve bitiş koşullarının birbirleriyle uyum içerisinde olması gerekmektedir. Tüm gaz tüplerinin önce ana vanaları sonra da ince ayar vanaları kapalı duruma getirilir.

Ana giriş vanası tamamen açılır ve çalışma ortamının tekrardan vakuma alınması sağlanır. Basınç tekrar 1-2×10⁻⁶ Torr seviyelerine geldiğinde ana giriş vanası tamamen kapatılır. Difüzyon pompası soğumaya bırakılır. Soğuk tuzaktaki sıvı azot, tuzağa N₂ üflenerek boşaltılırken soğuk tuzak etrafına sarılmış cam elyaftan yapılmış ısıtıcıya, varyaktan 110 V gerilim uygulanarak tuzak ısıtılır. Bu şekilde soğuk tuzağa yapışmış olan su ve yağ gibi istenmeyen maddeler buharlaştırılır ve difüzyon pompası soğuyana kadar mekanik pompa yardımıyla dışarı atılır. Difüzyon pompası soğuyana kadar mekanik pompa, difüzyon pompasının çıkışını pompalamaya devam eder. Yaklaşık 30-45 dakika süren bu işlemden sonra ön giriş vanası kapatılır. Böylece tüm vanalar (ön giriş vanası, kaba vakum vanası ve ana giriş vanası) kapalı duruma getirilmiş olur. Son olarak mekanik pompa kapatılıp, mekanik pompa havalandırma vanası açılır. Kapalı devre su soğutma sistemi kapatılır. Elektrik kontrol panelindeki ana şalter ile ilgili şalterler de kapatılarak sistem tamamen kapalı duruma getirilmiş olur.

3.3. Hazırlanan İnce Filmlerin Karakterizasyonu

Hazırlanan TiO₂, SiO₂ ve TiN ince filmlerin optik karakterizasyonu için filmlerin dalgaboyuna bağlı p ve s polarizasyonda optik yansıtma ve geçirgenlik eğrileri ultraviyole-görünür-yakın kırmızıaltı (UV-VIS-NIR) NKD-8000 spektrofotometresi kullanılarak ölçülmüştür. Ölçüm sonuçlarının uygun bir model ile uyuşum (fit) işlemine tabi tutulmasıyla filmlerin kalınlıkları ile dalgaboyuna bağlı kırma indisi ve tükenme sabiti değerlerine ulaşılmıştır. Elde edilen verilerden yararlanılarak filmlerin yasak enerji band aralıkları da tespit edilmiştir.

Filmlerin yapısal özellikleri Hacettepe Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümündeki atomik kuvvet mikroskobu (AFM) kullanılarak incelenmiştir. Atomik kuvvet mikroskobu yardımıyla filmleri yüzey topografyası elde edilmiştir.

TiN ince filmlerinin elektriksel karakterizasyonu için dört nokta tekniği prensibiyle çalışan düzenekte ölçümler alınmıştır. Bir dizi ölçüm sonucunda filmlerin 50-260 K sıcaklık aralığındaki R-T eğrileri elde edilmiştir.

3.3.1. Spektrofotometre

Hazırlanan filmlerin elektromagnetik spektrumun yakın ultraviyole, görünür ve yakın kırmızıaltı bölgelerindeki optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri UV-VIS-NIR NKD-8000 spektrofotometresi kullanılarak ölçülmüştür (Şekil 3.5.).

NKD-8000 spektrofotometresi ile 350-1100 nm dalgaboyu aralığında eş zamanlı optik yansıtma ve geçirgenlik ölçümleri yapılabilmektedir. Elde edilen bu ölçüm sonuçlarından yararlanılarak ince film örneklerin kalınlıkları, kırma indisleri ile tükenme katsayılarının dalgaboyuna bağlı değişim eğrileri ve yasak enerji band aralıkları belirlenebilmektedir. Hareketli X-Y platformu sayesinde örnek konumlandırılması yapmak mümkündür ve 30°, 50°, 70° gibi belirli geliş açılarında çalışma imkanı sağlamaktadır. Ayrıca NKD-8000 ile tek ve çok katlı yapıların simülasyonu da yapılabilmektedir.



Şekil 3.5. Aquila NKD-8000 UV-VIS-NIR Spekrofotometresinin iç ve dış görünümü.

Hazırlanan ince film örneklerin ölçümü için öncellikle NKD-8000 sistemi ve sistemin bağlı olduğu bilgisayar açılır. "Pro-Optix" programına girilerek NKD-8000 sisteminin lambasının yanması sağlanır. Ölçüm almaya geçmeden önce lambanın 20-30 dakika ısınması için beklenmelidir. Bu arada ölçümü yapılacak olan ince film örnek, kaplanan tarafı üstte kalacak şekilde gerekli temizlik hususlarına dikkat edilerek sistem içindeki "X-Y stage" üzerindeki konumuna yerleştirilir. Öncelikli olarak alttaş üzerindeki katman sayısı, alttaşın geçirgen veya opak olması, ışığın polarizasyon türü ve geliş açısı gibi parametreler programa girilir. Daha sonra alttaş malzemesi ve alttaşın kalınlığı girilir. Eğer alttaşın n-k dispersiyonu ve kalınlığı belirlenmek isteniyorsa buna uygun bir seçim yapılır. Her bir katmanın ne olduğu programa tanıtılır. Genellikle filmlerin n-k dispersiyonları ve kalınlıkları belirlenmek istendiğinden programa bu parametreleri bulması için gerekli komutlar verilir. Son olarak ölçümün hangi dalgaboyu aralığında ve hangi sıklıkla gerçekleştirileceği bilgisi girilerek ölçüm alınması işlemine geçilir. Ölçüm sonuçları dalgaboyuna bağlı optik yansıtma ve geçirgenlik eğrileri şeklinde ekrana gelir ve bu sonuçlar kaydedilir.

3.3.2. İnce film direncinin ölçülmesi

Bir filmin tabaka direncinin ölçümde kullanılabilecek en uygun yöntem Şekil 3.6'da görüldüğü gibi dört nokta metal ucu yüzey üzerine hafifçe bastırmaktır. İletken olan metal ve yarıiletken filmler için tüm elektrotlar aynı film yüzeyi üzerine konularak direnç ölçümü gerçekleştirilir. Bu tür bir ölçümde akımı taşımada iki tane, voltaj ölçümünde iki tane olmak üzere toplam dört tane uç kullanılır. Bu amaca uygun olarak geliştirilen değişik kontak konfigürasyonları Şekil 3.6'da görülmektedir. Dıştaki uçlar akım kaynağıyla bağlantılıyken içteki uçlar da gerilim düşmesini algılayan uçlardır. Bu şekilde kontaklardan kaynaklanabilecek problemler giderilmiş olur. Voltaj ve akım ölçümleri ohm yasası kullanılarak filmin direncinin bulunmasında kullanılır. Eğer filmin boyutları biliniyorsa filmin özdirenci de belirlenebilir.



Şekil 3.6. İnce film dirençlerinin ölçme teknikleri.

3.4. Tek Katlı ve Çok Katlı İnce Film Çalışmaları

Tez çalışması kapsamında öncelikle tek katmanlı ince filmlerin daha sonra ise çok katmanlı yansıtmasız filtreler ile dielektrik aynaların hazırlanması hedeflenmiştir. Bu nedenle de burada yer alan çalışmalar tek katmanlı ince filmlerin hazırlanması ve çok katmanlı yapıların hazırlanması şeklinde iki ayrı bölümde ele alınacaktır. Tek katmanlı ince filmlerin hazırlanması ise yalıtkan filmler (TiO₂ ve SiO₂) ve metalik filmler (TiN) olmak üzere iki ayrı başlık altında incelenecektir.

Çalışmaların ilk aşamasında tek katmanlı TiO₂, SiO₂ ve TiN ince filmler değişik deney koşulları altında hazırlanarak, deneysel parametre değişimlerinin bu filmlerin oluşum süreçlerine ve fiziksel özelliklerine olan etkileri incelenmiştir.

Her bir katman filminin bireysel karakterizasyonu yapıldıktan sonra, hedeflenen çok katmanlı optik kaplama için uygun olarak seçilmiş yüksek-düşük kırma indisli filmler (TiO₂-SiO₂ malzeme çifti) uygun katman kalınlıklarda ve ardışık olarak uygun alttaşlar üzerinde büyütülmüştür. Elektromanyetik spektrumun görünür (VIS) ve yakın kırmızıaltı (NIR) bölgeleri için çok katlı dielektrik ayna ile yansıtmasız filtrelerin kaplanması işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu çok katlı ince filmlerin ölçüm sonuçlarından elde edilen optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri, matris teorisinden yola çıkılarak yazılan bir program sonucunda elde edilen teorik model ile karşılaştırılmıştır.

