Si Yonga Üzerine Süperiletken $YBa_2Cu_3O_{7-X}$ Josephson Eklemi Ve DC-SQUID Üretim Teknolojisinin Geliştirilmesi

Program Kodu: 1001

Proje No: 114F165

Proje Yürütücüsü:
Doç. Dr. İlbeyi AVCI

Araştırmacı:
Prof. Dr. Mustafa TEPE

MAYIS 2017
İZMİR

ÖNSÖZ

Bu projede, Si wafer üzerine sıvı azot sıcaklığının (77 K) üzerinde bir sıcaklıkta süperiletken geçiş gösterebilen yüksek sıcaklık süperiletkenlerinden $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (YBCO) malzemesiyle ince film üretimi ve bu filmlerle step-edge yapısında Josephson eklemi ve bu teknolojiyi kullanan SQUID teknolojisinin geliştirilmesi çalışmaları yapılmıştır. Proje TÜBİTAK tarafından 1001 program kodu kapsamında desteklenerek 15 Kasım 2014 tarihinde başlamış ve 15 Mayıs 2017'de planlandığı şekilde tamamlanmıştır. Bu süre içerisinde yapılan çalışmalar ve elde edilen sonuçlar gelişme raporlarında TÜBİTAK'a iletilmiş ve Si üzerinde 85 K sıcaklıkta çalışabilen YBCO ince filmlerin ve bu filmlerle Josephson eklemi üretim teknolojisinin geliştirilmesi aşamalarının tamamı bu raporda detaylarıyla verilmiştir. Silikon üzerinde süperiletken elektronik aygıt geliştirme çalışmalarının tamamlanması ve testleri sonrasında, 77 K sıcaklıkta çalışabilen Si/YSZ/CeO_2/YBCO sistemine dayalı mikroköprü ve step edge teknolojili Josephson eklemi yapımı başarılmış olup, bu eklemin kritik akım değerleri bu sıcaklıkta yaklaşık 2.5-3 mikro amper seviyelerinde ölçülmüştür. Si üzerine yapılmış bu türden çalışmalarda elde edilen en yüksek çalışma sıcaklığında film ve eklem teknolojisi bu proje ile başarılmış olup, kapsam içerisinde süreci anlatan çeşitli tasarım, test sonucu ve resimler bu raporun ilgili bölümlerinde verilmiştir.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	**i**
ÖZET	**iv**
ABSTRACT	**v**
1. GİRİŞ	**1**
2. LİTERATÜR ÖZETİ	**2**
3. GEREÇ ve YÖNTEM	**3**
3.1 Si Üzerine YBCO İnce Film Üretimi	**7**
3.2 Si Üzerine YBCO Mikroköprü ve Josephson Eklemi Üretimi	**12**
3.2.1.YBCO üzerinde Litografi İşlemi ve Mikroköprü üretimi	**13**
3.2.2. Silikon Wafer Üzerinde Basamak Yapılarının Oluşturulması	**18**
3.2.3. Basamaklı Si üzerine JJ Yapılarının Oluşturulması	**20**
4. SONUÇ	**23**
Kaynaklar	**24**

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Josephson ekleminin elektronik devre gösterimi. 2
Şekil 2.2. Josephson ekleminin Akım –Gerilim karakteristiği. 3
Şekil 2.3. Josephson ekleminin manyetik alana bağlı olarak değişimi. 3
Şekil 2.4. YBCO Josephson ekleminin üretim teknikleri. 6
Şekil 2.5. Step-edge Josephson eklemi üretimi için kullanılan yöntem. 6
Şekil 3.1. Si üzeri YSZ ve CeO2/YSZ ince filmlerin XRD analizleri. 9
Şekil 3.2. Si üzeri YSZ ve CeO_2/YSZ ince filmlerin SEM görüntüleri. 10
Şekil 3.3. Si üzeri YSZ ve CeO_2/YSZ ince filmin EDX analizleri. 10
Şekil 3.4. farklı YBCO ince film için Direnç-Sıcaklık ölçümü. 11
Şekil 3.5. YBCO mikroköprü üretiminde kullanılacak olan maske tasarımları. 13
Şekil 3.6. Fotolitografi ve aşındırma işlemlerinin aşamaları. 14
Şekil 3.7. YBCO mikro köprünün sıcaklığa bağlı olarak direncinin değişim grafiği. 16
Şekil 3.8. Si üzerine büyütülen YBCO ince filmlerin DC Direnç-Sıcaklık değişimi. 16
Şekil 3.9. Si üzeri YBCO ince filmlerin Manyetik Süseptibilite-Sıcaklık değişimi. 17
Şekil 3.10. Si üzerine büyütülen YBCO ince filmlerin XRD analizi. 17
Şekil 3.11. Si üzerine büyütülen YBCO ince filmlerin SEM görüntüleri. 17
Şekil 3.12. Step-edge Josephson eklemi üretimi için kullanılan yöntemler. 18
Şekil 3.13. Çok portlu magnetron sputter sisteminin şematik gösterimi. 19
Şekil 3.14. İyon demetli aşındırma tekniği kullanılarak elde edilmiş olan yapı. 19
Şekil 3.15. IBE aşındırması sonrasında fotorezist görüntüleri. 20
Şekil 3.16. Basamaklı yapıda elde edilmiş olan Si wafer, Josephson eklemi. 21
Şekil 3.17. Tek-hatlı Josephson eklemlerinin karşılaştırmalı akım-gerilim grafiği. 22

ÖZET

YBCO Josephson eklemlerinin üretimini mikroelektronik teknolojisinde standart olarak kullanılan Si yongalar üzerine geliştirmek, üretim maliyetini düşürmek ve üretim süreçlerini bu malzemelerle çalışabilecek şekilde oluşturmak büyük önem arz etmektedir. YBCO ince filmlerin Si yongalar üzerine istenen özelliklerde üretilebilmesi için literatürde geniş araştırmalar bulunmakta, ancak 77 K ve üzerinde çalışabilecek Si üzerinde YBCO ince film üretimi ve Josephson eklemlerinin oluşturulması çalışmaları henüz istenilen seviyeye ulaşmamış olup bu konuda araştırmalar halen devam etmektedir. Si üzerine YBCO ince film üretiminin yapılabilmesi ve bu film ile step-edge türünde bir eklem teknolojisinin geliştirilmesi için öncelikle Si üzerine uygun bir tampon katman üretiminin yapılması gerekmektedir. Bu işlem için çeşitli malzemeler kullanılmakta olup en etkili yöntemler bu proje kapsamında da uygulanan YSZ/CeO_2 tampon katmanın üretilmesidir. Si üzerine üretilen 200-250 nm kalınlığındaki tampon katmanlar üzerine YBCO ince filmlerin üstün kalitede üretimi için gerekli süreçler de yine bu proje kapsamında geliştirilmiştir. Eklem üretimi için gerekli olan “step-edge” yapıları standart UV litografisi, kimyasal ve iyon aşındırması yöntemiyle hem Si yonga hem de YSZ/CeO_2 tampon katman üzerinde yapılmış ve bu desenler üzerine 200 mn kalınlıkta ve 4 mikrometre genişliklerde YBCO Josephson hatları eklem olarak üretilmiştir. Bu eklem teknolojisi DC-SQUID sensörlerin üretiminde kullanılan yegane yöntem olacaktır. Böylece, Si yongalar üzerine istenilen boyutlarda ve sayıda YBCO Josephson eklemi içeren elektronik aygıtların üretimi için ön süreçler geliştirilmiş durumdadır. Literatürde Si üzerine YBCO ince film üretimi ve çeşitli geometrilerde Josephson eklemi üretimiyle ilgili çalışmalar bulunmasına rağmen, Si üzerine yapılmış ve sıvı azot sıcaklığında çalışabilen aygıtlar yok denecek kadar azdır. Bu şekliyle, projeden elde edilen yöntem ve teknoloji bilgisinin bu alana katkı sağlayacak düzeyde olduğunu değerlendirmekteyiz.

Anahtar Kelimeler: Josephson Eklemleri, Si Yonga Üzerine YBCO İnce Film Üretimi.

ABSTRACT

Research on the development of high performance YBCO thin films and Josephson junctions devices on Si wafers, which is the standard substrate material in the microelectronic technology, is very important. There have been many research articles in the literature for fabrication of YBCO thin films on Si wafers, but the fabrication of these thin films and Josephson junction in the multilayer structure are still in very primitive stage and should be improved in order to achive them working above the liquid nitrogen temperature. Since the YBCO thin film requires a crystalline match underneath it, a buffer layer has to be fabricated on Si wafer prior to the thin film deposition. These buffer layers are mostly YSZ/CeO_2 thin films and were also used in our study. For the Josephson junction fabrication on this tri-layer structure, Si wafer was patterned and etched by using either chemical or ion beam etching to form step-edge structures and the YSZ/CeO_2 thin films were deposited onto the wafer. Then the YBCO thin film was deposited and patterned as Junction strip lines. The 4 micron junction strip lines were patterned by standard lithography and etching process in order to obtain the Josephson junctions. By optimizing the fabrication procedure along with the testing device parameters, these junction profiles could be adopted to YBCO DC-SQUID fabrication for many applications. In this study, a full fabrication procedure was developed for Si based YBCO thin film and Josephson junction working above the LN temperature, thus we believe, a new fabrication technology was introduced to the device arena as an important alternative to the current technology.

Keywords: Josephson Junctions, YBCO Thin Film Fabrication on Si Wafers.

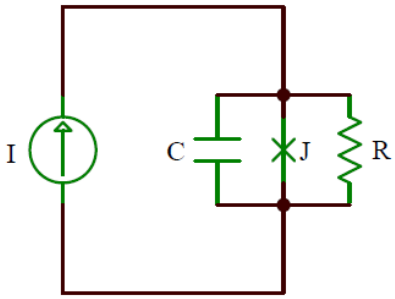
1. GİRİŞ

Bu projde, Silikon wafer üzerinde, 77 K sıvı azot sıcaklığının üzerinde süperiletken özellik gösteren $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (YBCO) ince filmlerin üretilebilmesi ve bu filmlerle Josephson eklemi ve SQUID sensör yapılabilmesine yönelik bir teknoloji geliştirme çalışmaları yapılmıştır. Si wafer ile YBCO ince filmin kristal özelliklerinin uyumsuz olması ve iki malzeme arasındaki termal genleşmelerin önemli ölçüde farklılıklar göstermesi nedeniyle Si wafer üzerine direk olarak YBCO ince film büyütülememektedir. Si üzerine öncelikle termal genleşme farklılıklarına dayanıklı olacak ve yüksek sıcaklıklarda YBCO film üretimi süresince Si-YBCO arayüzünde atomik difüzyon ile malzemelerin birbirini kirletmesi durumlarına önlem olarak YSZ katmanı kaplanıp, bu katman üzerine de YBCO ile kristal uyumu gösteren CeO_2 katmanı kaplanmakta ve bu iki farklı katmanın yapımından sonra YBCO ince film kaplanabilmektedir. Bu şekilde elde edilecek çok katmanlı bir yapıdaki filmin hem kristal hem termal hem de elektronik özellikler bakımından istenilen değerlere ulaştırılabilmesi literatürde oldukça açıkta kalmış bir alan olup bu konuda önemli geliştirmeler bu proje kapsamında sağlanmıştır. Elde edilen filmlere ilişkin deneysel detaylar ileriki bölümlerde verilmiş olup, özet olarak, literatürde 77 K altındaki çeşitli sıcaklıklarda elde edilebilmiş olan bu filmlerin geçiş sıcaklıkları 85 K seviyesine çekilebilmiştir. Bu filmlerin geçiş sıcaklıkları itibariyle sıvı azot sıcaklıklarında süperiletken halde olabilmeleri, bu sıcaklıklarda çalışabilen süperiletken aygıtların yapılabilmesine olanak sağlamış durumdadır. Bu amaçla, projenin ilerleyen kısımlarında bu filmlerle çeşitli mikroköprü aygıtları yapılmış ve test edilmiştir. Bu açıdan aygıt olarak kullanılabilirliği kanıtlanan Si üzeri YBCO filmlerle Josephson eklemi geliştirme çalışmalarına başlanmış ve detaylı eklem teknolojisi geliştirme aşamaları yürütülmüştür. YBCO ince filmlerle elde edilebilecek yegane eklem tipi step-edge teknolojili zayıf-bağlı Josephson eklemi olabileceği için, bu filmler üzerinde sayısız step-edge yapıları denenmiş ve bu yapılar üzerinde eklem hatları üretilerek test edilmiştir. Bu YBCO filmlerin hassas kristal yapısı nedeniyle Josephson eklemlerinin kritik parametreleri standart $SrTiO_3$ çift kristal özellikli eklemlere kıyasla zayıf olmaktadır. Bu çalışmalara ilişkin detaylar ileriki bölümlerde verilmiş olup, eklemlerin kritik akım seviyeleri birkaç mikroamper mertebelerinde elde edilmiştir. Teknolojik olarak step-edge Josephson eklemleri Si-YBCO sisteminde geliştirilmiş olup, beklenen özellikte lineer olmayan bir akım-gerilim karakteristiği elde edilmiş ve bu karakteristiğin standart aygıtlara kıyasla parametreleri karşılaştırılmıştır. Geliştirilmiş olan step-edge teknolojisi üzerine inşa edilen DC-SQUID aygıtların kritik akım değerleri de benzer şekilde birkaç mikroamper seviyelerinde olup, geliştirilmiş teknolojinin detaylı sonuçları ve muhtemel optimizasyonu için gerekli önerilerin de yer aldığı JJ ve SQUID üretimi için kullanılan yöntemler, geometrik parametreler ve test aşamaları ilerleyen bölümlerde detaylarıyla verilmiştir.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

