

Szilíciumnitrid-vékonyrétegek fejlesztése

Beszámoló a 2018/2019-1 félévi doktoranduszi tevékenységről

Hegedüs Nikolett¹



Témavezetők:

Dr. Balácsi Csaba²

Dr. Balácsi Katalin²



¹ Óbudai Egyetem Anyagtudományok és Technológiák
Doktori Iskola, 1. félév

² Magyar Tudományos Akadémia, Energiatudományi
Kutatóközpont, Vékonyréteg-fizika osztály



See what's possible™

SiN-vékonyrétegek

- Széleskörű alkalmazás a mikroelektronikától az üvegbevonatokig [1], [2], [3]
- Jelenleg a fő motiváció: Napelemek védőbevonatai [8], [9], [10], [11]
 - Alkalmazott eljárások
 - PECVD a leggyakoribb [8], [9], [10], [11]
 - RF és HiPIM porlasztás [12]
 - A SiN-réteggel szembeni fő követelmények [12]
 - Magas transzparencia (antireflexiós hatás)
 - Felületi passziváció
 - Jó kopásállóság



A félév célkitűzése

RF magnetron porlasztással leválasztott SiN rétegek optikai tulajdonságának és kopásállóságának fejlesztése hidrogénezéssel



Miért hidrogénezés?

- Hatékony technika vékonyrétegek minőségének javítására [5], [6]
- Kedvezően befolyásolja a réteg optikai tulajdonságait [7]

Miért RF magnetron porlasztás?

- Olcsó
- Alacsony leválasztási hőmérséklet
- könnyen „felskálázható” ipari méretekre

Mintakészítés



Leybold AG típusú
rádiófrekvenciás porlasztó

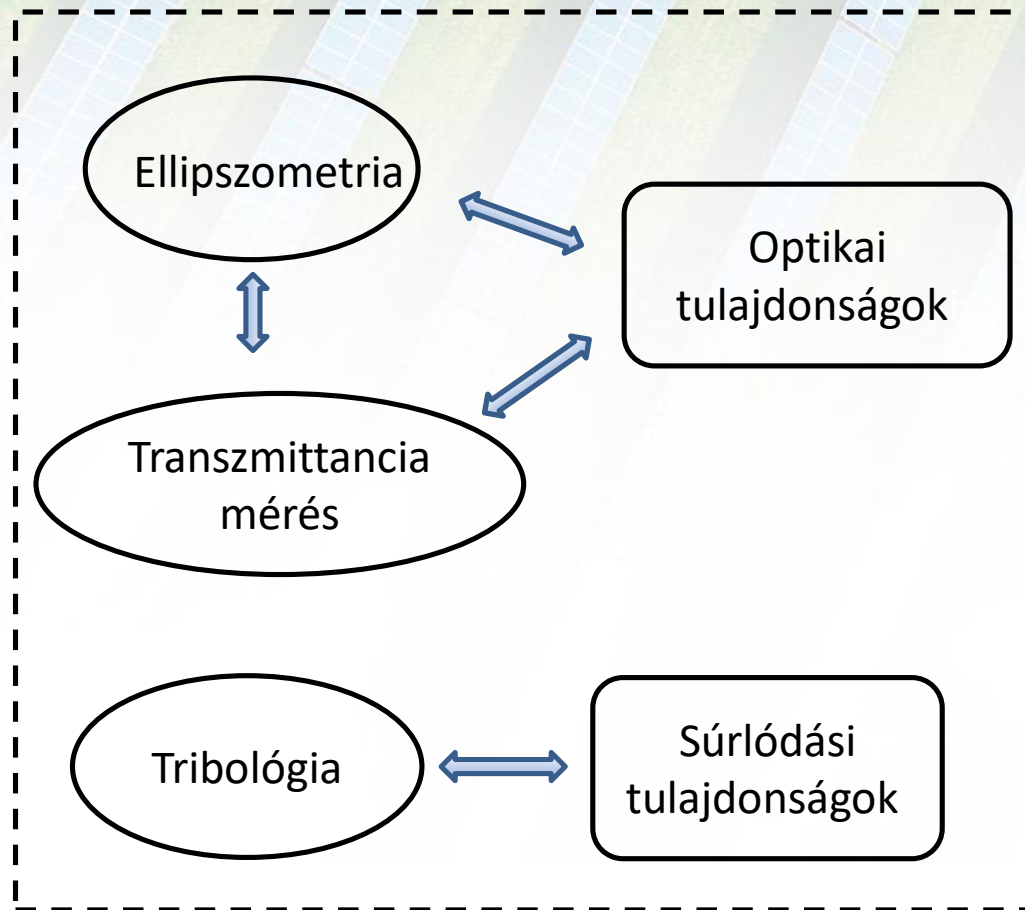
- MTA-EK Vékonyréteg fizika osztály
- Alapanyagok:
 - Si target, N_2 gáz, H_2 gáz
 - Si (100) lapka és 4 mm-es úsztatott síküveg