3.4.1. Tek katlı dielektrik ince filmlerin hazırlanması

Vakum sistemi üzerine kurulan yeni unsurlarla oluşturulmuş RF/DC reaktif magnetron kopartma sistemi kullanılarak 2" lik çapa sahip Ti ve Si hedeflerden reaktif olarak Si ve cam alttaşlar üzerine TiO₂ ve SiO₂ ince filmleri kaplanmıştır. Kaplama öncesi vakum kazanı 2×10^{-6} Torr taban basıncı seviyesine kadar pompalanmış, daha sonra ise ortam verilen Ar/O₂ gazlarıyla, çalışma basıncı olan 30-50 mTorr seviyelerine ulaşılmıştır. Kaplamalar % 6 ile % 10 gibi değişik O₂/(Ar+O₂) gaz karışımlarında ve 50-200 W RF gücü aralığında gerçekleştirilmiştir. Kaplama koşulları Çizelge 3.1'de verilmiştir. Hedef–alttaş arası mesafe 100 mm olup alttaşlar kaplama süresince ısıtılmamış, oda sıcaklığında tutulmuştur.

Hedef (2" çaplı)	Ti, Si (% 99,995)
Alttaş	1737F camı, Mikroskop camı, Si
Hedef-alttaş arası mesafe	100 mm
Taban basıncı	2 x 10 ⁻⁶ Torr
Çalışma basıncı	30-50 mTorr
Kısmi basınç (P _{O2} /P _{Ar+O2})	% 6, % 10
RF gücü	50 - 200 W
Alttaş sıcaklığı	Oda sıcaklığı

Çizelge 3.1. TiO₂ ve SiO₂ ince filmlerinin kaplama koşulları.

3.4.1.1. TiO₂ ince filmlerin hazırlanması

Tez çalışması kapsamında TiO₂ ince filmlerinin kaplama parametrelerine olan bağlılığının incelenmesi amaçlanmıştır. Bu nedenle de RF magnetron kopartma tekniği kullanılarak Ti hedeften reaktif olarak farklı O₂ gaz konsantrasyonlarında, RF güçlerinde ve çalışma basınçlarında TiO₂ ince filmleri hazırlanmıştır. Sadece tek bir parametrenin film üzerindeki etkisini incelemek için diğer kaplama parametreleri sabit tutularak deneyler gerçekleştirilmiştir. Bu deneysel parametre değişimlerinin TiO₂ ince filmlerinin optik özelliklerini nasıl etkilediğine bakılarak çok katlı optik kaplamalarda kullanılacak olan TiO₂ filmlerin optimum hazırlanma koşulları belirlenmiştir.

Öncelikle O₂ gaz konsantrasyonunun TiO₂ ince filmleri üzerindeki etkisinin belirlenebilmesi amacıyla bir seri deney yapılmıştır. Yapılan bu deneylerde alttaş sıcaklığı oda sıcaklığında ve çalışma basıncı 50 mTorr'da sabit tutulmuştur. Kaliteli TiO₂ ince filmlerinin hangi O₂ gaz konsantrasyonunda elde edildiğine TiO₂ filmlerin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik eğrilerine bakılarak karar verilmiştir.

TiO₂ ince filmlerine RF gücünün etkisinin belirlenmesi amacıyla farklı RF güçlerinde deneyler gerçekleştirilmiştir. Bu deneyler sırasında alttaş sıcaklığı oda sıcaklığında, çalışma basıncı 50 mTorr'da ve O₂ gaz konsantrasyonu % 6'da sabit tutulmuştur. Hazırlanan TiO₂ ince filmlerinin dalgaboyuna bağlı optik yansıtma-geçirgenlik eğrilerine bakılarak RF gücünün filmin optik özelliklerine olan etkisi incelenmiştir.

Son olarak hazırlanan TiO₂ ince filmlerine çalışma basıncının etkisinin belirlenebilmesi için farklı çalışma basınçlarında deneyler yapılmıştır. Bu deneyler % 6'lık O₂ gaz konsantrasyonunda ve 150 W RF gücünde gerçekleştirilmiştir. Çalışma basıncının TiO₂ ince filmlerinin optik özelliklerine olan etkisi incelenmiştir.

Önce, TiO₂ ince filmleri 50 mTorr çalışma basıncında ve 150 W RF gücünde, % 6 ve % 10 O₂ gaz konsantrasyonlarında hazırlanmıştır. Hazırlanan bu TiO₂ ince film örneklerinin optik geçirgenlik eğrileri Şekil 3.7'de verilmiştir. Buna göre artan O₂ gaz konsantrasyonuyla birlikte filmlerin geçirgenliklerinde bir azalma meydana geldiği görülmüştür. Böylece geçirgenliğin daha fazla olduğu % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda daha kaliteli TiO₂ filmlerinin elde edildiği sonucuna varılmıştır.



Şekil 3.7. 50 mTorr çalışma basıncında ve 150 W RF gücünde, % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda (siyah üçgen çizgi) ve % 10 O₂ gaz konsantrasyonunda (kırmızı yuvarlak çizgi) mikroskop camı üzerine hazırlanan tek katlı TiO₂ ince filmlerinin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik eğrileri.

Daha sonra 50 mTorr çalışma basıncında ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda hazırlanan TiO₂ ince filmlerine RF gücünün etkisinin incelenmesi amacıyla yapılan deneyler sonucunda elde edilen örneklerin optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri Şekil 3.8'de verilmiştir. Ayrıca RF gücünün kaplama hızına olan etkisi de belirlenmiştir. Buna göre artan RF gücüyle kaplama hızında bir artış meydan geldiği görülmüştür (Şekil 3.9.). Bunun nedeni, artan RF gücüyle birlikte argon iyonlarının kinetik enerjisinin artışı, hedef civarında argon iyonlarının yoğunluğunun artması ile hedeften kopartılan atom sayısının artışı ve sonuç olarak kaplanma hızının artışı olarak açıklanır. Kaplama hızının RF gücüne olan bağımlılığı literatürdeki sonuçlarla da uyum içerisindedir (Pérez-Pacheco et al., 2009).



Şekil 3.8. 50 mTorr çalışma basıncında, % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda ve 150 W (yıldızlı çizgi), 175 W (üçgen çizgi), 200 W (yuvarlak çizgi) RF gücünde hazırlanan TiO₂ ince filmlerinin dalgaboyuna bağlı optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri.



Şekil 3.9. 1737F cam alttaş üzerine 50 mTorr çalışma basıncında ve % 6 O_2 gaz konsantrasyonunda büyütülmüş Ti O_2 ince filmin RF güce bağlı kaplama hızında meydana gelen değişim grafiği.

% 6 O₂ gaz konsantrasyonunda ve 150 W RF gücünde hazırlanan TiO₂ ince filmlerine çalışma basıncının etkisinin incelenebilmesi amacıyla yapılan deneyler sonucunda elde edilen örneklerin optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri şekil 3.10'da görülmektedir. Ayrıca çalışma basıncının kaplama hızına olan etkisi de belirlenmiştir (Şekil 3.11.). Buna göre artan çalışma basıncıyla birlikte filmlerin kaplama hızında bir düşüş yaşanmaktadır. Bu olay şöyle açıklanabilir: plazmayı oluşturan argon atomlarının kısmi basıncının artışı, atomların birbirleriyle olan çarpışmalarının artmasına ve atomların ortalama serbest yollarının azalmasına sebep olacaktır. Böylece hedefe ulaşan argon iyonlarının sayısı dolayısıyla da hedeften kopartılan atom sayısı azalacaktır. Bu durum örneğe kaplanan atomların yani kaplama hızının azalmasını sağlayacak şekilde sonuçlanır.



Şekil 3.10. 150 W RF gücünde, % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda ve 30 mTorr (üçgen çizgi), 40 mTorr (yuvarlak çizgi), 50 mTorr (yıldızlı çizgi) çalışma basıncında hazırlanan TiO₂ ince filmlerinin dalgaboyuna bağlı optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri.



Şekil 3.11. 1737F cam alttaş üzerine % 6 O_2 gaz konsantrasyonunda ve 150 W RF gücünde büyütülmüş Ti O_2 ince filmin çalışma basıncına (P_c) bağlı olarak kaplama hızında meydana gelen değişim grafiği.