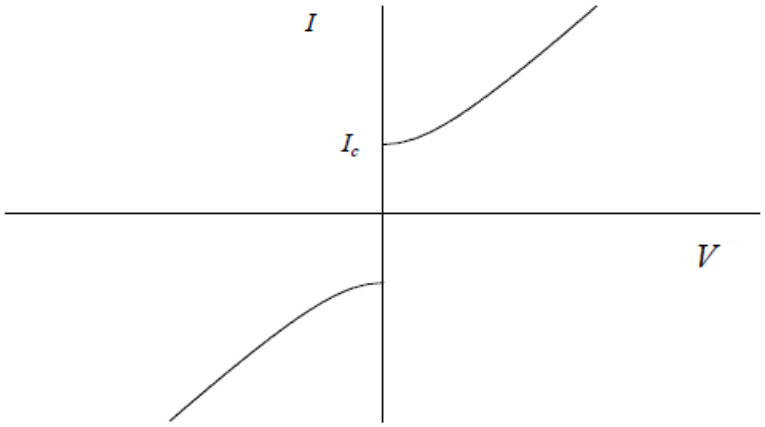
YBCO ince filmlerin Si yongalar üzerine üretimi işlemleri 1990'lı yıllardan beri denenmekte ve ince film açısından çeşitli sonuçlar elde edilmektedir. Ancak konunun birçok açıdan karmaşıklıklar içermesi nedeniyle Si üzerine YBCO ince film üretimi çalışmalarında filmler çoğunlukla 77 K sıvı azot sıcaklığının altında (yaklaşık 65 K) olacak şekilde yapılabilmiştir. Bu nedenle de sıvı azot sıcaklıklarında çalışabilen bir aygıt Si-YBCO sisteminde bilgimiz dahilinde yoktur. Josephson eklemlerinin, SQUID'ler ve süperiletken tabanlı analog ve dijital çeviriciler gibi süperiletken elektroniği alandaki birçok aygıtın temelini oluşturması ve YBCO ile yapılabilmesindeki en önemli avantajı görece daha ucuz ve kolay şekilde sıvı azot ile soğutulabilmeleridir. Bu nedenle de YBCO tabanlı sistemler öncelikle 77 K den daha yukarılarda süperiletken olmalıdır. Si üzerine geliştirilecek olan aygıtlarda da önce bu koşulun sağlanması gerekmektedir.

Josephson etkisi iki zayıf bağlı süperiletken arasında gerçekleşen ve süperiletkenliğin makroskopik kuantum doğasının bir sonucu olan elektron çiftinin kuantum mekaniksel olarak tünellemesi ile gözlenmektedir. Bu etkiyi pratikte bir sistem üzerinde gözleyebilmek için Josephson ekleminin fiziksel bir aygıt olarak tasarlanıp incelenmesi gerekmektedir. Süperiletken elektronik bir sisteme karşılık gelen Josephson eklemi temel olarak, ince film yapısında iki süperiletken katman arasına ince bir yalıtkan bariyer yerleştirilerek yapılmaktadır. Bu iki süperiletken katman arasında oluşan Cooper çifti tünellemesiyle elektron çiftleri iki süperiletken arasında herhangi bir voltaj farkı oluşmadan geçebilmekte ve kritik akım (I_c) değerine göre normal hal (voltaj durumu) ile süperiletken hal (sıfır voltaj durumu) arasında anahtarlama yapabilmektedir.



Şekil 2.1. Josephson ekleminin elektronik devre gösterimi.

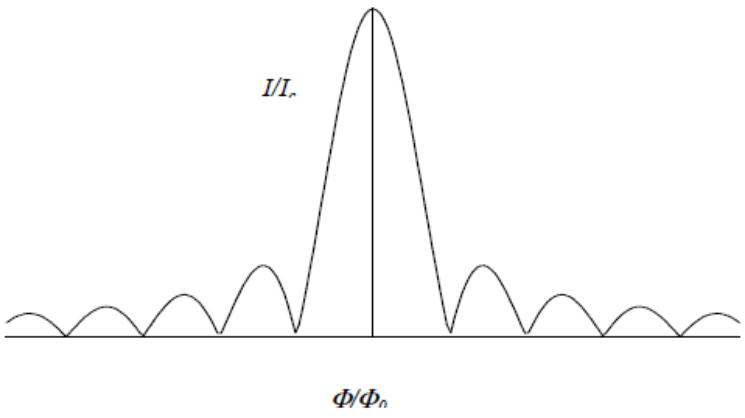
Bu şekilde bir Josephson eklemi lineer olmayan bir akım – gerilim karakteristiği göstermektedir.



Şekil 2.2. Josephson ekleminin Akım –Gerilim karakteristiği.

Josephson eklemlerinin bir diğer önemli karakteristiği de maksimum kritik akımın uygulanan manyetik alana bağımlılığıdır. Bu durum asağıdaki şekilde tanımlanır.

$$I_s^m(\phi) = I_c \left| \frac{\sin(\pi\phi/\phi_0)}{(\pi\phi/\phi_0)} \right|$$



Şekil 2.3. Josephson ekleminin maksimum kritik akımının manyetik alana bağlı olarak değişimi.

Buna göre Josephson ekleminde oluşan süper akımın maksimum değeri manyetik alanın sinüs fonksiyonudur ve dışarıdan uygulanan manyetik alana göre değişmektedir. Bu özelliği ile Josephson eklemiyle SQUID sensörler yapılabilmektedir.

Josephson etkisinin net biçimde gözlenmesi ve bununla elektronik bir aygıt yapılabilmesi için aygıtın ince film formundaki süperiletken malzemelerle üretilmesi gerektirmektedir. Niyobyum (Nb) tabanlı düşük sıcaklık süperiletkenleriyle yapılan Josephson eklemleri Nb ince filmler ve arada ince bir yalıtkan (Al/AlO_x) tünel bariyerinden oluşmaktadır. Bu üretim tekniği düşük sıcaklık eklemler için hemen hemen standart olarak kullanılmakta ve başarılı elektronik aygıtlar geliştirilebilmektedir.

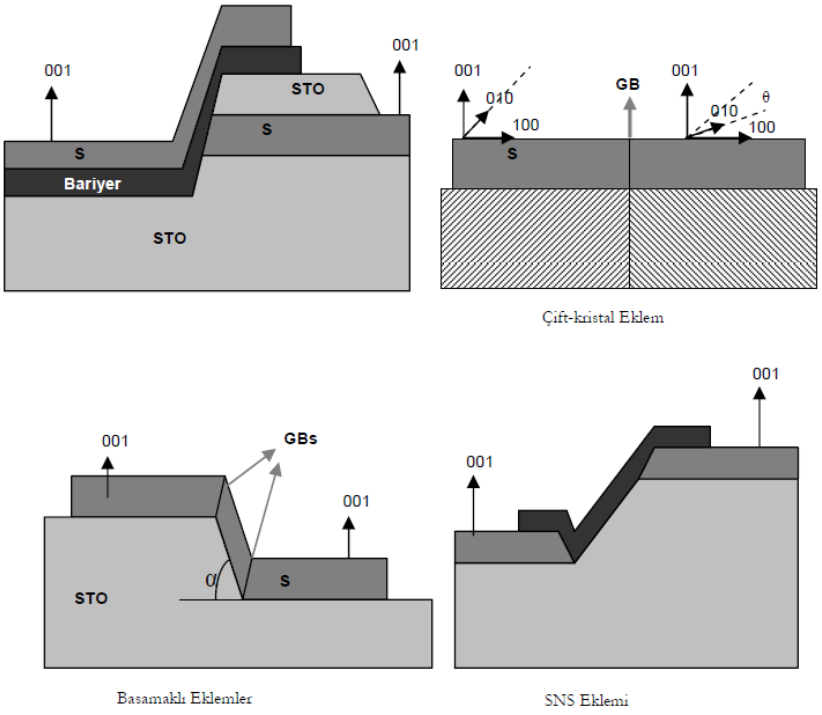
Düşük sıcaklık süperiletkenlerine birçok nedenle iyi birer alternatif olan yüksek sıcaklık süperiletkenleriyle Josephson eklemi üretimi ise görece daha karmaşık üretim teknolojisi gerektirmekte olup, tünel eklemi tipinde bir yapı yüksek sıcaklık süperiletkenleriyle yapılamamaktadır. YBCO ince film tabanlı Josephson eklemleri genellikle zayıf-bağlı süperiletken yapı şeklinde elde edilmekte ve bunun için de özel olarak işlenmiş kristal altlıklar kullanılmaktadır. Bu altlıklar geleneksel olarak MgO, $SrTiO_3$ veya $LaAlO_3$ kristalleridir. Bu kristaller üzerine YBCO ile Josephson eklemi oluşturmak için genellikle ya çift kristal grain sınırı ya da iyon aşındırması yoluyla step-edge türünde basamaklı grain sınırına sahip olan altlıklar kullanılmaktadır. Bu altlıklar oldukça pahalı olup (yaklaşık 2000 – 5000 TL arasında), yüzey alanları da standart olarak 1 cm^2 ile sınırlıdır. Bazı özel durumlarda 2 x 2 cm^2 'lik kristaller de kullanılmaktadır ancak bu kristaller çok daha pahalıdır ve üretimi de zordur. Benzer şekilde, bu kristallerin üretim teknolojisi ancak belli bir hat boyunca (genellikle altlığın ortası boyunca) eklem üretimine izin vermekte ve çoklu eklem gerektiren elektronik devre tasarımını önemli ölçüde kısıtlamaktadır [1-4].

Bir diğer önemli sorun da, iyi kalitede yüzey/arayüz özelliklerine sahip çift kristal altlıkları ithal etmek çoğunlukla mümkün olamamaktadır. Bu kristallerin üretimini yapan az sayıdaki ülkeler katı sınırlamalar koymakta ve bu kristallerin ülkeleri dışına çıkarılmasına ancak sınırlı sayıda izin vermektedirler. Dolayısıyla hem malzeme kısıtlılığı hem de çeşitli ekonomik ve güvenlik kaygıları nedeniyle yüksek sıcaklık süperiletken aygıtların geliştirilmesi ve teknolojide yaygın olarak kullanılması çeşitli zorluklar içermektedir. Mikroelektronik teknolojisinin vazgeçilmez altlıkları olan Si yongaların çok daha ucuz olması, yaygın kullanımı ve çeşitli değerlerdeki özdirenç, kristalik yönelim ve yüzey özelliklerine sahip olarak üretilebilmesi, bir altlık olarak geniş yüzeyler sağlayabilmesi ve bunlara ek olarak da hem düşük hem de yüksek sıcaklıklarda kullanılabilmeleri çok ciddi avantajlar sağlamaktadır. Bu

altlıklar bütün bu özelliklerinden dolayı düşük sıcaklık süperiletken aygıtların (Nb-Ta-Al tabanlı STJ, SQUID, TES, RSFQ vb.) üretiminde standart olarak kullanılmaktadır [5-10].