A porlasztás főbb paramétere

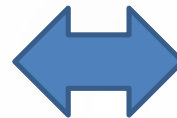
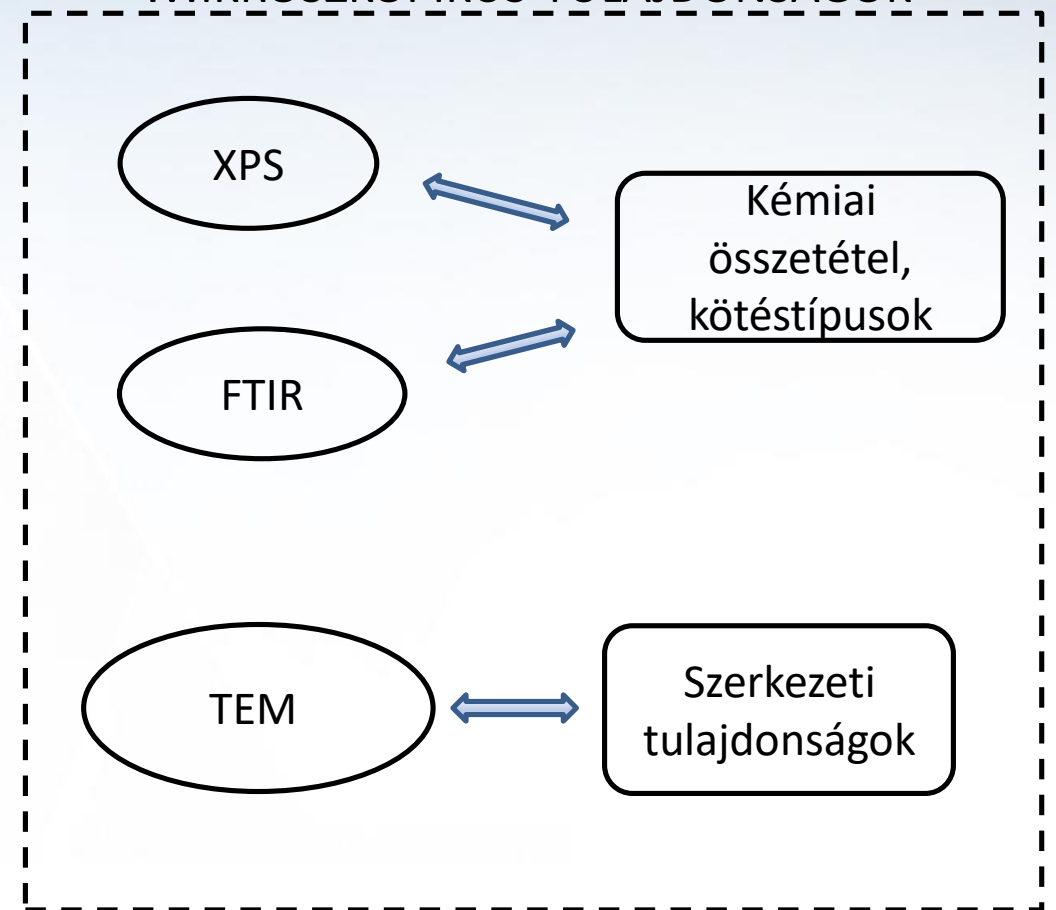
U (kV)	$p_{\text{össz}} (10^{-2} \text{ mbar})$	$p_{H_2} (10^{-4} \text{ mbar})$	H2 flow (sccm)	t(min)
2	2.5	0	0	30
2	2.5	0.5	0.9	30
2	2.5	0.9	1.6	30
2	2.5	1.5	3	30
2	2.5	3.3	6	30
2	2.5	7.9	12	30