1737F cam alttaş üzerine 50 mTorr çalışma basıncında, 200 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiO₂ ince filminin dalgaboyuna bağlı p polarizasyonunda ölçülen optik yansıtma-geçirgenlik değişimleri ile Cauchy Modeli kullanılarak yapılan uyuşum eğrisi Şekil 3.12'de verilmiştir. Yapılan uyuşum işlemi sonucunda, hazırlanmış olan TiO₂ filminin dalgaboyuna bağlı olarak elde edilen kırma indisi ve tükenme sabiti değişimleri Şekil 3.13'te görülmektedir. Bu filmin katman kalınlığı 237 nm, λ =550 nm'deki kırma indisi n=2,14 ve tükenme sabiti k=3,36×10⁻³ olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.12. 1737F cam alttaş üzerinde 50 mTorr çalışma basıncında, 200 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiO₂ ince filminin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik ve yansıtma eğrileri (Yuvarlak şekiller deneysel veriyi, düz çizgiler uyuşum işlemi sonucunda elde edilen eğriyi gösterir.).



Şekil 3.13. TiO₂ filminin uyuşum işlemi sonucunda elde edilen dalgaboyuna bağlı kırma indisi n (siyah yuvarlak çizgi) ve tükenme sabiti k'nın (mavi üçgen çizgi) değişimi.

İnce filmlerin optik özelliklerinin incelenmesinde yasak enerji band aralığının da (E_g) belirlenmesi gereklidir. Yüksek soğurma bölgesinde (>10⁴ cm⁻¹), soğurma katsayısı (α), gelen fotonun enerjisine ($h\nu$) bağlı olarak "Eş 3.1." ile verilen denklemle ilişkilendirilir (Sreemany and Sen, 2004).

$$\alpha = \left[\frac{B(h\nu - E_g)^p}{h\nu}\right]$$
(3.1)

Bu eşitlikte B bir sabit, p optik soğurma işlemini karakterize eden bir indistir ve teorik olarak sırası ile direk izinli (direct allowed), dolaylı izinli (indirect allowed), direk yasaklanmış (direct forbidden) ve dolaylı yasaklanmış (indirect forbidden) geçişler için 1/2, 2, 3/2 ve 2'ye eşittir. Bu çalışmada p=1/2 olarak alınmıştır. TiO₂ ince filmin optik band aralığı, hv 'ye karşı $(\alpha hv)^2$ değişimi çizilerek bulunmuştur (Şekil 3.14.). Elde edilen eğrinin liner davranış sergileyen kısmına çizilen teğet yardımıyla TiO₂ filminin yasak enerji aralığı yaklaşık olarak 3,1 eV olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.14. TiO₂ filmin hv'ye karşı $(\alpha hv)^2$ değişimi.

1737F cam alttaş üzerine 30 mTorr çalışma basıncında, 150 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiO₂ ince filminin dalgaboyuna bağlı p polarizasyonunda ölçülen optik yansıtma-geçirgenlik değişimleri ile Cauchy Modeli kullanılarak yapılan uyuşum eğrisi Şekil 3.15'te verilmiştir. Yapılan uyuşum işlemi sonucunda, hazırlanmış olan TiO₂ filminin dalgaboyuna bağlı olarak elde edilen kırma indisi ve tükenme sabiti değişimleri Şekil 3.16'da görülmektedir. Bu filmin katman kalınlığı 231 nm, λ =550 nm'deki kırma indisi n=2,28 ve tükenme sabiti k=1,05×10⁻³ olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.15. 1737F cam alttaş üzerinde 30 mTorr çalışma basıncında, 150 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiO₂ ince filmin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik ve yansıtma eğrileri (Yuvarlak şekiller deneysel veriyi, düz çizgiler uyuşum işlemi sonucunda elde edilen eğriyi gösterir.).



Şekil 3.16. TiO₂ filminin uyuşum işlemi sonucunda elde edilen dalgaboyuna bağlı kırma indisi n (siyah yuvarlak çizgi) ve tükenme sabiti k'nın (mavi üçgen çizgi) değişimi.

1737F cam alttaş üzerine 40 mTorr çalışma basıncında, 150 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiO₂ ince filminin dalgaboyuna bağlı p polarizasyonunda ölçülen optik yansıtma-geçirgenlik değişimleri ile Cauchy Modeli kullanılarak yapılan uyuşum eğrisi Şekil 3.17'de verilmiştir. Yapılan uyuşum işlemi sonucunda, hazırlanmış olan TiO₂ filminin dalgaboyuna bağlı olarak elde edilen kırma indisi ve tükenme sabiti değişimleri Şekil 3.18'de görülmektedir. Bu filmin katman kalınlığı 274 nm, λ =550 nm'deki kırma indisi n=2,28 ve tükenme sabiti k=0,51×10⁻³ olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.17. 1737F cam alttaş üzerinde 40 mTorr çalışma basıncında, 150 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiO₂ ince filminin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik ve yansıtma eğrileri (Yuvarlak şekiller deneysel veriyi, düz çizgiler uyuşum işlemi sonucunda elde edilen eğriyi gösterir.).



Şekil 3.18. TiO₂ filminin uyuşum işlemi sonucunda elde edilen dalgaboyuna bağlı kırma indisi n (siyah yuvarlak çizgi) ve tükenme sabiti k'nın (mavi üçgen çizgi) değişimi.

1737F cam alttaş üzerine 50 mTorr çalışma basıncında, 150 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiO₂ ince filminin dalgaboyuna bağlı p polarizasyonunda ölçülen optik yansıtma-geçirgenlik değişimleri ile Cauchy Modeli kullanılarak yapılan uyuşum eğrisi Şekil 3.19'da verilmiştir. Yapılan uyuşum işlemi sonucunda, hazırlanmış olan TiO₂ filminin dalgaboyuna bağlı olarak elde edilen kırma indisi ve tükenme sabiti değişimleri Şekil 3.20'de görülmektedir. Bu filmin katman kalınlığı 295 nm, λ =550 nm'deki kırma indisi n=2,20 ve tükenme sabiti k=0,29×10⁻³ olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.19. 1737F Cam alttaş üzerinde 50 mTorr çalışma basıncında, 150 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiO₂ ince filminin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik ve yansıtma eğrileri (Yuvarlak şekiller deneysel veriyi, düz çizgiler uyuşum işlemi sonucunda elde edilen eğriyi gösterir.).



Şekil 3.20. TiO₂ filminin uyuşum işlemi sonucunda elde edilen dalgaboyuna bağlı kırma indisi n (siyah yuvarlak çizgi) ve tükenme sabiti k'nın (mavi üçgen çizgi) değişimi.

Şekil 3.21'de hv'ye karşı $(\alpha hv)^2$ değişimi görülmektedir. Elde edilen eğrinin liner davranış sergileyen kısmına çizilen teğet yardımıyla TiO₂ filminin yasak enerji aralığı yaklaşık olarak 3,26 eV olarak belirlenmiştir. Bu değer TiO₂'in anatase fazı için literatürde bulunan değerlerle uyum içerisindedir (Asahi et al., 2001).



Şekil 3.21. TiO₂ filmin hv'ye karşı $(\alpha hv)^2$ değişimi.

Yapılan uyuşum işlemlerinden elde edilen TiO_2 ince filmlerin ~10⁻³ gibi oldukça düşük tükenme sabiti değerlerine sahip olduğu görülmüştür. Böylece üstün kalitede ve az soğurgan TiO_2 ince filmlerinin hazırlanması hedefine ulaşılmıştır. Artan çalışma basıncı değerleriyle TiO_2 ince filmlerin tükenme sabitinin azaldığı belirlenmiştir (Şekil 3.22.). Bu durum 50 mTorr çalışma basıncının TiO_2 ince film hazırlanması için optimum çalışma basıncı olduğu sonucunu doğurmuştur.



Şekil 3.22. 1737F cam alttaş üzerine % 6 O_2 gaz konsantrasyonunda ve 150 W RF gücünde büyütülmüş Ti O_2 ince filmin çalışma basıncına (P_c) bağlı olarak tükenme sabiti k'da meydana gelen değişim grafiği.