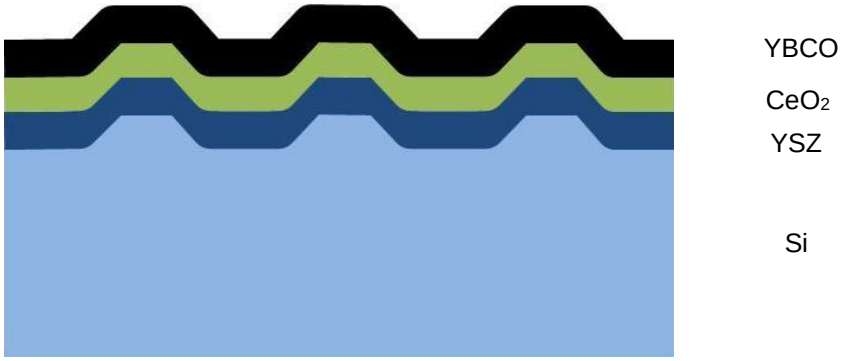
Yüksek sıcaklık süperiletkenlerinin üretilmesi esnasında özel kristal yapıya sahip altlıklar kullanılması ve buna özgü üretim koşullarının belirlenmesi gerekmektedir. Yüksek sıcaklık süperiletken ince filmleri üretmek için kullanılacak altlıkların temel özellikleri, film ile kristal ve termal özelliklerinin uyumu ve ara yüzeyde kimyasal etkileşmenin olmaması olarak sıralanabilir. Bu özellikleri MgO, $SrTiO_3$ veya $LaAlO_3$ altlıklar sağlamaktadır. Bu altlıklar üzerine büyütülecek filmin kristal yapısı hem kullanılan altlığın yapısına ve arayüzeyin temizliğine hem de kaplama parametrelerine (sıcaklık, gaz basıncı, oksijenleme vb) bağlıdır. Genellikle c-eksenli yönelimli filmlerin altlık sıcaklığı 700^0C den yüksek olmalıdır [1]. DC-magnetron sputter sistemiyle kaliteli yüksek sıcaklık süperiletken filmler hazırlanabilmektedir. Büyütülecek olan filmin süperiletkenlik özellikleri, püskürtme esnasında kullanılan üretim parametrelerine direk olarak bağlıdır. Uzun yıllar boyunca proje ekibimiz tarafından uygulanan üretim tekniğiyle çok sayıda YBCO ince film üretimi yapılmış ve elde edilen YBCO süperiletken filmler birçok aygıt tasarımında başarılı bir şekilde kullanılmıştır [2, 3, 4, 11, 12].

Yüksek sıcaklık süperiletkenleriyle aygıt geliştirme amaçlı YBCO ince filmlerin üretilmesi yukarıda özetlenen özel koşullara ve özel altlıklara ihtiyaç duyması nedeniyle Si yongalar bu alanda yaygın bir şekilde kullanılamamaktadır. Ancak, gerekli kristal yapıyı sağlayabilecek, süperiletken filmlerle arayüzde gerçekleşen kimyasal reaksiyonları en aza indirecek ve benzer termal özellikleri sağlayacak tampon katmanlar kullanılması Si yongaların yüksek sıcaklık süperiletken filmlerin üretiminde de kullanılabilmesini mümkün kılmaktadır. Bu tampon katmanlar, literatürde kullanıldığı şekliyle MgO, $LaAlO_3$, $SrTiO_3$, Y_2O_3/YSZ, YSZ/CeO_2 olarak seçilmektedir [13-20]. Birçok bilimsel çalışmada standart boyutlarda bulunan (10x10 mm^2 ve 10x5 mm^2) klasik altlıklar (MgO, $LaAlO_3$, $SrTiO_3$) kullanılarak YBCO süperiletken filmler üretilmiş ve bunlarla çeşitli aygıtlar geliştirilmiş olmakla beraber, SQUID gradyometre, RSFQ aygıtları, bolometre, yüksek frekans antenleri ve filtreler gibi birçok aygıtın bir arada bulunduğu çoklu çip gerektiren aygıtlar için daha geniş yüzeylere ve yonga üzerindeki çeşitli bölgelere eklem yerleştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu aygıtları klasik altlıklar üzerine yapmak ya çok pahalıya mal olmakta ya da eklem pozisyonları itibariyle çoklu eklem içeren aygıtlar için mümkün olmamaktadır. Örneğin 2 veya 3 inç boyutlarında Si yonga üzerine YBCO ince film üretimi yapılıp, bu filmlerle Josephson eklemleri içeren aygıtların bir arada ve bütünleşik şekilde üretildiği tek çip üzerinde katmanlı yapılar elde edilmesinin teknolojik yönü oldukça yüksektir.



Şekil 2.4. YBCO Josephson ekleminin üretim teknikleri.

Bu proje önerisinde, YBCO yüksek sıcaklık süperiletken ince filmlerin Si yongalar üzerine büyütülmesi için bir üretim süreci geliştirilmiş ve bu filmler üzerinde step-edge teknolojisine sahip Josephson eklemlerinin üretimi çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Buna göre, YBCO ince filmlerin kristal yapısı kullanılan altlığın kristal yapısına bağımlı olduğundan Si yonga kullanılması durumunda uygun kristal alt yapıyı oluşturmak amacıyla tampon katmanların kullanılması gerekmiştir.



Şekil 2.5. Step-edge Josephson eklemi üretimi için kullanılan yöntem. Basamaklı yapı Si yonga üzerinde işlenmiştir.

YBCO ince film kaplaması öncesinde Si yongalar üzerine YSZ/CeO_2 tampon katmanlar kaplanarak özellikleri incelenmiş ve ardından bu katmanlar üzerine YBCO ince film büyütülmüştür. Burada, Si üzerine büyütülen YSZ katman, kimyasal ve mekanik özellikleri bakımından oldukça kararlı özelliklere sahip olduğundan, Si yonga ile üst katmanlar arasında oluşabilecek etkileşmeleri önemli ölçüde azaltmaktadır.

3. GEREÇ ve YÖNTEM

3.1 Si Üzerine YBCO İnce Film Üretimi

YBCO ince filmlerin Si wafer üzerine büyütülmesi, standart substrate malzemelerinde (MgO, STO veya LAO) olduğu gibi doğrudan büyütme işlemiyle yapılamamaktadır. Si ve YBCO malzemelerinin kristal örgü parametreleri ve termal genleşme katsayıları arasında büyük fark vardır. Bu parametrelerin birbirine yakın olması epitaksiyel büyüme için kritik öneme sahiptir. Bunun yanında, YBCO yapısında bulunan Ba, Cu ve O atomları, film üretim sıcaklıklarında (700 - 800 °C) Si içerisine nüfuz ederek kristal parametrelerini ve arayüz özelliklerini olumsuz yönde etkileyerek süperiletken YBCO kristal yapısının oluşumunu engeller. Dolayısıyla, bu problemlerin ortadan kaldırılması ya da minimuma indirilmesi için yeni bir üretim prosesi oluşturularak süperiletken YBCO ince filmlerin Si wafer üzerinde büyütülebilmesi çalışmaları yapıldı. Bu amaçla, Silikon ve YBCO malzemeleri arasındaki örgü parametreleri ve termal genleşme katsayılarındaki büyük farkı minimize etmek için silikon üzerine iki farklı tampon katman kullanılmasına karar verildi (YSZ ve CeO_2).

YSZ ince film, son derece kararlı yapısı nedeniye, Si üzerinde bir tampon görevi görerek, Si içerisine herhangi bir yabancı atom girişine engel olmak amacıyla kullanıldı ve böylece Si/SiO_2 amorf yapı oluşumunun önüne geçildi. YBCO ince film üretim sıcaklığında (700 - 800 ^oC) Si yüzeyinde amorf bir SiO_2 katman oluşumu sonraki bütün filmlerin kristal yapısını bozmaktadır. Dolayısıyla, kararlı yapıdaki YSZ katman bunu önemli oranda azaltmaktadır. Si üzerinde native-oxide denilen ve doğal şekilde oluşan ince (1 - 2 nm) bir amorf tabakanın temizlenmesi işlemi öncelikle HF asit çözeltisiyle yapıldı. Bu aşamada tamamen aşındırılmış olan bu oksit tabaka, kısa süre içerisinde tekrar oluşmaya başladığından, vakum ortamında, yani ince film kaplama sistemine yerleştirildikten sonra, YSZ katman kaplanmadan önce, $1x10^{-6}$ Torr vakuma alındıktan sonra, sputter sistemine monte edilmiş olan Ar iyon demeti sistemiyle ile tekrar aşındırıldı. Böylece, saf Si yüzeyi elde edilerek bu wafer üzerine YSZ katmanın kaplama işlemine geçildi. Bu işlemin ardından YSZ katman üzerine YBCO ile uyumu bir kristal yapı gösteren CeO_2 ve STO katmanların üretimine geçildi. Her iki katman üzerine de

süperiletken özellikte YBCO ince film yapılabildiğinden, öncelikle CeO_2 katman denenerek süperiletken YBCO ince film yapıldı ve karakterize edildi.

Si/YSZ/CeO_2/YBCO şeklinde üretilmesine karar verilen yapıdaki dikkat edilmesi gereken en önemli nokta ince filmlerin arayüz özellikleridir. İki oksit malzemenin üstüste büyütülmesi sırasında, aralarında oluşabilecek istenmeyen bir oksit ince film katmanı (birkaç nm kalınlığında bile olsa), yapının epitaksisini bozarak en üst katmanda elde edilmeye çalışılan YBCO ince filmin süperiltkenlik özelliklerini azaltabilir. Bu nedenle, çok katmanlı yapıların in-situ tekniği ile üretilmesi önemlidir. Dolayısıyla, bütün katmanların üretimleri vakum ortamını bozmadan, bir başka deyişle, sputter sisteminin dışarısına çıkarmadan ardışık şekilde yapılmalıdır.

Bu işlemin yapılabilmesi için öncelikle sputter sisteminin bu işe uygun olması gerekmektedir. Öncelikle, YBCO, YSZ, CeO_2 ve STO hedef malzemelerinin tamamının sisteme monte edilmiş olması gereklidir. Bunun için de multi-target UHV bir magnetron sputter sistemi kullanılmıştır. Bu sistemin girişlerinden birisine de iyon demeti başlığı eklenmiş, örnek tutucu kısmına da kontrol edilebilen bir ısıtıcı monte edilmiştir. Bu şekilde, yüksek vakumlara çıkıldıktan ve Si yüzeyi Ar^+ iyonlarıyla temizlendikten sonra Si wafer ısıtılmış ve filmler ardışık olarak kaplanmıştır. Her bir filmin üretim sıcaklığı birbirinden farklı olduğundan, üretim arasında bu sıcaklıklar ayarlanmış ve işlem tamamlanmıştır. Tablo.1'de her bir katman için gerekli film üretim parametreleri verilmiştir. Tabloda verilen optimize parametrelere ulaşmak için yapılan işlemler aşağıda detaylarıyla açıklanmıştır.