Az elvégzett/tervezett vizsgálatok áttekintése

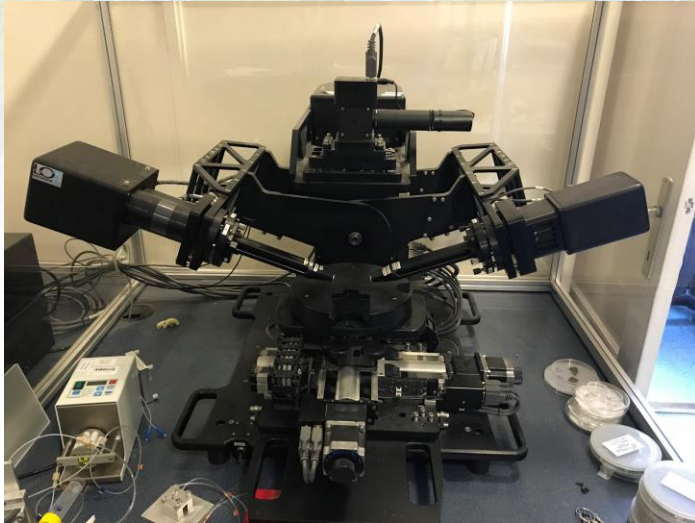
MAKROSKÓPIKUS TULAJDONSÁGOK



MIKROSKÓPIKUS TULAJDONSÁGOK



Optikai tulajdonságok vizsgálata



- MTA-EK Fotonika osztály
- Woollam M2000DI ellipszométer
- 70° és 75° beesési szögek
- 20 Hz kompenzátor frekvencia

Modellválasztás

Cauchy-modell

(Hidrogénmentes rétegek)

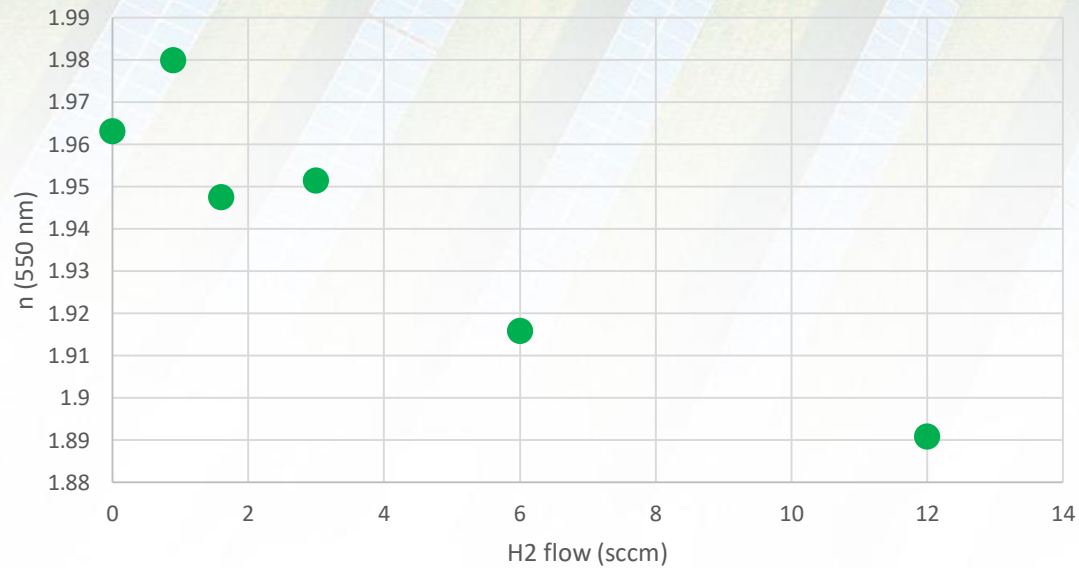


EMA-modell [13], [14], [15]