Bunun yanı sıra 50 mTorr çalışma basıncında, % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda 150 W ve 200 W RF gücünde hazırlanan TiO₂ filmler arasında bir karşılaştırmaya gidildiğinde 150 W RF gücünde hazırlanan filmin daha az soğurgan (k=0,29×10⁻³) ve daha geniş bir yasak enerji band aralığına (E_g=3,26 eV) sahip olduğu belirlenmiştir. Yüksek güçlerde hedeften kopartılan Ti atomlarının sayısının artması, yeterli sayıda olmayan O₂ gazıyla Ti atomlarının reaksiyona girip istenilen sitokiyometrede bir yapı oluşmasına bir kısıtlama getirir. Bu da yüksek güçlerde çalışmanın çok avantajlı bir durum olmadığının bir göstergesi şeklinde yorumlanabilir. Ayrıca 200 W RF gücünde hazırlanan TiO₂ ince filminin 3,1 eV gibi kısmen daha küçük bir yasak enerji band aralığına sahip olmasının nedeni ise yüksek kaplama hızlarında oluşan yapı içerisindeki safsızlıkların oluşturduğu ara enerji durumlarından kaynaklı yasak enerji band aralığındaki daralma olarak yorumlanmıştır. 50 mTorr çalışma basıncı, % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda ve 200 W RF gücünde hazırlanan TiO₂ filminin atomik kuvvet mikroskobuyla elde edilen yüzey topografyası Şekil 3.23'te verilmiştir. Hazırlanmış olan filmin yüzey pürüzlüğünün birkaç nm civarında olması RF reaktif magnetron kopartma yöntemiyle hazırlanan TiO₂ filmlerin oldukça düzgün bir yapıda olduğunu göstermektedir.



Şekil 3.23. TiO₂ ince filminin atomik kuvvet mikroskobu yöntemiyle elde edilen yüzey topografyası.

3.4.1.2. SiO₂ ince filmlerin hazırlanması

SiO₂ ince filmi 50 W, 75 W ve 100 W gibi RF güçleri ile % 6 ve % 10 O₂ gaz konsantrasyonlarında kaplanmıştır. Kaplama hızının yüksek olması silisyummonoksit oluşumunu tetikleyeceği için SiO₂ ince filmler, TiO₂ ince filmlere oranla daha düşük RF güçlerinde hazırlanmıştır.

RF reaktif magnetron kopartma tekniği kullanılarak, Si hedeften reaktif olarak silikon alttaş üzerine 50 mTorr çalışma basıncında, 100 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda hazırlanmış SiO₂ ince filminin optik yansıtma-geçirgenlik eğrisi ile ortagonalize Cauchy modeli kullanılarak elde edilmiş uyuşum eğrisi Şekil 3.24'te görülmektedir. Şekil 3.25'te bu uyuşum işlemi sonucunda elde edilmiş dalgaboyuna bağlı kırma indisi ve tükenme sabiti değişimleri verilmiştir. Bu şekillerden, oldukça düşük kırma indisine sahip ve soğurgan olmayan kaliteli SiO₂ ince filmlerin hazırlanmış olduğu rahatlıkla görülebilir. Bu filmin kalınlığı uyuşum işlemi sonucunda yaklaşık 216 nm, λ =550 nm'deki kırma indisi n=1,44 ve $k=2,02\times10^{-3}$ olarak bulunmuştur. SiO₂ ince filmlerinin yasak enerji band aralığı yaklaşık olarak 9,3 eV'dir (Pauly and Tougaard, 2008). Bu değer 134 nm dalgaboyundaki UV bölgesine denk gelmektedir. Ölçümlerde kullanılan spekrofotometrenin 350 nm dalgaboyudan daha küçük dalgaboylarında ölçüm alamıyor olması SiO₂ ince filmleri için yasak enerji band aralığının tayin edilememesine neden olmuştur.



Şekil 3.24. Silikon alttaş üzerinde 50 mTorr çalışma basıncında, 100 W RF gücünde ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş SiO₂ ince filimin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik ve yansıtma eğrileri. (Yuvarlak şekiller deneysel veriyi, düz çizgiler uyuşum işlemi sonucunda elde edilen eğriyi gösterir.)



Şekil 3.25. SiO₂ filminin uyuşum işlemi sonucunda elde edilen dalgaboyuna bağlı kırma indisi n (siyah yuvarlak çizgi) ve tükenme sabiti k'nın (mavi üçgen çizgi) değişimi.

3.4.2. Tek katlı TiN metalik ince filmlerin hazırlanması

Yapılan çalışmada, RF/DC reaktif magnetron kopartma tekniği kullanılarak Ti hedeften reaktif olarak farklı N₂ gaz konsantrasyonlarında, çalışma basınçlarında, RF/DC güçlerinde ve negatif alttaş besleme gerilimlerinde metalik TiN ince filmleri hazırlanmıştır. Kaplama parametrelerinin filmlerin optik geçirgenliğine, rengine, yüzey morfolojisine ve elektriksel özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Sadece tek bir parametrenin film üzerindeki etkisini inceleyebilmek için diğer kaplama koşulları sabit tutularak deneyler gerçekleştirilmiştir. Bu deneysel parametre değişimlerinin TiN filmlerin fiziksel özelliklerini nasıl etkilediğine bakılarak istenilen stokiyometrede ve özellikte TiN elde edebilmek için gerekli optimum deneysel koşullar belirlenmiştir.

Yapılan deneysel çalışmalarda alttaş ile hedef arasındaki mesafe 100 mm olarak ayarlanmış ve alttaş hedefe yüz yüze bakacak şekilde kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Alttaş malzemesi olarak mikroskop camı, 1737F camı ve Si kullanılmıştır.

Öncelikle N₂ gaz konsantrasyonunun TiN ince filmleri üzerindeki etkisinin belirlenebilmesi amacıyla 50 mTorr çalışma basıncı ve 75 W RF gücü değerlerinde bir seri deney gerçekleştirilmiştir. Yapılan bu deneylerde alttaş sıcaklığı oda sıcaklığında sabit tutulmuştur. Bu deneyler sırasında alttaşa herhangi bir negatif besleme gerilimi uygulanmamıştır. Hazırlanan TiN ince filmlerin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik eğrilerine, kaplama hızı değerlerine, elektriksel dirençlerine ve rengine bakılarak TiN ince film hazırlanması için gerekli optimum N₂ gaz konsantrasyonu belirlenmiştir.

TiN ince filmlerine DC gücün etkisinin belirlenmesi amacıyla farklı DC güçlerinde deneyler gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerde alttaş sıcaklığı oda sıcaklığında, çalışma basıncı 30 mTorr'da ve N₂ gaz konsantrasyonu % 20'de sabit tutulmuştur. Hazırlanan TiN ince filmlerinin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik eğrilerine bakılarak DC gücün filmin optik özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Son olarak, negatif alttaş besleme geriliminin TiN ince film oluşumuna olan etkisinin belirlenebilmesi için farklı negatif alttaş besleme gerilimi değerlerinde bir seri deney yapılmıştır. Bu deneylerde alttaş sıcaklığı oda sıcaklığında, çalışma basıncı 30 mTorr'da, N₂ gaz konsantrasyonu % 20'de ve DC güç 54 W'ta sabit tutulmuştur. Negatif alttaş besleme geriliminin filmin optik, elektriksel ve yapısal özelliklerine olan etkisi incelenmiştir.

Öncelikle TiN ince filmleri 50 mTorr çalışma basıncında ve 75 W RF gücünde, % 12, % 16 ve % 20 gibi farklı N₂ gaz konsantrasyonlarında hazırlanmıştır. Hazırlanan TiN ince film örneklerin N₂ gaz kosantrasyonuna bağlı kaplama hızı değişimi Şekil 3.26'da verilmiştir. Burada artan N₂ gaz konsantrasyonuyla filmlerin kaplama hızında bir azalma meydana geldiği görülmektedir. Kaplama hızında meydana gelen bu azalma, reaktif gazın Ti hedefiyle reaksiyona girip hedef yüzeyinde bileşik oluşturmasının ve metal kopartma veriminin düşmesinin bir sonucudur. Bu durumun nedeni kısmen Ar atomlarının yerini alan N₂ atomlarının kopartma kabiliyetlerindeki yetersizlik kısmen de vakum kazanı içindeki N₂ miktarının artışından kaynaklı hedef zehirlenmesi olarak açıklanır (Vaz et al., 2005). Filmlerin istenilen optik ve elektriksel özelliklere sahip olması ve daha yavaş kaplama hızlarında hazırlanan filmlerin daha homojen bir şekilde kaplanması nedeniyle TiN ince film hazırlamak için gerekli optimum N₂ gaz konsantrasyonun % 20 olarak belirlenmiştir.