İnce film büyütme işlemlerinden önce Si wafer yüzeyleri birkaç farklı adımda kimyasal işlemlerle temizlendi. Özellikle yüzeyde amorf yapıda bulunan amorf SiO_x katmanı hazırlanan 5:1 (de-yionize saf su : HF) oranında asit çözeltisinde temizlendi. Bu işlemin ardından yüzeyde bulunabilecek çeşitli organik kalıntıların da tamamen temizlenebilmesi için Si wafer Prianha solüsyonunda 3:1 (H_2SO_4:H_2O_2) temizlenmiş, ardından tekrar asit çözeltisine daldırılmıştır. Bu işlemlerden sonra de-iyonize su ile temizlenip, azot gazı ile kurutulan Si altlıklar sputter sistemine yerleştirilmiştir.

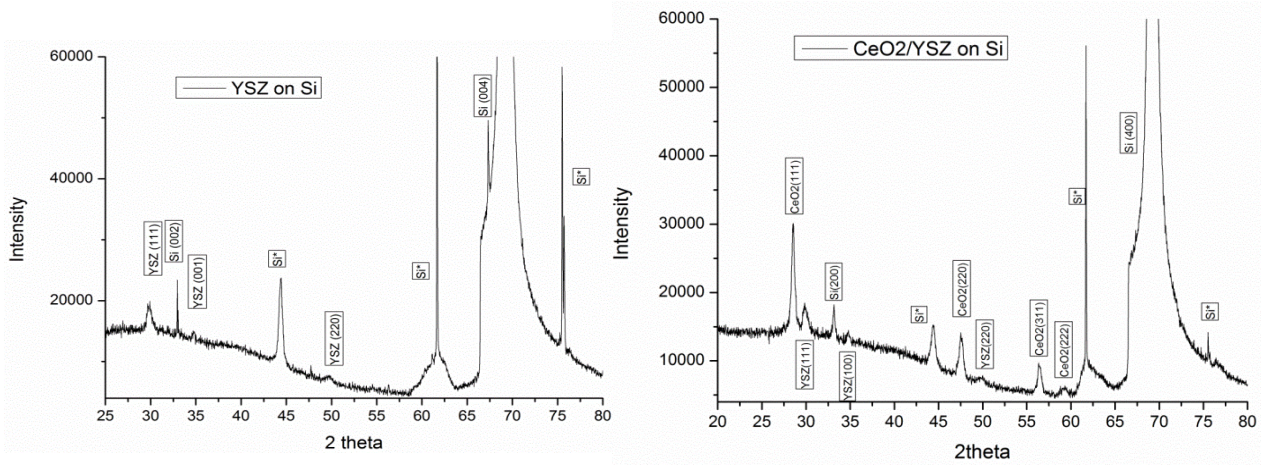
(100) yönelimli p-tipi 1-10 ohm/cm özelliklerindeki temizlenmiş Si altlık, sputter sistemindeki ısıtıcı üzerine gümüş pasta ile yapıştırıldı ve 150 °C ye kadar ısıtılarak yapışması sağlandı. Ardından sputter sistemi $1x10^{-7}$ Torr olacak şekilde vakumlandı. Bu işlemler sırasında, Si altlık yüzeyinde yeniden bir oksijen yapısının oluşmuş olma ihtimaline karşı, vakum ortamında Si yüzeyine Ar^+ iyon aşındırma işlemi yapıldı. Bu işlemlerin ardından, örnek

800 °C sıcaklığa çıkartılarak bu sıcaklıkta önce 50 nm kalınlıkta YSZ ve 100 nm kalınlıkta CeO_2 ince filmleri kaplandı. Laboratuvarımızdaki sistemde, katmanlar arasındaki termal genleşme katsayılarındaki farklılıklardan kaynaklı olarak oluşabilecek çatlakları önlemek amacıyla YBCO ince film üretim sıcaklığı standart olarak 725 ^oC olarak optimize edildiğinden, YSZ ve CeO_2 filmlerin kaplanmasının ardından, vakum altında sıcaklık 725 °C ye düşürüldükten sonra bu sıcaklıkta YBCO film kaplanmıştır.

Tablo 3.1. İnce film üretim parametreleri

	YBCO	**YSZ**	**CeO_2**
Sıcaklık	725 °C	800 °C	800 °C
Vakum	$1x10^{-7}$ Torr	$1x10^{-7}$ Torr	$1x10^{-7}$ Torr
Gaz basınçları (Ar / Ar + O_2)	250 mTorr / 300 mTorr	20 mTorr / 22 mTorr	20 mTorr / 22 mTorr
Güç	70 Watt DC	40 Watt RF	40 Watt RF
Zaman	60 dakika	10 dakika	10 dakika
Oksijen ortamında tavlama	725 °C 'de 5 dak. 600 mbar O_2 ve oda sıcaklığına kadar oksijen ortamında soğutuldu.	Tavlama yok.	Tavlama yok.

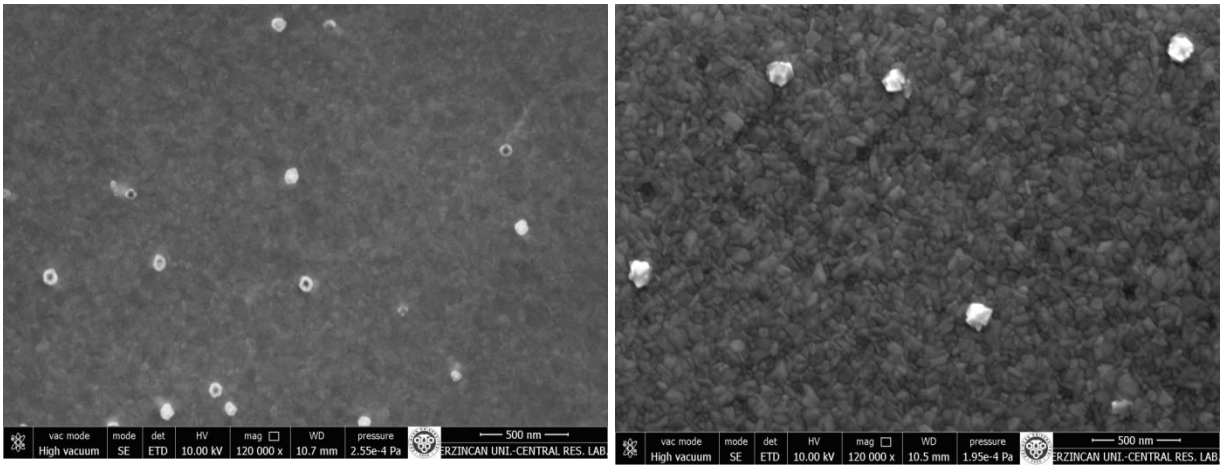
Tablo-1'de verilen parametreler kullanılarak iki farklı ince film yapısı (YSZ/Si, CeO_2/YSZ/Si) üretildi ve her bir yapının yapısal (XRD, SEM ve EDX) analizleri yapıldı. (Şekil 3.1, 3.2 ve 3.3).



Şekil 3.1. Silikon wafer üzerine büyütülen YSZ ve CeO2/YSZ ince filmlerin XRD analizleri.

Şekillerde görülen YSZ (111) ve (200) pikleri ile CeO_2 pikleri YBCO için uygun kristal alt katman özelliğinde olup literatür ile uyumlu değerlerdir.

SEM sisteminde daha yüksek çözünürlüğe inilemediğinden dolayı kalitatif olarak tanecik boyutları ölçülemedi. Dolayısıyla resimler üzerinde verilen skalaya bakılırsa, yaklaşık değerler olarak verebileceğimiz tanecik boyutlarının YSZ için 10 nm'den daha küçük olduğu söylenebilir. CeO_2 için ise tanecikler yaklaşık 20-50 nm civarındadır. Bu şekilde elde edilen filmler üzerine yapılan YBCO ince film oldukça etkileyici şekilde, 85 K üzerinde bir sıcaklıkta süperiletken geçiş gösterdi.



Şekil 3.2. Silikon wafer üzerine büyütülen YSZ ve CeO_2/YSZ ince filmlerin SEM görüntüleri.

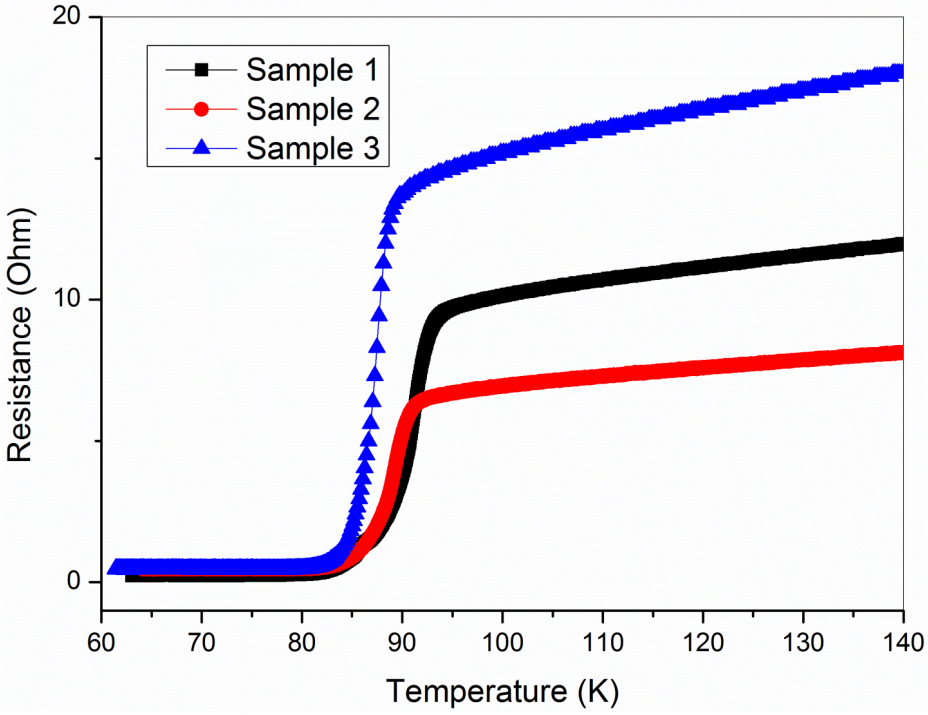
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	R	A	F
O K	4.59	7.89	90.56	12.09	0.01	1.1	0.95	0.2	1
SiK	93.28	91.46	14,641.98	1.38	0.91	1	1	0.98	1
Y L	0.00	0.00	-10.05	5.99	0.00	0.77	1.18	0.51	1.01
ZrL	2.14	0.65	62.64	13.89	0.01	0.77	1.19	0.53	1.01

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	R	A	F
O K	11.87	20.49	255.45	10.24	0.03	1.11	0.94	0.22	1
SiK	78.51	77.21	10,805.76	2.55	0.69	1.01	0.99	0.86	1
Y L	0.87	0.27	25.35	19.34	0.00	0.78	1.17	0.53	1.01
ZrL	2.81	0.85	85.85	12.76	0.01	0.78	1.18	0.56	1.01
CeL	5.94	1.17	133.68	14.15	0.05	0.7	1.23	1.04	1.05

Şekil 3.3. Silikon altlık üzerine büyütülen YSZ ve CeO_2/YSZ ince filmin EDX analizleri.

SEM ölçümlerinden sonra aynı sistemde elementel yapı için EDX analizleri de yapılarak örneklerin yapısında Si, YSZ, CeO_2 dışında herhangi bir yabancı atom kirliliği de test edilmiştir. Yapılan analize göre herhangi bir yabancı atom katkısına rastlanmamıştır. Bu da, kullanmakta olduğumuz target malzemelerinin saflığı ve üretim sürecinin başarısı konusunda önemli bilgiler vermektedir.

Bu analizlerin sonuçlarına göre üretilen YBCO ince filmlere ait R-T ölçümlerine ilişkin sonuçlar Şekil 3.4'de verilmiştir. Literatüre göre, 50 K üzerinde elde edilen Tc değerleri, Si üzerinde YBCO ince film için kabul edilebilir ve beklenen değerlerdir. Nitekim daha önce de bahsedildiği üzere, birçok makalede de 50 K civarı Tc değerleri rapor edilmiştir. Bizler de yaptığımız ilk çalışmalarda 77 K sıvı azot sıcaklığının altında Tc değerleri elde etmiştik. Ancak yaptığımız üretim parametrelerinin optimizasyonları neticesinde 85 K sıcaklıklarının üzerine çıkmayı başarmış durumdayız.