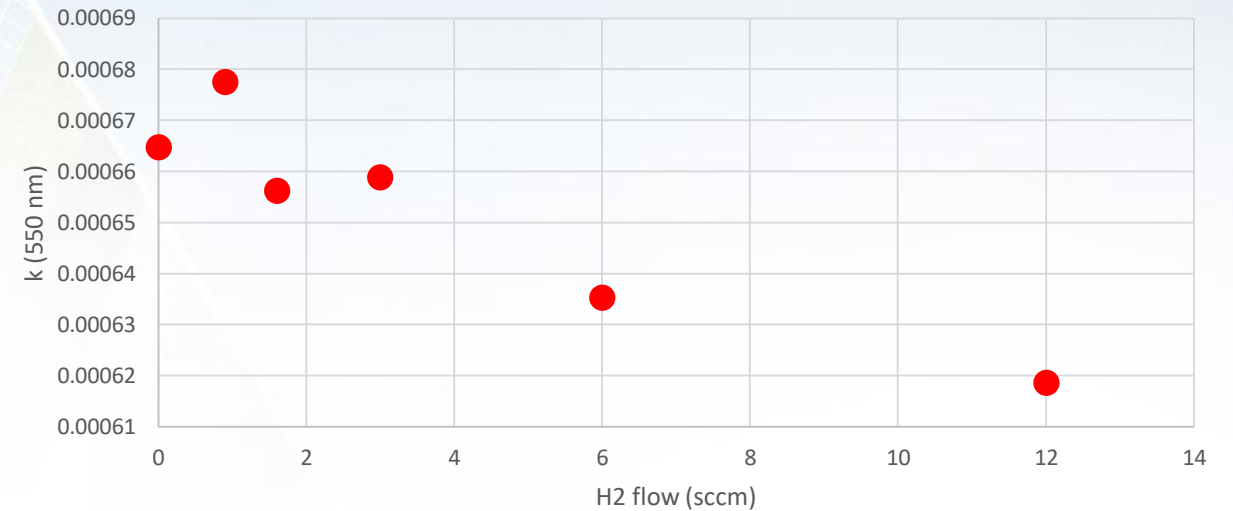
(Hidrogézett rétegek)

Ellipszometria - eredmények

H₂ flow effect on refractive index at 550 nm of SiN:H layers



H₂ flow effect on extinction coefficient at 550 nm of SiN:H layers



Hidrogénezés



n és k értékének csökkenése



Transzmittancia növekedés

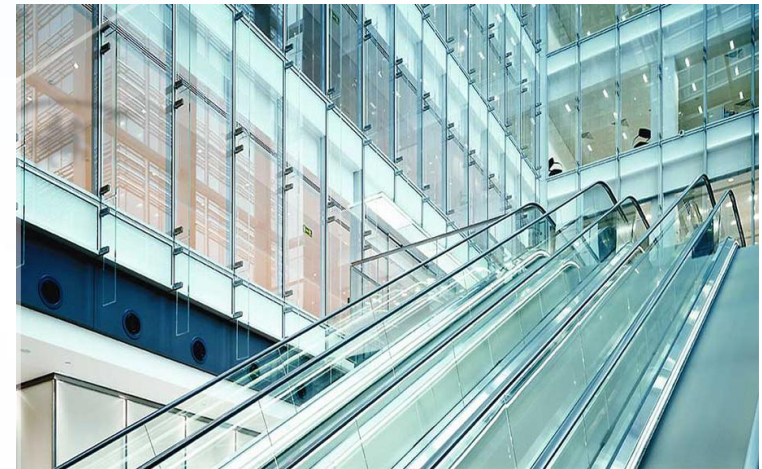
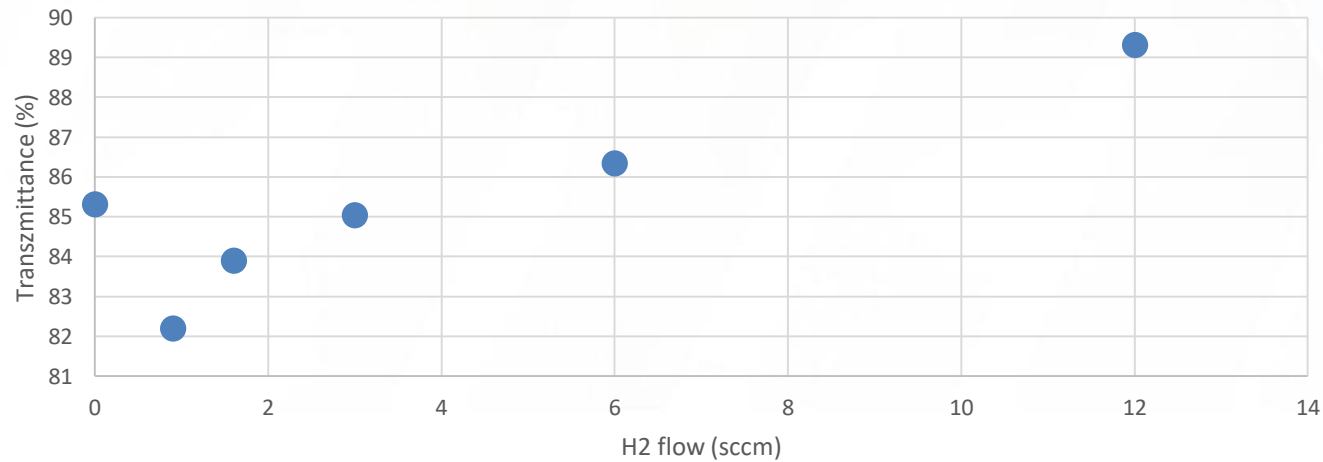