30 mTorr çalışma basıncında ve % 20 N₂ gaz konsantrasyonunda hazırlanan filmlere DC gücün etkisinin incelenmesi amacıyla yapılan deneyler sonucunda TiN ince film örneklerin kaplama hızının DC güce olan bağlılığı Şekil 3.27'de verilmiştir. Buna göre artan DC gücüyle kaplama hızında bir artış meydan geldiği görülmüştür. Bunun nedeni; artan DC gücüyle birlikte argon iyonlarının kinetik enerjisinin artışı, hedef civarında argon iyonlarının yoğunluğunun artması ile hedeften kopartılan atom sayısının artışı ve sonuç olarak kaplanma hızının artışı olarak açıklanır.



Şekil 3.26. 1737F cam alttaş üzerine 50 mTorr çalışma basıncında ve 75 W RF gücünde büyütülmüş TiN ince filmin N_2 gaz konsantrasyonuna bağlı kaplama hızında meydana gelen değişim grafiği.



Şekil 3.27. 1737F cam alttaş üzerine 30 mTorr çalışma basıncında ve % 20 N₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiN ince filmin DC güce bağlı kaplama hızında meydana gelen değişim grafiği.

3.4.2.1. Hazırlanan filmlerin optik özellikleri

Kaliteli TiN ince film hazırlamak için gerekli optimum deneysel koşullar belirlendikten sonra filmler farklı negatif alttaş besleme gerilimlerinde hazırlanmıştır. Bu deneylerde alttaş sıcaklığı oda sıcaklığında, çalışma basıncı 30 mTorr'da, N₂ gaz konsantrasyonu % 20'de ve DC güç 54 W'ta sabit tutulmuştur. 350-1100 nm dalgaboyu aralığında yapılan optik geçirgenlik ölçümlerinden, TiN filmin 500 nm civarında yer alan bir optik pencereye sahip olduğu belirlenmiştir. Farklı negatif alttaş besleme gerilimlerinde hazırlanmış tek katlı TiN ince filmlerin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik eğrileri Şekil 3.28'de verilmiştir. Ayrıca negatif alttaş besleme geriliminin artışıyla geçirgenliğin arttığı belirlenmiştir. 500 nm civarında elde edilen maksimum geçirgenliğin (T_{MAKS}), negatif alttaş besleme gerilimine bağlı olarak elde edilen değişim grafiği ise Şekil 3.29'da görülmektedir.



Şekil 3.28. Farklı negatif alttaş besleme gerilimlerinde hazırlanmış tek katlı TiN ince filmlerin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik eğrileri (Kırmızı çizgi 250 V, mavi çizgi 200 V, siyah çizgi 150 V, pembe çizgi 100 V).



Şekil 3.29. 500 nm civarında elde edilen maksimum geçirgenliğin, negatif alttaş besleme gerilimine bağlı olarak değişimi.

Artan negatif alttaş besleme gerilimi altında kaplanan filmlerin kalınlık itibariyle daha ince olması beklenmektedir. Bunun nedeninin hem zayıf bağlı atomların geri (back sputtering) hem de kaplanan filmlerin saçılmasının daha sıkı paketlenmesinin bir sonucu olduğu düşünülmektedir. Artan negatif alttaş besleme gerilimi ile hazırlanan filmlerin kalınlıklarında meydana gelen bu azalmanın, 500 nm civarında gözlenen geçirgenliğe önemli bir etkisinin olmadığı beklenmektedir (Şekil 3.28.). Buradan TiN ince filmlerinin 500 nm civarındaki maksimum geçirgenliğinin artan negatif besleme geriliminin etkisi sonucunda arttığı belirlenmiştir.

1737F cam alttaş üzerine 30 mTorr çalışma basıncında, 54 W DC gücünde, 0 V negatif alttaş besleme geriliminde ve % 20 N₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş TiN ince filmin dalgaboyuna bağlı p polarizasyonunda optik yansıtma-geçirgenlik değişimleri ile Drude-Lorentz modeli kullanılarak yapılan uyuşum eğrisi Şekil 3.30'da verilmiştir. Drude-Lorentz modeli kullanılarak deneysel veriye uygulanan uyuşum işlemi sonucunda, filmin katman kalınlığı 133 nm olarak ölçülmüş, λ =550 nm'deki kırma indisi n=1,17 ve k= 1,74 olarak belirlenmiştir (Şekil 3.31.).



Şekil 3.30. TiN ince filminin dalgaboyuna bağlı optik yansıtma ve geçirgenlik eğrileri (Yuvarlak şekiller deneysel veriyi, düz çizgiler uyuşum işlemi sonucunda elde edilen eğriyi gösterir.).



Şekil 3.31. TiN filmin uyuşum işlemi sonucunda elde edilen dalgaboyuna bağlı kırma indisi n (siyah yuvarlak çizgi) ve tükenme sabiti k'nın (mavi üçgen çizgi) değişimi.

3.4.2.2. Hazırlanan filmlerin AFM analizleri

1737F camı üzerine büyütülerek hazırlanan ince filmlerin ortalama yüzey pürüzlülüğü (root mean square of roughness, RMS roughness) ile yüzey topografyasını belirlemek amacıyla atomik kuvvet mikroskobu (AFM) kullanılarak ölçümler alınmıştır. Özellikle farklı besleme gerilimlerinde hazırlanan TiN ince filmler arasında bir karşılaştırmaya gidebilmek amacıyla örneklerin, aynı tarama hızı (scan rate) ve aynı büyüklükteki yüzey alanları altında incelenmesi sağlanmıştır.

Şekil 3.32'de oda sıcaklığında ve farklı besleme gerilimlerinde, 1737F cam alttaşlar üzerine büyütülerek hazırlanan TiN ince filmlerin, atomik kuvvet mikroskobu kullanılarak belirlenmiş olan yüzey topografyaları görülmektedir. Şekil 3.33'te ise ortalama yüzey pürüzlülüğünün negatif alttaş besleme gerilimine bağlı olarak değişimi görülmektedir.

Şekiller incelendiğinde artan negatif besleme gerilimi ile filmlerde meydana gelen yeniden çekirdeklenme dikkati çekmektedir. Bu durum kendisini ortalama yüzey pürüzlülüğünün artışıyla da hissettirmiştir. Buna göre alttaşa uygulanan negatif besleme gerilimi, alttaşa çarpan pozitif argon iyonlarının kinetik enerjisini arttırmaktadır. Bu durum alttaşa zayıf bağlanmış olan atomların kopmasına ve daha sıkı paketli ince filmlerin oluşumuna zemin hazırlamaktadır. Alttaşa uygulanan negatif besleme geriliminin artması ise yüzeye zayıf bağlı atomların kopmasının yanı sıra yüzeyde yeniden bir çekirdeklenme ve yapılanma işlemini tetiklenmektedir. Bu nedenle de artan besleme gerilimiyle, hazırlanmış olan TiN ince filmlerinin tanecik büyüklüğünün arttığı görülmüştür.



Şekil 3.32. a) Negatif besleme gerilimi uygulanmamış TiN ince filminin yüzey topografyası. b) 100V Negatif besleme geriliminde hazırlanmış TiN ince filminin yüzey topografyası. c) 200V Negatif besleme geriliminde hazırlanmış TiN ince filminin yüzey topografyası. d) 250V Negatif besleme geriliminde hazırlanmış TiN ince filminin yüzey topografyası.



Şekil 3.33. Negatif besleme gerilimine bağlı olarak ortalama yüzey pürüzlülüğünün değişimi.

3.4.2.3. Hazırlanan filmlerin elektriksel özellikleri

Hazırlanan TiN ince film örneklerin elektriksel özellikleri gümüş pasta kullanılarak yapılan ohmik kontak yardımıyla, akım-gerilim (I-V) karakteristiklerine bakılarak belirlenmiştir. Bu amaçla çalışma basıncı 30 mTorr, N₂ gaz konsantrasyonu % 20 ve DC güç 54 W'ta sabit tutularak farklı negatif besleme gerilimlerinde hazırlanan TiN ince film örnekleri incelenmiştir. Şekil 3.34'te TiN filmin akım-gerilim karakteristiği görülmektedir. Buradan hazırlanan filmlerin ohmik bir davranış sergilediği belirlenmiştir. Ayrıca Şekil 3.35'te ve Şekil 3.36'da farklı negatif alttaş besleme gerilimlerinde hazırlanan TiN filmlerin direncinin sıcaklıkla değişim grafikleri görülmektedir. Bu eğrilere bakılarak TiN'ün metalik bir iletken davranışı sergilediği sonucuna varılmıştır. TiN'ün günümüzde birçok alanda sert kaplama olarak kullanılmasında bu elektriksel iletkenliğinin önemi büyüktür.



Şekil 3.34. TiN filmin akım-gerilim karakteristiği.