Şekil 3.4. Optimize edilen parametreler ile üretilen üç farklı YBCO ince film için Direnç-Sıcaklık ölçümü.

Şekil 3.4'den de anlaşılacağı üzere, geçişin başladığı sıcaklık değerleri hemen hemen 90 K civarında olup, Tc değerleri de 85 K civarındadır. Elde edilen bu grafikler, yıllardır yapmakta olduğumuz standart altlıklar (MgO, STO, LAO) üzerindeki YBCO ince filmlerin R-T grafiklerine oldukça benzemektedir. Normal hal direnç değişimi metalik olup, Tc den daha

aşağıdaki süperiletken halde de herhangi bir atık direnç kalmadan direnç değerleri tamamen sıfır olmuştur. Bu açıdan kaliteli filmler olarak değerlendirebiliriz. Ancak daha önce de belirttiğimiz gibi, asıl önemli olan, bu kalitenin I-V ve Josephson eklem karakteristiklerinde de elde edilebilmesidir.

3.2 Si Üzerine YBCO Mikroköprü ve Josephson Eklemi Üretimi

Josephson eklemi zayıf bağlı step-edge teknolojili bir eklem olacak şekilde planlanmış olup, bunun için iki yöntem uygulanmıştır:

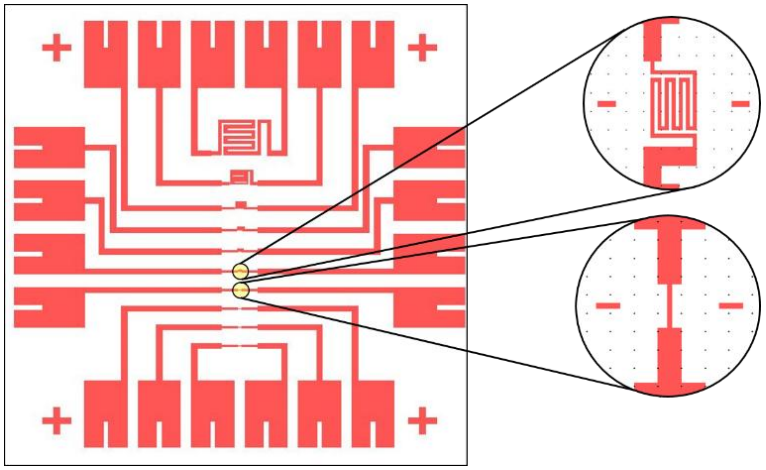
I) Si üzerine basamaklı bir yapı litografi ve iyon aşındırmasıyla yapılmış ve bu yapı üzerine YSZ/CeO_2/YBCO katmanlar kaplanmıştır. Bu işlemler vakum ortamı bozulmaksızın ardışık film kaplamaları şeklinde yapılmış ve bu şekilde arayüz problemleri minimuma indirilmiştir. Kaplamalar ardından Josephson eklemleri 2-10 mikron genişliklerde bu basamaklar üzerine desenlenmiş ve akım-gerilim ölçümleri yapılmıştır. Bu işlemde bir ihtimal olarak, katman sayısına bağlı olarak en üstteki YBCO filmde basamak kenarlarındaki keskinlik azalabilmektedir. Bunu gidermenin bir yolu olarak tampon katmanların kalınlıkları değiştirilmiştir. Dolayısıyla 200-250 nm kalınlıkta filmlerle başlayarak, film kalınlıklarını 50-100 nm aralığına indirmek için bir dizi çalışma yapılmıştır.

II) Si üzerine herhangi bir basamak desenlenmeden önce tampon katmanlar vakum ortamından çıkarılmaksızın ardışık olarak kaplanmış ve CeO_2 katman üzerinde belirli bölgelere iyon aşındırmasıyla basamaklı yapılar desenlenmiştir. Bu aşamada kenar keskinlikleri ve açıları iyon aşındırma tekniğiyle kontrol edilerek istenilen açı ve keskinlikte hatlar elde edilmiştir. Bu işlemin ardından YBCO ince film kaplaması yapılmış ve Josephson eklemleri desenlenmiştir. Bu adım için ortalama 200 nm film kalınlıkları kullanılmıştır.

İki yöntem birbirinin alternatifi olarak denenmiş olup ikinci yöntemle üretimin oldukça zor ve eklemlerin performansları üzerine olumsuz etkileri olduğu gözlenmiştir. Bu nedenle birinci yöntem standart olarak seçilmiştir. Bu kapsamda, yukarıda detayları verilen üretim parametreleri kullanılarak Si wafer üzerine 85 K sıcaklıkta süperiletken olabilen YBCO ince filmler üretilmiş ve testleri yapılmıştır. Si wafer üzerine başarılı şekilde süperiletken YBCO ince film üretimi işlerini takiben, bu filmlerin aygıt olarak kullanılıp kullanılamayacağının test edilmesi gerekmektedir. Standart alttaşlar üzerine yapılan tek katmanlı YBCO ince filmlerin aygıt kalitesinde olduğu bilinmekle beraber ve bu filmlerle bolometre, Josephson eklemi ve SQUID yapımı görece daha kolay ve tekrarlanabilir olmakla beraber, Si üzerinde çok katmanlı

olarak üretilebilen bu yeni filmlerin aygıt kalitesinde olup olmadığının anlaşılması için bir dizi litografi ve aşındırma işlemlerine tabi tutulması gerekmektedir. Bu amaçla bizler bu aşamada elde etmiş olduğumuz Si/YSZ/CeO_2/YBCO yapısındaki filmler üzerinde çeşitli geometrik şekillerin desenleme, aşındırma ve bu filmler üzerinde mikroköprü oluşturma çalışmalarını tamamladık. Bu işlemlerin, standart (STO) altlıklar üzerindeki YBCO filme uygulanan parametrelerden farklı olarak, Si üzerindeki filme olan etkilerinin minimize edilmesi başarılmıştır. Yapılan işlemin öncelikli adımı olan fotolitografik desenleme için uygulanan adımlar aşağıda verilmiştir.

3.2.1.YBCO üzerinde Litografi İşlemi ve Mikroköprü üretimi



Şekil 3.5. YBCO mikroköprü üretiminde kullanılacak olan maske tasarımları. 2 ile 50 um aralığında çeşitli genişliklere sahip *meander* ve düz hatlar yakından gösterilmiştir.

YBCO ince filmler üzerine Şekil 3.5'de verilen desenlerin aktarılması için kullanılan fotolitografi işlemleri için kullanılan adımlar AZ1512, AZ1505 AZ3007 ECI ve AZ6615 fotorezistler için aşağıdaki maddeler ile belirtilmiştir:

1) UV ışığa duyarlı fotorezist malzemenin spinner ile kaplanması (AZ15XX serisi için 6000 rpm, AZ3007 için 2500 rpm ve AZ6615 için 4000 rpm hızlarında kaplama yapılmış ve yaklaşık 1 mikron kalınlığında fotorezist film elde edilmiştir)

2) Fotorezist katmanın belli bir asamaya kadar sertleşmesi amacıyla 1 dakika süreyle 100 ^{0}C'de hotplate üzerinde bekletilmesi (Softbake, AZ6615 için 115 ^{0}C)

3) Desenlerin oluşması istenilen bölgelere maske yardımıyla UV ışık uygulanması (i-line 365 nm UV ışıma, 5 s),

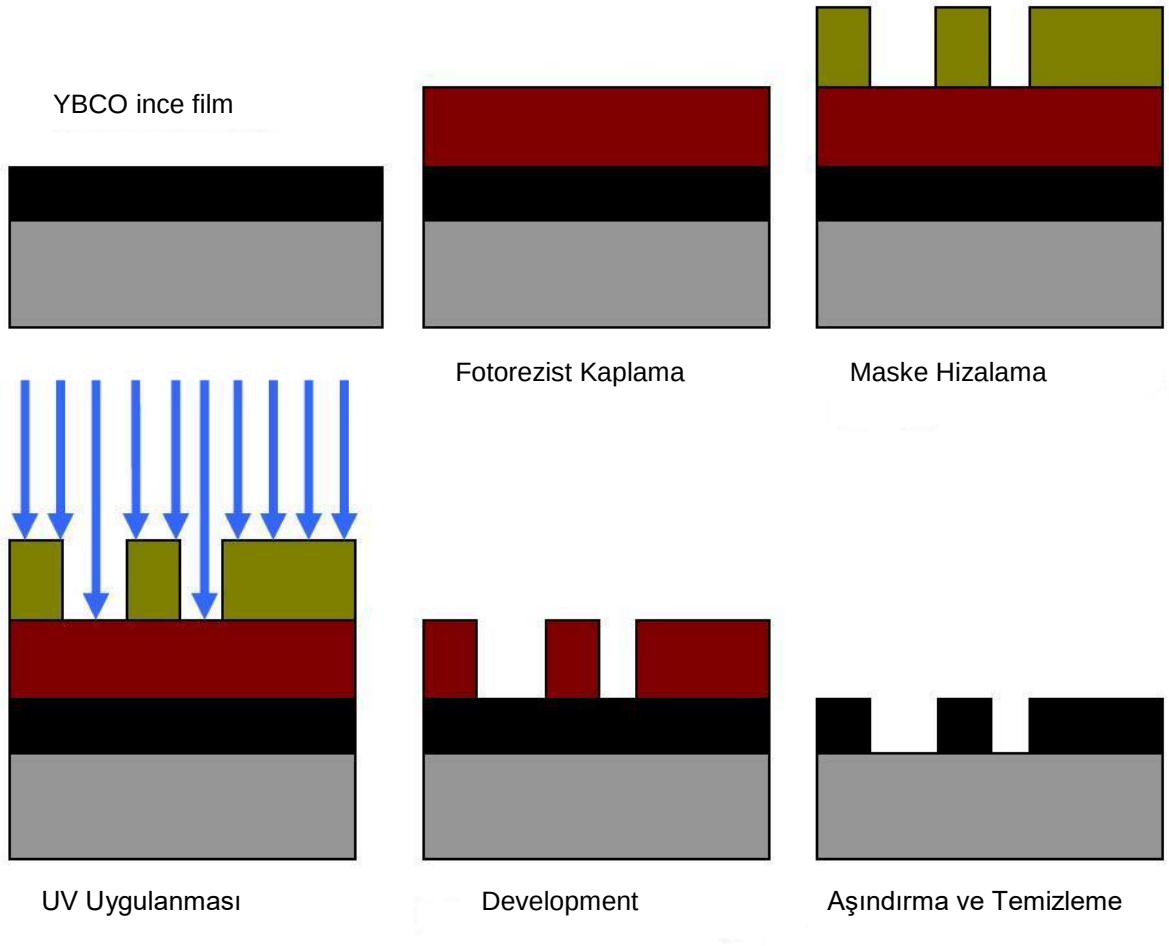
4) Fotorezist malzemenin UV ışık tarafından özelliği değişen bölgelerinin çıkarılması (develop etme-726 MIF developer, 45 s),

5) Fotorezist malzemede kalıcı sertleşmenin sağlanması amacıyla 115 ^{0}C'ye ısıtılması, 50 s. (Hardbake, AZ6615 için 125 ^{0}C)

6) Mikroskop altında desen incelemesi,

7) Asidik bir solüsyon yardımıyla fotorezist malzemenin desenleri boyunca açık bölgelerdeki YBCO filmin kaldırılması (%1 oranında seyreltik fosforik asit, 30 s) (ıslak aşındırma-wet etch)

8) Desenleme işlemi bittikten sonra maske görevi gören fotorezist malzemenin kaldırılması ve mikroskop altında incelenmesi (fotoresist stripper kullanılması).