Optikai ellenőrző mérések



- Guardian Orosháza Kft. Minőségellenőrző laboratórium
- Hunterlab UsPro VIS spektrométer
- 350 nm – 1050 nm, 5 nm lépésekben
- Az üvegezés fénytechnikai jellemzőinek meghatározása (MSZ EN 410:2012 szabvány) ^[17]

H2 flow effect on transmittance of coated glass



1. lépés: Cauchy-modell (kiterjesztett):

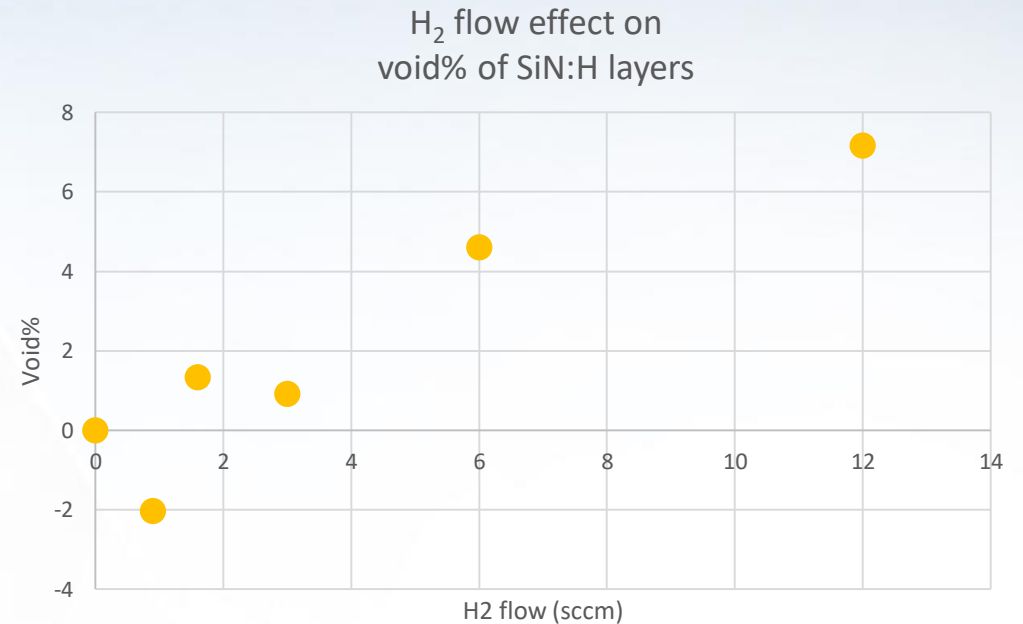
$$n = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4}$$

$$k = \alpha \cdot e^{\beta\left(\frac{1.24}{\lambda} - E_g\right)}$$

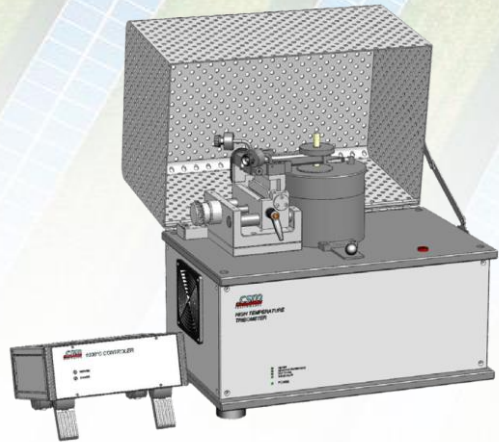
2. lépés: EMA-modell:

1. anyag: SiN (referencia) +
2. „anyag”: Üreg ($n=1$ és $k=0$)

Illesztett paraméter: a két komponens aránya

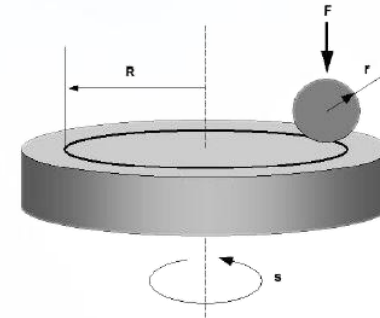


Súrlódási tulajdonságok vizsgálata



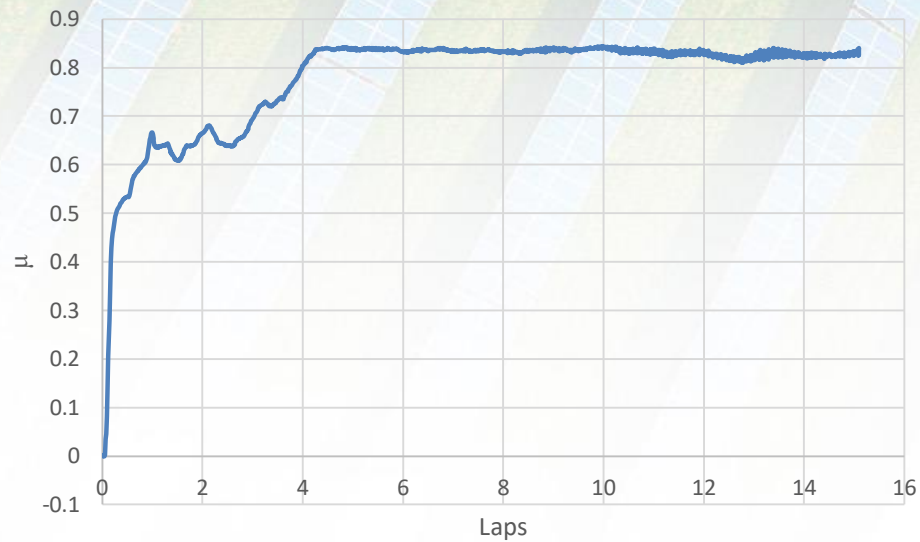
- MTA-EK Vékonyréteg fizika osztály
- CSM DTHT 70 010 tribometer
- Üveg hordozóra porlasztott rétegek vizsgálata

- „Golyó a lemezen” módszer
 - Si_3N_4 anyagú, 5 mm átmérőjű golyó
 - 3 mm átmérőjű körpálya
 - $2 \frac{\text{cm}}{\text{min}}$ kerületi sebesség



Tribológia - eredmények

Friction coefficient vs. Laps curve (SiN:H on glass)

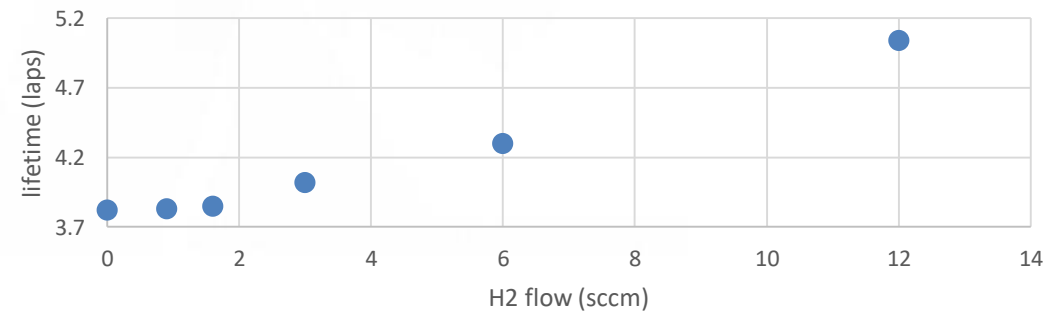


$\mu \approx 0.65$

(minden hidrogénezett mintára)

H2 áram (sccm)	Élettartam (periódus)
0	3.82
0.9	3.83
1.6	3.85
3	4.02
6	4.3
12	5.04