Şekil 3.35. 150V Negatif besleme geriliminde hazırlanmış TiN ince filminin direncinin sıcaklıkla değişim grafiği.



Şekil 3.36. 250V Negatif besleme voltajında hazırlanmış TiN ince filminin direncinin sıcaklıkla değişim grafiği.

150 V negatif alttaş besleme geriliminde hazırlanmış olan TiN ince filmin özdirenci 170 $\mu\Omega$.cm, 250 V negatif alttaş besleme geriliminde hazırlanmış olan TiN ince filmin özdirenci 146 $\mu\Omega$.cm olarak hesaplanmıştır. Buna göre artan negatif alttaş besleme gerilimiyle daha iletken metalik filmlerin elde edildiği sonucuna varılır. Burada belirtilmesi gereken bir husus her bir kaplama sonunda kuvartz kristal kalınlık ölçerinden 200 nm değerinin okunması sebebiyle kaplama kalınlıklarının 200 nm alınarak filmlerin özdirençlerinin hesaplanmış olmasıdır. Fakat alttaşa uygulanan negatif alttaş besleme gerilimi sebebiyle ortamdaki pozitif iyonların, negatif gerilimde tutulan alttaşa çarpıp buraya zayıf bağlı olan atomları yerinden sökmesi elde edilen filmlerin 200 nm'den daha ince oldukları düşüncesini doğurur. Bu da filmlerin sahip olduğu gerçek özdirenç değerlerinin hesaplanmış değerlerden daha fazla olduğunu gösterir. Literatürde 100 μ m.cm özdirence sahip filmler rapor edilmiştir (Jouan and Lempérière, 1994).
3.4.3. Çok katlı filmler

3.4.3.1. Yansıtmasız kaplamalar

Cam malzemelerin yansıtıcılığının camın kalitesine göre % 4 ile % 8 arasında değiştiği göz önünde bulundurulacak olursa, cam alttaşlar üzerine yansıtmasız kaplama yapmanın, optik sistemler için büyük bir önemi vardır. Yansıtmasız kaplama tasarımı ve bunların hazırlanması için gerekli başlıca parametreler; kaplaması yapılan malzeme ile alttaş malzemesinin kırma indisleri ile tükenme sabitleri ve her bir katmanın kalınlığıdır. Özellikle de çok katlı yapıların hazırlanmasında katman kalınlığının doğru bir şekilde belirlenmesi çok önemlidir. Bu ancak, kaplama süresince kalınlığı doğru bir şekilde okuyabileceğimiz "gerçek zamanlı ölçme" cihazları ile mümkün olur.

Çok katlı optik kaplamaların dizaynı ve üretimi aşamasında yüksek ve düşük kırma indisli malzeme olarak sırası ile TiO₂ ve SiO₂ seçilip tasarlanmış olan iki katlı bir "V-kaplama" hazırlanmıştır. Şekil 3.37'de mikroskop camı üzerine 50 mTorr çalışma basıncı ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş iki katlı TiO₂-SiO₂ kaplamanın dalgaboyuna karşı optik yansıtma-geçirgenlik değişimleri görülmektedir. Buna göre referans dalgaboyu değeri 500 nm alınarak hazırlanan kaplamanın tek bir dalgaboyu değerinde yansımanın oldukça düştüğü, diğer bölgelerde ise yükseldiği belirlenmiştir.

Görünür ve yakın kırmızıaltı bölgesi için hazırlanan dört katlı yansıtmasız filtre yapılarında yüksek ve düşük kırma indisli malzeme olarak sırası ile TiO₂ ve SiO₂ seçilmiştir. Şekil 3.38'de 1737F camı üzerine hazırlanmış olan dört katlı yansıtmasız kaplamanın dalgaboyuna bağlı optik yansıtma-geçirgenlik değişimleri verilmiştir.



Şekil 3.37. İki katlı TiO₂-SiO₂ ince filmin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik ve yansıtma eğrileri. S/(HL)/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).



Şekil 3.38. NIR bölgede büyütülmüş dört katlı ince film kaplamanın dalgaboyuna bağlı optik yansıtma-geçirgenlik eğrisi. S/(HL)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).

Şekil 3.38'den de görüldüğü gibi 1737F camı üzerine 50 mTorr çalışma basıncı ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda büyütülmüş dört katlı ince film daha çok yakın kırmızıaltı bölgesi hedef alınarak tasarlanmıştır. Yapılan bu tasarımda referans dalgaboyu değeri 850 nm olup bu değer istenildiği takdirde görünür bölgeye de kaydırılabilir. Bu amaçla yapılan ve 1737F camı üzerine 50 mTorr çalışma basıncı ve % 6 O₂ gaz konsantrasyonunda görünür bölgede büyütülmüş bir başka dört katlı tasarım Şekil 3.39'da görülmektedir.



Şekil 3.39. Görünür bölgede büyütülmüş dört katlı ince film tasarımının dalgaboyuna bağlı optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri. S/(HL)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).

Elde edilen bu yapılar için tasarımda belirlenen referans dalgaboyu değerinin değiştirilmesi, hedef alınan spektral bölgenin istenildiği gibi kaydırılabilmesine olanak vermektedir. Burada belirtilmesi gereken en önemli nokta buraya kadar yapılan kaplamaların alttaşın sadece tek bir yüzüne kaplanıyor olmasıdır. Bu durum spekrofotometre ölçümlerindeki optik yansımada meydana gelen artışa, kaplanmamış olan yüzeyden gelen yansımaların sebep olduğunu göstermektedir. 1737F camı olarak kullandığımız alttaşın her iki yüzünün de kaplanması halinde % 99'a varan oranlarda geçirgenliğe sahip filmler elde edilebilmektedir. Şekil 3.40'da ve Şekil 3.41'de hazırlanan çok katlı optik kaplamaların, matris teorisi geliştirilerek yazılan program yardımıyla elde edilen teorik modelle olan uyumu görülmektedir.



Şekil 3.40. NIR bölgede büyütülmüş, tek yüzü kaplı, dört katlı ince film tasarımının dalgaboyuna bağlı model yansıtma (kırmızı düz çizgi) ve deneysel yansıtma (siyah yuvarlak çizgi) değişimleri. S/(HL)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).



Şekil 3.41. Görünür bölgede büyütülmüş, tek yüzü kaplı, dört katlı ince film tasarımının dalgaboyuna bağlı model yansıtma (kırmızı düz çizgi) ve deneysel yansıtma (siyah yuvarlak çizgi) değişimleri. S/(HL)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).

Deney sonuçlarının matris kuramının önerdiği modeller ile karşılaştırılabilmesi için alttaşın her iki yüzünün de eşdeğer olarak kaplanması gereklidir. Bu amaçla hem görünür hem de yakın kırmızıaltı bölgesi için hazırlanan çok katlı yapıların her iki yüzü de yansıtmasız kaplamayla kaplanmış ve elde edilen sonuçlar tek yüzü kaplanan örneklerle karşılaştırılmıştır. Şekil 3.42'de ve Şekil 3.43'te sırasıyla görünür ve yakın kırmızıaltı bölgeleri için hazırlanan örneklerin optik yansıtma eğrileri görülmektedir. Spektrumun geniş bir bölgesinde elde etmiş olduğumuz düzgün, geçirgenliği yüksek bölge tıpkı bir filtre gibi davranmaktadır. Bu tür bir örnek endüstriyel değere sahip bir filtre olarak değerlendirilebilir.



Şekil 3.42. 1737F cam alttaşın tek yüzü (siyah yuvarlak çizgi) ve her iki yüzü (kırmızı üçgen çizgi) üzerine büyütülmüş, görünür bölgede, 4 katlı yansıtmasız ince film tasarımının dalgaboyuna bağlı optik yansıtma eğrileri. A/(LH)²/S/(HL)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).



Şekil 3.43. 1737F cam alttaşın tek yüzü (siyah yuvarlak çizgi) ve her iki yüzü (kırmızı üçgen çizgi) üzerine büyütülmüş, yakın kırmızıaltı bölgede, 4 katlı yansıtmasız ince film tasarımının dalgaboyuna bağlı optik yansıtma eğrileri. A/(LH)²/S/(HL)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).