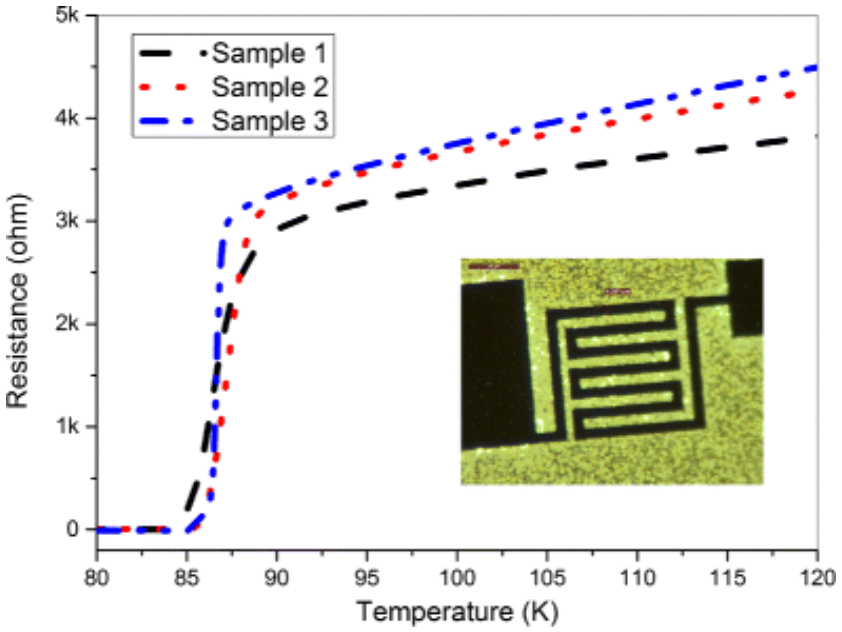
Şekil 3.6. Fotolitografi ve aşındırma işlemlerinin aşamaları.

Bu aşamada hem kimyasal yöntemlerle (ıslak aşındırma -Wet Etch) hem de iyon demeti yöntemi (IBE-Dry Etch) teknikleri denenmiş ve Si üzerine büyütülen YBCO filmler 2-50 um genişliklerinde meander (kıvrımlı) ve düz hatlar elde etmek üzere desenlenmiş ve bu

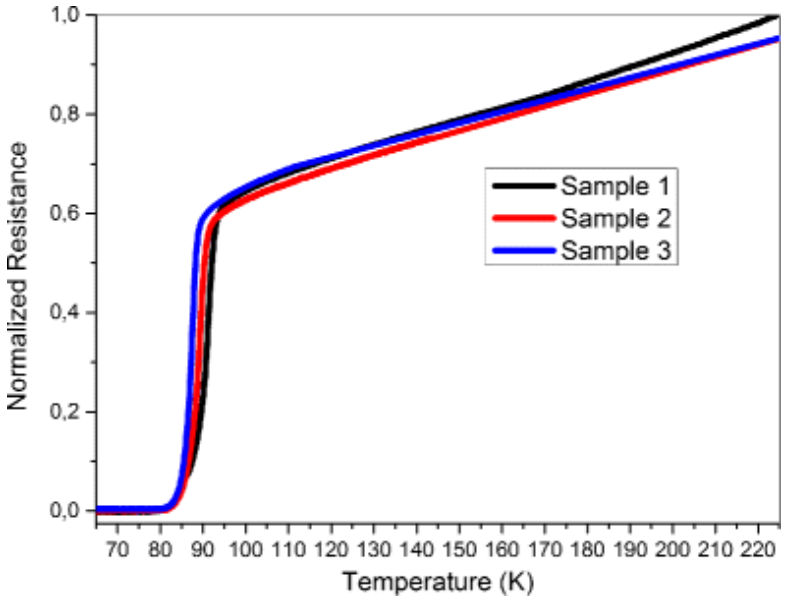
mikroköprülerin elektriksel özellikleri incelenmiştir. Bu işlem ile elde edilen mikroköprülerin üretim parametreleri Josephson eklemlerinde de kullanılacak şekilde desenlerin ön-optimizasyon (hazırlık) işlemleri olarak planlanmıştır. Bu desenlerin üretilmesi için kimyasal ve IBE olmak üzere iki farklı aşındırma tekniği ayrı ayrı denenerek, avanatajlı ve dezavantajlı noktalar belirlenmiş ve bizim için en uygun üretim şekli belirlenmiştir. Üretimi tamamlanan YBCO mikroköprülerin R-T ölçümleri yapılmış ve desenleme işleminin yapının süperiletkenliğine etkisine bakılmıştır. Silikon wafer üzerine büyütülen süperiletken YBCO ince filmlerin özellikleri bozulmadan desenlenmesi, proje için Josephson eklemleri ve DC SQUID sensörlerin üretilebilmesi yolunda önemli aşamalarından biridir. Bu kapsamda, tasarım olarak 2-10 um genişliğinde düz hatlar ve 2-50 um genişliğinde meander (kıvrımlı) hatlar L-Edit maske tasarım programı kullanılarak tasarlandı ve fotolitografi işlemi için uygun maskeler TÜBİTAK-UEKAE'de ürettirildi. Bu tasarımda gösterilen desenler, Josephson eklemlerinde de kullanılacak tasarımlar olacak şekilde tasarlanmıştır. Fotolitografi aşamasını takiben, aşındırma işlemi iki farklı yöntemle denenmiştir. İlki kimyasal ikincisi ise iyon demetli aşındırma tekniklerdir. Kimyasal aşındırma çok daha hızlı ve basit bir şekilde gerçekleştirilirken, ion aşındırma tekniğinde istenilen desen çok daha karmaşık işlemler sonucu yapılabilmekte, ancak kimyasal aşındırmaya oranla çok daha keskin hatlara sahip şekiller elde edilebilmektedir. Buradaki en önemli etken, süperiletken filmin yüksek enerjili Ar+ iyonlarına maruz bırakılması nedeniyle süperiletken özelliklerinde bozulmaya sebep olması ihtimalidir. Bu nedenle de iyon aşındırma işleminin hassas biçimde optimize edilmesi gerekmektedir. Bu nedenle de öncelikli olarak bu işlem optimize edilmiştir. YBCO için en kolay yöntem olarak kimyasal aşındırma işleminin kullanılması ve keskin YBCO hatların istenilen geometride elde edilmesine yönelik çalışmalara ek olarak Si wafer ve YBCO filmler üzerinde 45-derece açıyla basamaklı yapılar elde edilmesi için IBE aşındırma işlemleri çalışılmış ve optimize edilmiştir. IBE işleminde film yapısı aşırı ısındığından, özellikle Josephson eklemlerinin yapısını ve elektronik özelliklerini bozacağından, YBCO ince film katmanı üzerinde IBE aşındırması yapılmamış bu aşamada kimyasal aşındırma kullanılmıştır. IBE adımı bir sonraki bölümde verilecek olan Si wafer üzerinde basamaklı yapıların oluşturulmasında kullanılmıştır.

YBCO ince filmin kimyasal yöntemle aşındırılması için denenen asit-su oranları ve sürelerin optimizasyonu neticesinde, %1 lik H_3PO_4 çözeltisi de-iyonize ultra saf su ile hazırlandı ve filmler standart fotolitografi işleminin ardından 30 sn süreyle aşındırıldı. Bu işlem sonucunda elde edilen yapının optik mikroskop görüntüsü Şekil 3.7'deki grafik içerisinde verilmiştir. Elde edilen YBCO mikroköprüler R-T ölçümüyle karakterize edildi ve işlemden geçmeyen YBCO ince filmlerin elektriksel özellikleriyle kıyaslanarak litografi ve aşındırma işlemlerinin film

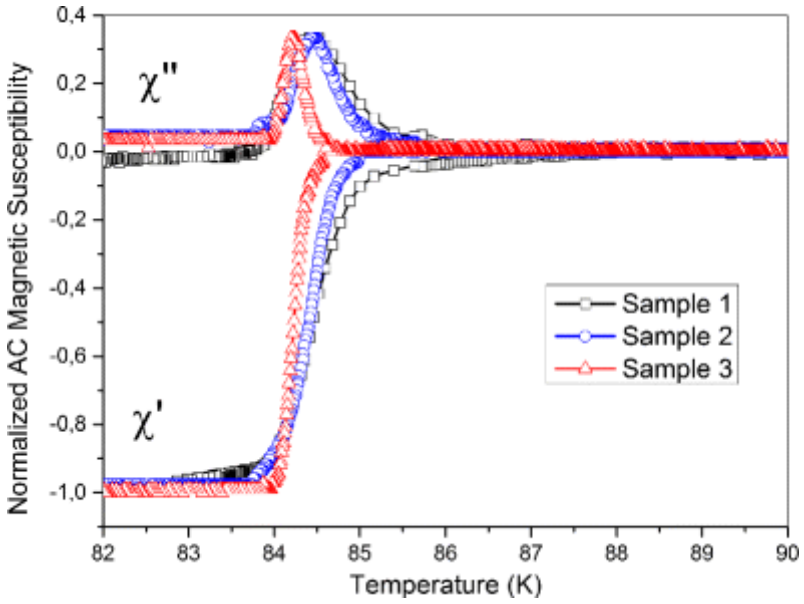
üzerindeki etkilerine bakıldı. Yukarıda verilmiş olan desenleme ve aşındırma parametreleri bu çalışmaların optimize edilmiş şeklidir.



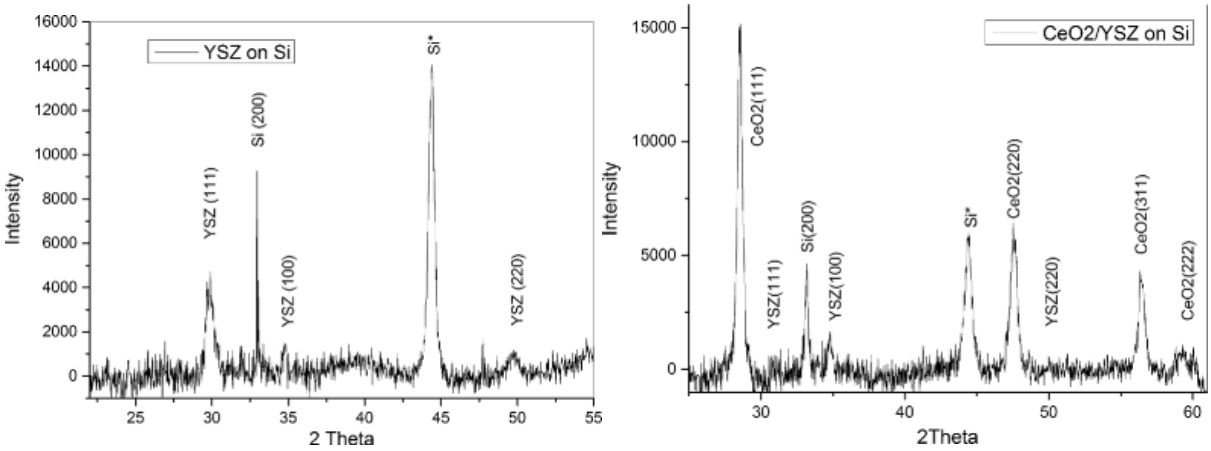
Şekil 3.7. Silikon wafer üzerinde üretilmiş 4 um genişliğindeki YBCO mikro köprünün sıcaklığa bağlı olarak direncinin değişim grafiği. Aynı işlem (üretim ve ölçüm) 3 ayrı örnek için de yapılmış ve sonuçlar verilmiştir. Grafiğin içerisinde bu aygıtın mikroskop görüntüsü verilmiştir.