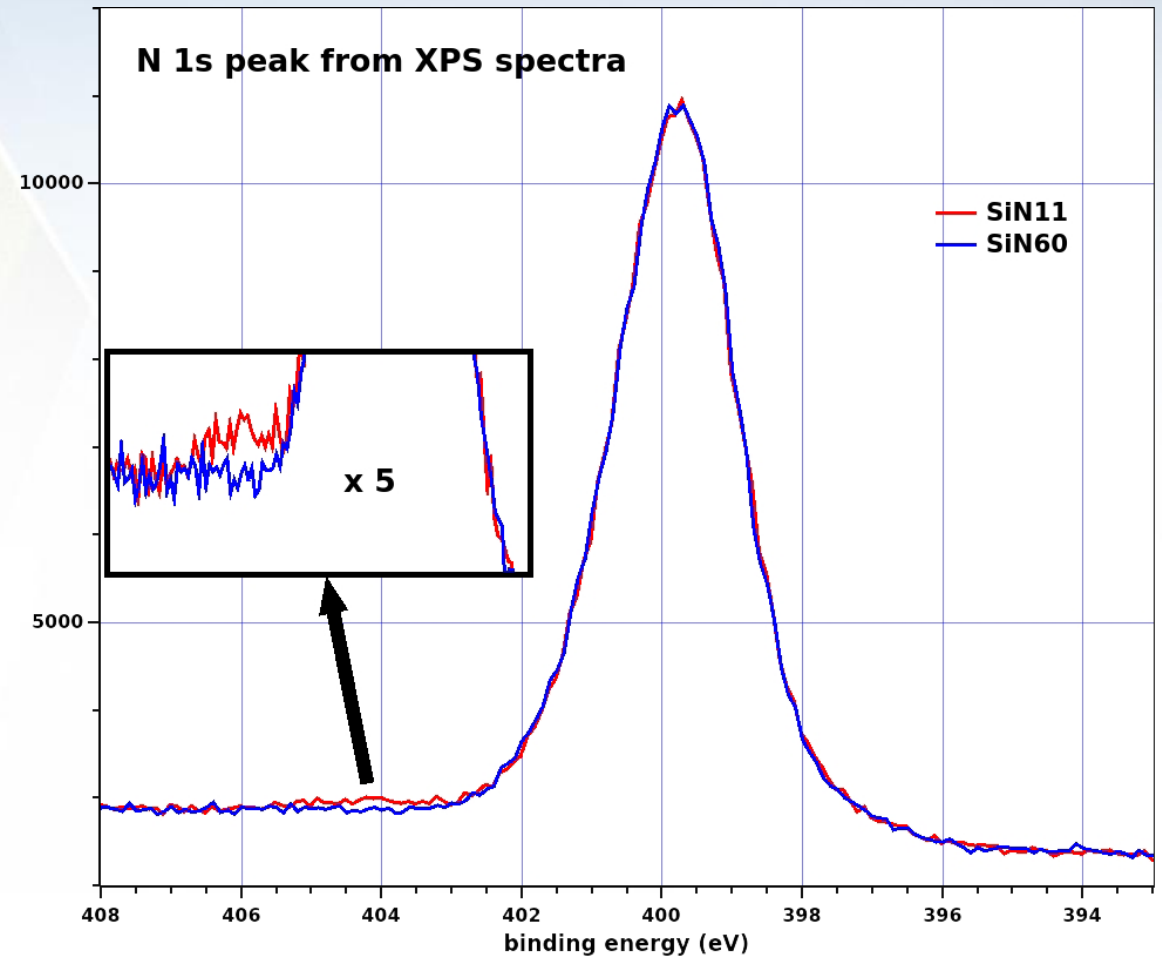
Hydrogen flow effect on lifetime of SiN:H thin films on glass



Röntgen-fotoelektron spektroszkópia

- Felülettisztítás
 - 1 keV Argon-ion bombázással
 - 80° alatt 300 s ideig
- A tapasztalt egyetlen lényeges különbség az O-N kötésekhez tartozik ^[16]

H2 áram	O-N kötések (at%)
0	1.3
0.9	1.1
1.6	0.7
3	0
6	0
12	0



- Kurzusok:
 - Válogatott fejezetek az anyagvizsgálati módszerekből I. (Dr. Telegdi Judit, Dr. Takács Erzsébet)
 - Portechnológiai ismeretek (Dr. Balácsi Csaba)
- Publikációk, konferenciák:
 - Részvétel a FEMS Junior Euromat 2018 konferencián (Budapest)
 - Beküldött absztrakt az XVI. ECerS 2019 konferenciára (Torino)