3.4.3.2. Dielektrik aynalar

Günlük hayatta kullanılan aynaların yansıtıcılığı % 88 ile % 92 arasında değişmektedir. Al, Cu, Ag gibi metallerin görünür bölgedeki yansıtıcılıkları ise enerji band aralıklarının tam da bu bölgeye denk gelmesi nedeniyle meydana gelen bir takım soğurmalardan ötürü azalmaktadır. Bu nedenle de malzeme üzerine gelen ışığın hiçbir şekilde bir kayba uğramadan yansımasına yönelik geliştirilen sistemlerde, yüksek yansıtıcılığa sahip kaplamalar tercih edilmektedir. Katman sayısının artışıyla doğru orantılı bir şekilde yansımanın da arttığı, istenilen bölgede ve istenilen genişlikte bir filtre elde etmek için en çok tercih edilen dielektrik ayna tasarımıdır. Bu çalışma kapsamında dört, altı ve oniki katlı dielektirik aynaların hazırlanması ve matris teorisi kapsamında geliştirilen kuramsal modelle olan uyumu incelenmiştir.



Şekil 3.44. Cam alttaş üzerine hazırlanmış olan 4 katlı TiO_2 -SiO₂ filminin dalgaboyuna bağlı teorik (kırmızı düz çizgi) ve deneysel (siyah yuvarlak çizgi) optik yansıtma değişimleri. S/(LH)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).

Şekil 3.44'te referans dalgaboyu λ_0 =650 nm alınarak cam alttaş üzerine yakın kırmızıaltı bölgesi için tasarlanmış dört katmandan oluşan kaplamanın dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimi görülmektedir. Referans dalgaboyu civarında yaklaşık olarak elde edilen optik yansıma % 67,5 olarak belirlenmiştir. Silikon alttaş üzerine hazırlanan bu dört katmandan oluşan kaplamanın optik yansıtma grafiği ise şekil 3.45'te verilmiştir. Sadece dört katmandan oluşan bir kaplama ile referans dalgaboyu civarında % 88,6'lara varan optik yansıtma elde edilmiştir. Her iki alttaş için λ_0 =650 nm referans dalgaboyunda farklı yansıma değerlerinin oluşması, çok katlı yapıların hazırlanması aşamasında yapılacak alttaş seçiminin önemini vurgulamaktadır.



Şekil 3.45. Silikon alttaş üzerine hazırlanmış olan 4 katlı TiO₂-SiO₂ filminin dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimleri. S/(LH)²/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).

Şekil 3.46'da referans dalgaboyu λ_0 =550 nm alınarak cam alttaş üzerine görünür bölge için tasarlanmış olan altı katmandan oluşan kaplamanın dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimi görülmektedir. Referans dalgaboyu civarında yaklaşık elde edilen optik yansıma % 87 olarak belirlenmiştir. Bu kaplama katman kalınlıkları ve indislerinin değişimi hakkında kolayca fikir sahibi olabilmek amacı ile şekilde görüldüğü gibi 400 nm civarında keskin pikleri olacak şekilde tasarlanmıştır. Modelin yapılan deneysel çalışma ile uyumu mükemmeldir.



Şekil 3.46. Cam alttaş üzerine hazırlanmış olan 6 katlı TiO_2 -SiO₂ filminin dalgaboyuna bağlı teorik (kırmızı düz çizgi) ve deneysel (siyah yuvarlak çizgi) optik yansıma değişimleri. S/(LH)³/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).

Tasarlanan kaplamanın aynı optik cevabı verecek şekilde hazırlanması için bireysel katmanların kırma indislerinin ve katman kalınlıklarının çok hassas bir şekilde kontrol edilmesi gereklidir. Şekil 3.47'de yine aynı deneysel veri için katman kalınlıklarının daha ince olması durumu göz önüne alınarak elde edilen tasarım gösterilmiştir. Katman kalınlığındaki % 10 kadarlık bir değişimin bile tasarım ve deneysel sonucu birbirinden ne kadar farklı hale getirdiği bu grafik üzerinde çok açık bir şekilde görülmektedir.



Şekil 3.47. Tasarlanmış olan altı katlı kaplamanın katman kalınlıkları % 10 değiştirildiğinde dalgaboyuna karşı elde edilen teorik (kırmızı düz çizgi) ve deneysel (siyah yuvarlak çizgi) optik yansıtma değişimleri.

Şekil 3.48'de referans dalgaboyu λ_0 =550 nm alınarak cam alttaş üzerine görünür bölge için tasarlanmış olan oniki katmandan oluşan yansıtan kaplamanın dalgaboyuna bağlı optik yansıtma değişimi görülmektedir. Hazırlanmış olan dielektrik aynanın yansıtıcılığı görünür bölgeyi içine alan bir alanda % 99,3 olarak belirlenmiştir. Modelin, ölçüm sonuçlarıyla olan uyumuna bakıldığında oldukça iyi bir sonuçla karşılaşılmıştır. Bu da bize matris teorisi temelinde geliştirilmiş olan programın, hazırlanan çok katlı filmlerin optik yansıtma ile geçirgenliğini iyi bir şekilde temsil eden sonuçlar verebildiğini kanıtlar niteliktedir.



Şekil 3.48. Tasarlanmış olan oniki katlı kaplamanın dalgaboyuna bağlı model (kırmızı düz çizgi) ve deneysel (siyah yuvarlak çizgi) optik yansıtma değişimleri. S/(LH)⁶/A (S: Cam Alttaş, L: SiO₂, H: TiO₂, A: Hava).

4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Yapılan çalışmada öncelikle tek katlı TiO₂ ve SiO₂ yalıtkan filmleri ile TiN metalik ince filmlerinin RF/DC reaktif magnetron kopartma tekniği kullanılarak cam ve silikon alttaşlar üzerine hangi deneysel koşullar altında daha kaliteli kaplanacakları belirlenmiştir.

TiO₂ yalıtkan filmleri için O₂ kısmi gaz basıncı ile çalışma basıncı değiştirilerek kaliteli ve soğurgan olmayan ince film hazırlamak için gerekli uygun deneysel parametreler bulunmuştur. Ayrıca uygulanan RF gücü değiştirilerek uygun bir plazma ortamı oluşturulmuştur.

RF/DC magnetron kopartma tekniği ile tek katlı TiN filmleri değişik kaplama koşullarında hazırlanmıştır. Bu sayede istenilen stokiyometrede ve özellikte TiN filmler elde etmek için gerekli optimum deneysel koşullar belirlenmiştir. Daha sonra TiN ince filmleri farklı negatif besleme gerilimlerinde hazırlanmış ve bu filmlerin 350-1100 nm dalgaboyu aralığında yapılan optik geçirgenlik ölçümlerinden, TiN'ün görünür bölgede optik pencereye sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca negatif besleme geriliminin artışıyla geçirgenliğin arttığı belirlenmiştir. AFM ölçümlerinden ise yüzey pürüzlülüğünün artan besleme gerilimiyle beraber arttığı gözlenmiştir. TiN ince filmlerinin elektriksel özellikleri, değişik sıcaklıklardaki I-V karakteristiklerine bakılarak belirlenmiş, TiN'ün metallik bir davranış sergilediği sonucuna varılmıştır.

Spektrofotometrik ölçümler yapılarak hazırlanan tek katlı TiO₂, SiO₂ ve TiN filmlerinin optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri elde edilmiştir. Ölçüm sonuçlarının uygun bir optik model kullanılarak uyuşum işlemine tabi tutulmasıyla her bir filmin kalınlığı, kırma indisi (n) ve tükenme sabiti (k) belirlenmiştir. Böylece kaplanan ince filmlerin optik karakterizasyonları yapılmıştır.

Hazırlanan çok katmanlı filmlerin ikili, dörtlü, altılı ve onikili kombinasyonları kullanılarak, yüksek-düşük kırma indisi şeklinde TiO₂-SiO₂ yalıtkan ince filmleri ardışık olarak alttaşlar üzerine kaplanarak görünür bölge ile yakın kırmızıaltı bölgesinde yansıtmasız filtre (AR) ve dielektrik ayna (HR) kaplamaları yapılmıştır. Bu çok katmanlı yapıların optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri spektrofotometre yardımıyla elde edilmiştir. Matris teorisi temel alınarak hazırlanmış bir program ile elde edilen optik yansıtma-geçirgenlik eğrileri, ölçüm sonuçlarıyla karşılaştırılmış ve aralarında mükemmel bir uyum olduğu görülmüştür.

Reaktif kopartma tekniği basit ama çok güçlü bir tekniktir. Metalik hedeflerden başlayarak RF/DC teknikleri ile oksit, nitrür ve karbür filmler hazırlamak mümkündür. Bu tür filmler günümüz teknolojilerinde elektrik, optik, mekanik ve dekoratif gibi önemli uygulamalarda kullanılmaktadır.