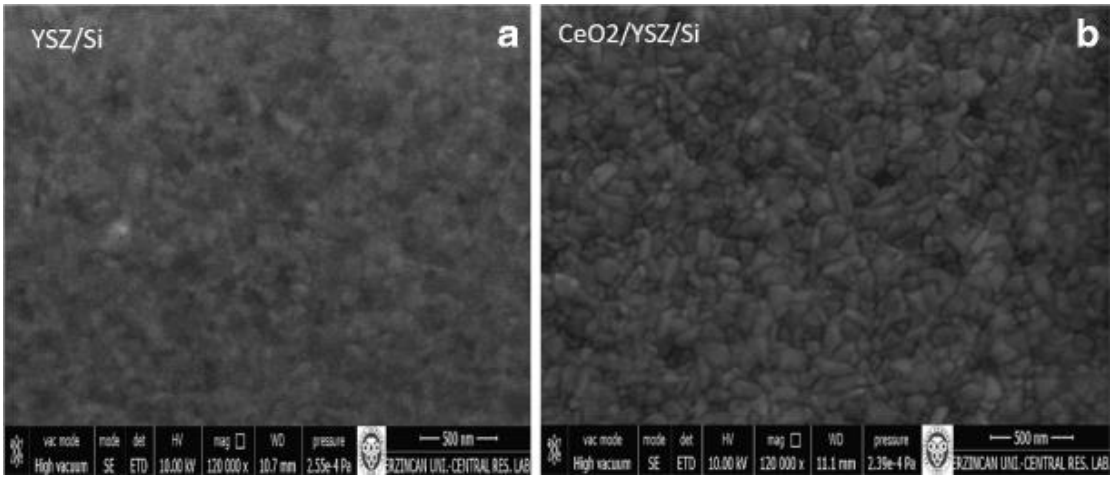
Şekil 3.8. Si üzerine büyütülen YBCO ince filmlerin DC Direnç-Sıcaklık değişimi.



Şekil 3.9. Si üzerine büyütülen YBCO ince filmlerin Manyetik Süseptibilite-Sıcaklık değişimi.



Şekil 3.10. Si üzerine büyütülen YBCO ince filmlerin XRD analizi.

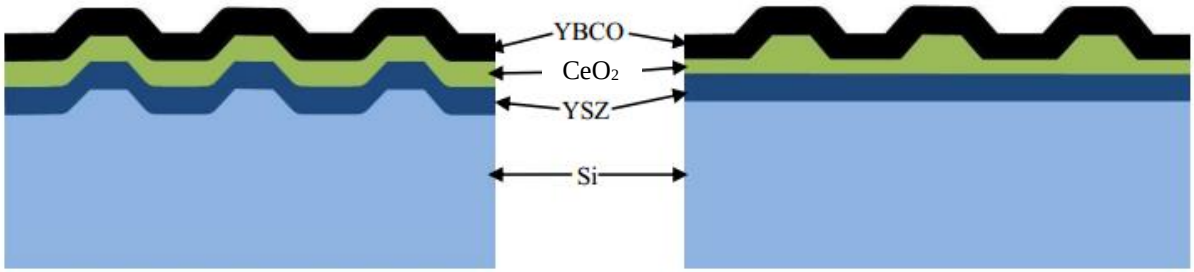


Şekil 3.11. Si üzerine büyütülen YBCO ince filmlerin SEM görüntüleri.

Bu ölçüm sonuçları göstermektedir ki, Silikon wafer üzerine büyütülen YBCO ince filmler fotolitografi ve kimyasal aşındırma işlemlerinden hiçbir şekilde etkilenmemekte ve bütün örnekler için yaklaşık olarak aynı olan 85 K kritik sıcaklık değeri, mikroköprü üretimi sonunda da korunmaktadır. Bu durum araştırmalarımızın önemli bir sonucunu oluşturmaktadır.

3.2.2. Silikon Wafer Üzerinde Basamak Yapılarının Oluşturulması

Süperiletken YBCO step-edge Josephson eklemlerinin üretilmesi için belli açılarda basamak yapılarının elde edilmesi gerekmektedir. Bu işlem için iki farklı yaklaşım düşünülmüştür. İlk olarak basamakların Si-wafer üzerinde oluşturulup filmlerin basamak üzerine sırasıyla büyütülmesi, bir diğeri ise basamak yapısının 2. tampon katman (CeO_2) üzerinde oluşturulup süperiletken filmin hemen bu katmanın üzerine büyütülmesidir.

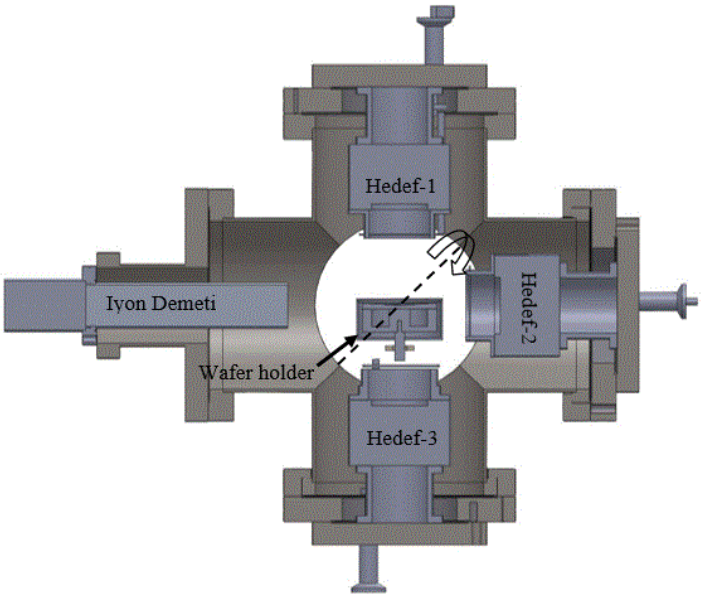


a) b)

Şekil 3.12. Step-edge Josephson eklemi üretimi için kullanılan yöntemler. a) basamaklı yapı Si wafer üzerine işlenmiş ve diğer katmanlar bunun üzerine yapılmıştır. b) basamaklı yapı sadece CeO_2 katman üzerine işlenmiş ve YBCO bu katman üzerine büyütülmüştür.

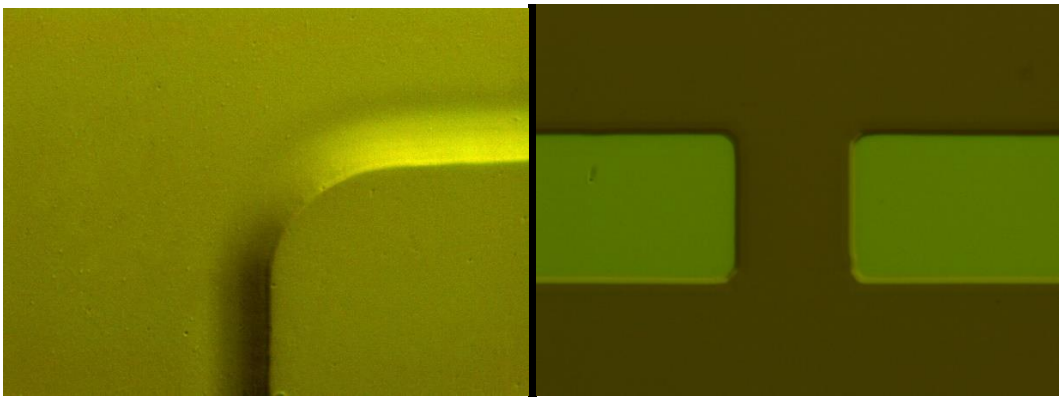
Burada gösterilen basamakların oluşturulması için, proje kapsamında satın alınıp çok-portlu sputter sistemine monte edilen, ion-beam etching sistemi kullanılmıştır. Üretim için son haline getirilen sistem aşağıdaki Şekil 3.13'deki şemada görülmektedir.

Bu sistem, çok katlı ince film yapılarının üretilebilmesi için geliştirilmiş olup içerisine monte edilen ion beam sistemi sayesinde, silikon wafer üzerinde bulunan oksit tabakanın vakum kesilmeden tıraşlanabilmesi sağlanmaktadır ki, bu işlem projenin gerçekleşebilmesi için kilit bir rol oynamaktadır. Sistem içerisinde bulunan 360 derece dönebilen örnek tutucu ünitesi sayesinde, wafer yüzeyinin istenilen açıda ve istenilen hedefin karşısında hizalanıp kaplama yapılabilmesi sağlanmaktadır. Ayrıca wafer üzerinde basamakların farklı açıda oluşturulabilmesi eklem karakteristiğini optimize etmek için büyük önem taşımaktadır.



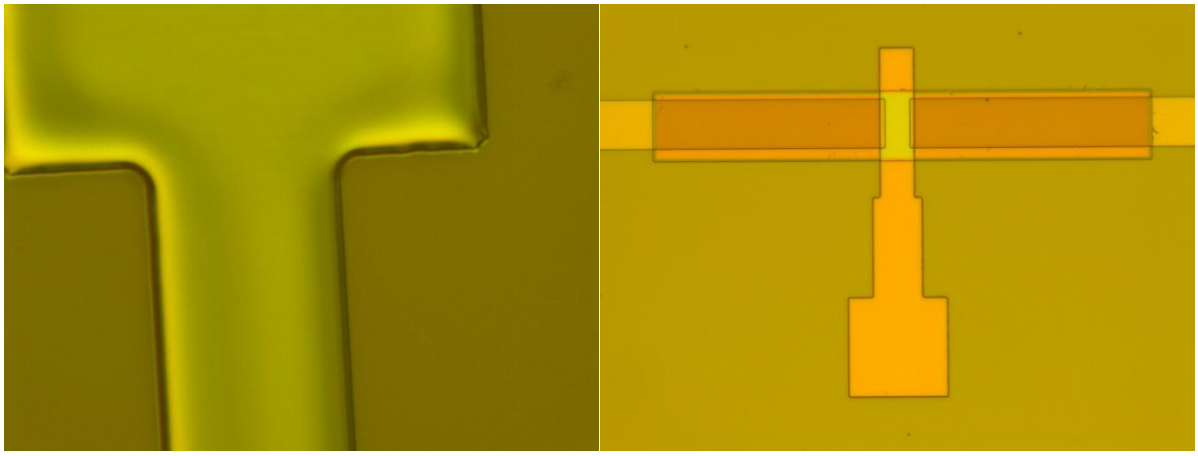
Şekil 3.13. Çok portlu magnetron sputter sisteminin şematik gösterimi. Ortada bulunan kesikli çizgiler örnek tutucu ve ısıtıcının 360 derece dönerek istenilen hedef veya ion beam karşısına hizalanabileceğini göstermektedir.

Farklı açılara sahip basamaklar üzerinde üretilecek süperiletken YBCO Josephson eklemlerinin kritik akım (I_c) ve normal hal dirençleri (R_n) farklı olacaktır. Bu sebeple, bir motor yardımıyla dakikada 20 tur dönebilen örnek tutucu iyon demeti kaynağıyla öncelikli olarak 45 derecelik açı yapacak şekilde hizalanarak aşındırma işlemi gerçekleştirildi. Bu işlem öncelikli olarak Si wafer üzerinde yapıldı. Sistemin çalıştırılması esnasında örneğin çok ısınması nedeniyle öncelikli olarak film katmanları kaplanmadan önce Si wafer üzerinde desenleme işlemi ve açılı geometri oluşturulması çalışmaları yapılmıştır. Farklı geometrilerde ve 5 mikron genişliğindeki hatların desenlenebilmesi için sistem üzerinde çok sayıda parametrenin optimize edilmesi gerekmektedir. Bu aşamada yapılan çalışmaları ilişkin mikroskop görüntüleri Şekil 3.14'de verilmiştir.



Şekil 3.14. Silikon wafer üzerinde iyon demetli aşındırma tekniği kullanılarak elde edilmiş olan yapının mikroskop görüntüleri.