„Hydrogen effect on the optical and mechanical properties of SiN thin films on Si wafers and glass”

Tervek a következő félésre

- Irodalomkutatás folytatása
- Meglévő mérési eredmények további, mélyebb értelmezése, megértése
- Még több hidrogén adagolása
- További vizsgálatok
 - FTIR mérések
 - TEM vizsgálatok
 - Nanokeménység-mérés
 - Porozitásvizsgálat, sűrűségmérés
- Hőkezelés hatásának vizsgálata a hidrogénezett rétegekre



Irodalomjegyzék

- [1] M.A. Signore, A. Sytchkova, D. Dimaio, A. Cappello, A. Rizzo, *Optical Materials* 34 (2012) 632–638
- [2] S. Guruvenket, Jay Ghatak, P.V. Satyam, G. Mohan Rao, *Thin Solid Films* 478 (2005) 256– 260
- [3] M. Vetter, *Thin Solid Films* 337 (1999) 118.
- [4] Thomas H. Allen, William T. Beauchamp, Bryant P. Hichwa, *Photonics Spectra* (1991) 103-109
- [5] Vineet Rojwal, Monoj Kumar Singha, T. K. Mondal, Debojyoti Mondal, *Supperlattices and Microstructures*, Volume 124, December 2018, Pages 201-217
- [6] Sattam Alotaibi, Krishna Nama Manjunatha, Shashi Paul, *Diamond and Related Materials*, Volume 90, November 2018, Pages 172-180
- [7] Guillermo Santana, Arturo Morales-Acevedo, *Solar Energy Materials & Solar Cells* 60 (2000) 135-142
- [8] JingHeYangchuanKe, *Supperlattices and Microstructures* Volume 122, October 2018, Pages 296-303
- [9] J.-F.Lelievre, E.Fourmond, A.Kaminski, O.Palais, D.Ballutaud, M.Lemiti, *Solar Energy Materials & Solar Cells* 93 (2009) 1281–1289
- [10] Daniel Benoit, Pierre Morin, Jorge Regolini, *Thin Solid Films* 519 (2011) 6550–6553
- [11] Kirill O. Bugaev, Anastasia A. Zelenina and Vladimir A. Volodin, *International Journal of Spectroscopy* 2012(1687-9449)

Irodalomjegyzék

- [12] VasileTiron, Ioana-LauraVelicu, IulianPana, DanielCristea, Bogdan, GeorgeRusu, PaulDinca, CorneliuPorosnicu, EduardGrigore, DanielMunteanu, SorinTascu, Surface and Coatings Technology, Volume 344, 25 June 2018, Pages 197-203
- [13] L. Asinovskya, F. Shena, T. Yamaguchib, Thin Solid Films 313]314 1998. 198]204
- [14] A.-S. Keita, A. En Naciri, F. Delachat, M. Carrada, G. Ferblantier, A. Slaoui, M. Stchakovsky, Thin Solid Films 519 (2011) 2870–2873
- [15] S.C. Siah, B. Hoex, A.G. Aberle, Thin Solid Films 545:451-457, 2013
- [16] J. R. Shallenberger, D. A. Cole, S. W. Novak, Journal of Vacuum Science and Technology, Volume 7, Number 4, July/August 1999
- [17] MSZ EN 410:2012, Az üvegezés fénytechnikai és napsugárzási tulajdonságainak meghatározása, Magyar Szabvány, 2012

Köszönetnyilvánítás

- Dr. Balázs Csaba¹ (témavezetés)
- Dr. Balázs Katalin¹ (témavezetés)
- Dr. Lovics Riku¹ (RF porlasztás)
- Dr. Petrik Péter² (SE-mérések)
- Dr. Sulyok Attila¹ (XPS-vizsgálatok)
- Zagyva Tamás¹ (Tribológiai mérések)



¹ Magyar Tudományos Akadémia, Energiatudományi Kutatóközpont, Vékonyréteg-fizika osztály

² Magyar Tudományos Akadémia, Energiatudományi Kutatóközpont, Fotonika osztály

Köszönöm a figyelmet!

Thank You