İleriye dönük çalışmalarda yapılması planlanan bazı düzenlemeler filmlerin daha geniş alanlarda daha homojen kaplanmasını sağlamaya yönelik olmalıdır. Özellikle optik ince film çalışmaları için kaplama yapılan yüzeylerin eş kalınlıkta kaplanıyor olması çok önemli bir unsurdur. Bunun nedeni farklı kalınlığa sahip bölgelerin farklı optiksel cevabı verebilmeleridir. Bu durum elde edilen optik kaplamanın farklı noktalarında arzu edilen spektral bölgenin dışına kaymış çok katlı yansıtmasız ve yüksek yansıtmalı yapıların elde edilmesine neden olur. Bu durumun iyileştirilmesindeki ilk adım alttaş tutucunun döndürülmesidir. Bunun haricinde vakum kazanına salınan gazların, vakum kazanına gitmeden önce başka bir ortamda homojen bir şekilde ve istenilen gaz konsantrasyonunda karışıyor olmaları da filmlerin eş kalınlıkta kaplanmalarını sağlayacaktır.

Alttaş ısıtması, kaplanan filmlerin yapısı ile kristalliğinin belirlenmesinde etkin bir rol oynamaktadır. Oda sıcaklığında kaplanan filmlerin amorf yapıda, alttaş ısıtması altında kaplanan filmlerin ise kristalleşerek daha düzgün bir yapıda oluştukları bilinmektedir. Alttaş ısıtmasının, filmlerin optik, elektriksel ve yapısal özelliklerine olan etkisinin belirlenmesi gelecek çalışmalarda yapılması planlanan diğer bir husustur. Tez çalışmasında kullanılmış olan RF/DC reaktif magnetron kopartma sistemi, difüzyon pompalı eski bir vakum sistemi üzerine yeni unsurlar eklenerek oluşturulmuş, otomatik kontrol ünitesi olmayan bir sistemdir. Bu nedenle de kaplama öncesinde ve kaplama süresince her bir parametrenin ayrı ayrı kontrol edilmesi gerekmektedir. Bu durum yapılan deneysel çalışmaların kullanıcının bilgi ve deneyimine çok bağlı olmasına neden olmaktadır. Gelecekte yapılacak çalışmalar için kaplama parametrelerinin sisteme tanıtılabileceği, kaplama öncesinde ve kaplama süresince tüm parametrelerin bilgisayar kontrollü olarak takip edildiği bir kaplama sistemin kullanılması planlanmaktadır.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Asahi, R., Morikawa, T., Ohwaki, T., Aoki, K., Taga, Y., 2001, Visible-Light Photocatalysis in Nitrogen-Doped Titanium Oxides, Science, 293, 269-271.
- Durusoy, H.Z., Duyar, Ö., Aydınlı, A., Ay, F., 2003, Influence of substrate temperature and bias voltage on the optical transmittance of TiN films, Vacuum, 70, 21-28.
- Fox, M., 2001, Optical Properties of Solids, Oxford University Press, New York, 2-7p, 36p, 145p.
- Güttler, D., Abendroth, B., Grötzschel, R., Möller, W., Depla, D., 2004, Mechanisms of target poisoning during magnetron sputtering as investigated by real-time in situ analysis and collisional computer simulation, Annual Report IIM, FZR-427, 34-37.
- Harsha, K.S.S., 2006, Principles of Physical Vapor Deposition of Thin films, Elsevier Science, 585p.
- Heo, C.H., Lee, S., Boo, J., 2005, Thin Solid Films, 475, 183-188.
- Jeyachandran, Y.L., Narayandass, Sa.K., Mangalaraj, D., Avera S., Mielczarski, J.A., 2007, Properties of titanium nitride films prepared by direct current magnetron sputtering, Materials Science and Engineering A, 445-446, 223-236.
- Jin, P., Miao, L., Tanemura, S., Xu, G., Tazawa, M., Yoshimura, K., 2003, Formation and characterization of TiO₂ thin films with application to a multifunctional heat mirror, Applied Surface Science, 212-213, 775-781.

- Jouan, P.Y., Lempérière, G., 1994, Influence of low energy ion bombardment on the properties of TiN films deposited by r.f. magnetron sputtering, 237, 200-207.
- Leaver, K.D., Chapman, B.N., 1971, Thin Films, Wykeham Publications ltd London and Winchester Springer-Verlag New York, 23p.
- Manory, R., 1987, Surf. Eng. 3 (3), 233.
- Mumtaz, A., Class, W.H., 1982, J. Vac. Sci. Technol., 20 (3), 345.
- Ohring, M., 2002, The Materials Science of Thin Films, Academic Press, New Jersey, 196p.
- Pauly, N., Tougaard, S., 2008, Determination of the surface excitation parameter for oxides: TiO₂, SiO₂, ZrO₂ and Al₂O₃, Surface Science, 602, 1974-1978.
- Pedrotti, F.L., Pedrotti, L.S., Pedrotti, L.M., 2007, Introduction to Optics, Pearson Education, USA, 476p.
- Pérez-Pacheco, A., Prieto, C., Castañeda-Guzmán, R., García-López, J., 2009, Influence of the growth conditions on the stoichiometry and on the optical properties of titanium oxide thin films prepared by reactive sputtering, Thin Solid Films, 517, 5415-5418.
- Simmons, J.H., Potter, K.S., 2000, Optical Materials, Academic Press, USA, 20-22p., 57-68p, 85-91p.
- Tarımcı, Ç., Sarı, H., 2006, Vakum Tekniği, Seçkin Yayıncılık, Ankara, 5s.
- Valvoda, V., Kuzel, R., Cerany, R., Musil, J., 1988, Thin Solid Films, 156, 53.

- Vaz, F., Ferreira, J., Ribeiro, E., Rebouta, L., Lanceros-Méndez, S., Mendes, J.A., Alves, E., Goudeau, Ph., Rivière, J.P., Ribeiro, F., Moutinho, I., Pischow, K., Rijk, J. de, 2005, Influence of nitrogen content on the structural, mechanical and electrical properties of TiN thin films, Surface & Coatings Technology, 191, 317-323.
- Vaz, F., Machado, P., Rebouta, L., Mendes, J.A., Lanceros-Méndez, S., Cunha, L., Nascimento, S.M.C., Goudeau, Ph., Riviére, J.P., Alves, E., Sidor, A., 2002, Physical and morphological characterization of reactively magnetron sputtered TiN films, Thin Solid Films, 420-421, 421-428.
- Wasa, K., Hayakawa, S., 1992, Handbook of Sputter Deposition Technology, Noyes Publications, Osaka, 83-87p, 97-102p.
- Willey, R.R., 1996, Practical Design and Production of Optical Thin films, Marcel Dekker, Michigan, 182p.

Woollam, J.A., Inc, 2003.

BILIMSEL ETKINLIKLER

1. International Workshop on New Trends in Science and Technology, 2008, Design and Manufacture of Antireflecting Filters and Dielectric Mirrors By Means of SiO₂ and TiO₂ Thin Films, Çankaya Üniversitesi, Poster sunumu.

2. 15. Yoğun Madde Fiziği Toplantısı, 2008, SiO₂ ve TiO₂ İnce Filmler Kullanarak Yansıtmasız Filtre ve Yalıtkan Aynaların Tasarımı ve Hazırlanması, Bilkent Üniversitesi, Poster Sunum.

3. 16. Yoğun Madde Fiziği Toplantısı, 2009, Tek ve Çok Katlı SiO₂-TiO₂ İnce Filmlerinin RF Magnetron Kopartma Tekniği Kullanarak Hazırlanması ve Optik Özelliklerinin Belirlenmesi, Gazi Üniversitesi, Sözlü Sunum.

4. 16. Yoğun Madde Fiziği Toplantısı, 2009, Magnetron Reaktif-Saçtırma Yöntemiyle TiN İnce Filmlerinin Hazırlanması ve Fiziksel Özelliklerinin Belirlenmesi, Gazi Üniversitesi, Poster Sunum.

ÖZGEÇMİŞ

- Adı Soyadı : Ayşe Begüm ARIĞ
- Doğum Yeri : Ankara / TÜRKİYE

Doğum Yılı : 1985

Medeni Hali : Bekar

Eğitim ve Akademik Durumu:

Lisans : 2003 - 2007 H. Ü. Müh. Fak. Fizik Mühendisliği

Yabancı Dil : İngilizce

İş Tecrübesi:

2007 - 2009	H. Ü. Müh. Fak. Fizik Müh. Bölümü
	Katıhal Fiziği Anabilim Dalı
	Araştırma Görevlisi
2009 -	Aselsan Mikroelekronik, Güdüm ve Elekro-Optik Grubu
	Mühendis