Bu işlem için öncelikli olarak Ar+ iyon demetinin enerjisi, örnek mesafesi, aşındırma hızı ve ısıtma etkisi gibi parametreler denenerek, Si için 20 nm/dakika'lık aşındırma hızına ulaşacak parametreler bulunmuştur. Bu parametreler ile 12 dakikalık aşındırma işlemi sonunda 240 nm derinlikte ve 45 derecelik kenar açısına sahip desenler Si wafer üzerinde başarılı şekilde elde edilmiştir. Bu işlem esnasında, sistemde soğutmalı örnek tutucu bulunmadığından, örnekteki ısınmayı minimize etmek amacıyla, her 2 dakikalık aşındırma işleminden sonra iyon enerjisi kapatılmıştır. 2 dakikalık iyon bombardımanı sonunda örnekte 5-6 derecelik sıcaklık artışı olumuştur. Bu şekilde 240-250 nm derinlikte aşındırma işlemi için kayda değer bir ısınma oluşması önlenmiştir. Si üzerindeki açılı aşındırma işlemi öncesinde fotolitografik yöntemlerle geometriler oluşturulmuş ve bu geometriler açılı şekilde wafer üzerine aktarılmıştır. Şekil 3.14'de verilen geometrik şeklin bu aşındırmayla yapılmış hali ve yakınlaştırılmış görüntüsü verilmiştir. IBE aşındırması esnasında yapılan çalışmaların optimizasyonu aşamasındaki ilk deneme ve ardından yapılan çalışmalar ilişkin mikroskop görüntüleri Şekil 3.15'de verilmiştir.

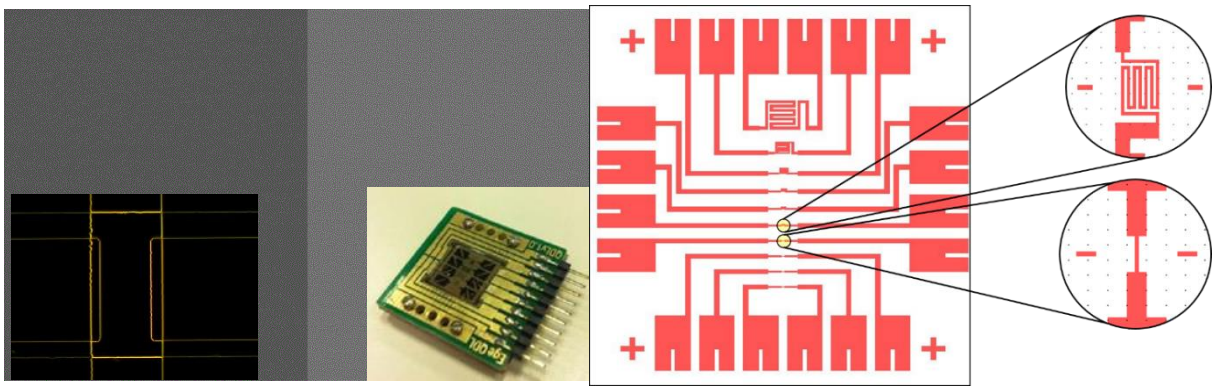


Şekil 3.15. IBE aşındırması sonrasında fotorezist görüntüleri. Kenarlardaki açılı aşınmalar açık şekilde görülmektedir.

3.2.3. Basamaklı Si üzerine JJ Yapılarının Oluşturulması

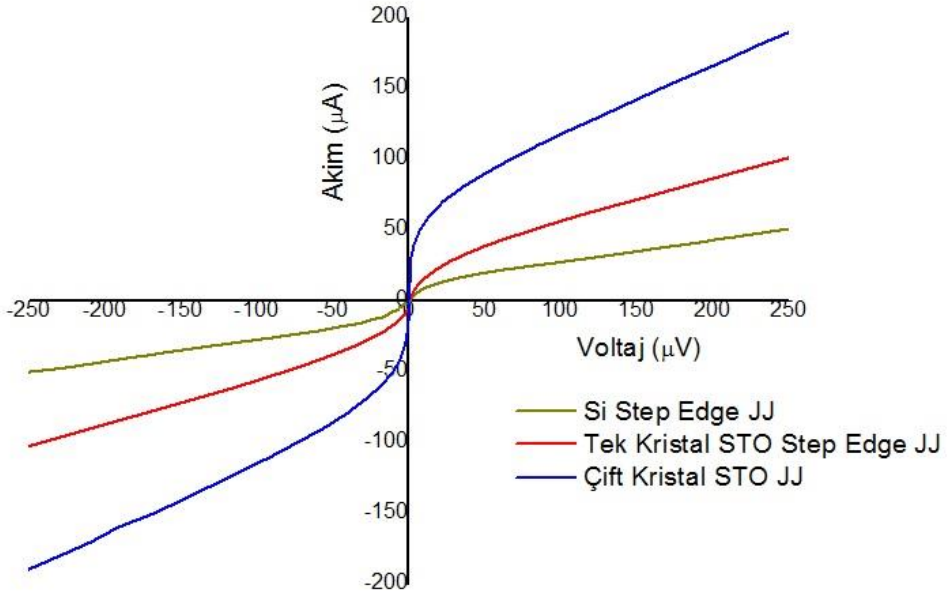
Si üzerinde elde edilen mikroköprü hatların ilk testleri yapılmış olup, IBE aşındırma işleminin optimizasyonu çalışmaları, projenin hedefine ulaşmasında oldukça önemli bir yer teşkil ettiğinden, tekrar tekrar test edilmiştir. Dolayısıyla, öncelikli olarak Josepson eklemi yapılabilecek nitelikte basamaklı yapıların elde edilmesine yönelik çalışmalar tamamlanmıştır. YBCO ince filmlerin Si wafer üzerinde büyütülebilmesi ve çalışan, süperiletkenlik özellikleri zayıflamamış mikroköpriler elde edilmesi için ıslak ve kuru aşındırma tekniklerinin denenmesi

ve optimize edilmesine yönelik çalışmalar tamamlandıktan sonra, Si wafer üzerinde keskin ve açılı şekillerin elde edilmesi için IBE tekniğinin kullanılması ve bu yapıların oluşturulabilmesi için gereken iyon demeti aşındırma çalışmaları tamamlanmış ve basamaklı Si üzerine JJ yapım çalışmalarına geçilmiştir. Basamaklı Si wafer üzerine YSZ ve CeO_2 katmanlar ve ardından YBCO ince film üretim işlemleri daha önce verilen parametreler ve işlem adımlarının aynısı kullanılarak yapılmış ve JJ yapıları mikroköprü hatlarının desenlenmesi işleminde kullanılan maske ve işlemlerin aynen uygulanmasıyla tamamlanmıştır. JJ ile mikroköprü aygıtları arasındaki tek fark, basamaklı wafer kullanılması olup, bu da JJ yapısı için gerekli olan grain boundary dediğimiz zayıf bağlı bir Josephson etkisi yaratmasından dolayıdır.



Şekil 3.16. Basamaklı yapıda elde edilmiş olan Si wafer, Josephson eklemi (mikroköprü maskesi) ve ölçüm için tasarlanan elektronik kart.

Burada, mikroköprü yapısındaki hatlar basamaklı yapının ortasına gelecek şekilde yerleştirilmiş ve litografi işlemi bu şekilde tamamlanmıştır. Ardından uygulanan ıslak aşındırma işlemiyle elde edilen mikroköprüler üzerinde akım – gerilim ölçümleri yapılmıştır. Ölçümler direk olarak sıvı azot sıcaklığında (aygıt sıvı azota daldırılarak) yapılmıştır.



Şekil 3.17. Tek-hatlı Josephson eklemlerinin karşılaştırmalı akım-gerilim grafiği

Şekil 3.17. de verilen I-V ölçümleri karşılaştırmalı olarak standart çift kristal STO alttaşlar üzerine yapılan eklemler, standart tek kristal STO üzerine yapılan step-edge tipi eklemler ve Si üzerine yapılan step-edge tipi eklemi göstermektedir. Bu çalışmalar içerisinde Si üzerine yapılan ve elde edilen en gözlenebilir non-lineer I-V sonucu grafikte yeşil renkte verilen ölçümdür. Bu sonuç Si step-edge yapı üzerindeki tek hata sahip eklemden alınmış olup, yaklaşık 3 mikroamper kritik akım değeri göstermiştir. Bu değer standart JJ'ler ile kıyaslandığında (~50-60 uA) oldukça küçük bir değer olup, muhtemelen daha düşük sıcaklıklarda çok daha performanslı değerler elde edilecektir. Laboratuvarımızda kapalı sistem He kriyostatı veya sıvı helyum ölçüm sistemi olmadığından, bu ölçümler en düşük sıcaklık olarak sıvı azot ortamında yapılabilmiştir. Bu sonuç, yapılmış olan onlarca eklem üzerindeki ölçümler arasından 77 K sıcaklıkta alınabilen en iyi sonuç olup, 77 K sıcaklıkta SQUID operasyonu için uygun değerlerde değildir. Ancak bu sonuç bile bize Si üzerinde step-edge Josephson ekleminin YBCO ile yapılabileceğini göstermesi bakımından son derece önemlidir. Bu açıdan amacımıza ulaşmış durumdayız. Bundan sonraki işler bu yapının bütün üretim süreçlerini ve eklem yapısındaki kritik parametreleri ayrıntılı şekilde incelemek ve kritik akım değerlerini en az 10 mikroamper ve üzerine çıkarmaktır. Çünkü SQUID (ve öncelikli olarak JJ) aygıtların kritik akım değerlerinin, termal çalkantılar, parazitik indüktanslar ve ölçüm cihazlarının gürültü seviyeleri bakımından 10 mikroamperden daha az olması durumunda manyetik akıya bağlı olarak voltaj değişimi sinyallerinin alınamadığını bu güne kadarki SQUID çalışmalarımızdan biliyoruz.

Bu şekilde elde edilen basamaklı yapılar üzerine desenlenen ve iki adet Josephson eklemi içeren halka yapısındaki SQUID üzerinden lineer olmayan bir I-V ölçümü sonucu 77 K sıcaklığında alınamamış olmakla beraber düşük sinyalli olsa da bir Josephson eklemi yapımı başarılmıştır. Burada vurgulamamız gereken en önemli nokta, Si üzerine YBCO JJ aygıtının 77 K sıcaklığında (zayıf performanslı olsa bile) yapılabildiğinin gösterilmiş olmasıdır. Bu açıdan proje hedefine ulaşmış olup, hem Si üzerine YBCO üretim teknolojisinin geliştirilmesi ile 85 K'de süperiletken olabilen filmler elde edilmiş, hem de bu filmler kullanılarak, üstelik Si wafer üzerine yapay olarak gerçekleştirilmiş olan grain boundary yapı üzerine Josephson karakteristiği gösteren GBJJ yapım teknolojisi geliştirilmiştir. Tahminlerimiz, bu aygıtların 50 K ve daha altında daha performanslı çalışacağı yönündedir. Ancak biz bu projede 77 K ve üzeri ile ilgilendiğimiz için daha düşük sıcaklıklardaki çalışmaları bu projenin kapsamı dışında tutuyoruz. Si step-edge yapısı üzerine 3 ayrı katman olarak yapılabilen YBCO hatların, katmanların toplam kalınlıkları arttıkça basamaklı yapıdan uzaklaştığını ve bunun da GB özelliğini olumsuz yönde etkilediğini düşünmekteyiz. Bu nedenle, bu kapsamda yapılacak bundan sonraki çalışmalarda alternatif olarak daha derin step yapılarının denenmesi (~1 mikron civarında), daha ince tampon katmanların kaplanması veya alternatif yeni tür arayüz malzemelerinin kullanılabilmesinin yolunun araştırılması gerekmektedir. Basamak yapısı derinleştikçe ortaya çok daha başka sorunların çıkması muhtemel olup, bu durumda da örneğin basamaklı yapı üzerindeki kristal oluşumun sağlanması amacıyla farklı kristal yönelime sahip Si altlıkların kullanılması gerekebilecektir. Bütün mesele kristal yönelimin sürekliliğinin kesildiği grain-boundary sınırına kadar olan hat boyunca süperiletkenliğin korunabilmesidir. Bu amaçla da bundan sonraki çalışmalarda üretimde kullanılan altlık ve tampon katmanların yapısının detaylı araştırılması gerekmektedir.

4. SONUÇ

Bu projede yüksek sıcaklık süperiletkeni olan YBCO malzemeyle ince film üretimi ve bu ince filmlerle mikroköprü ve grain-boundary Josephson eklemlerinin (GBJJ) üretimi Si wafer üzerinde denenmiş ve testleri yapılmıştır. YBCO ince filmlerin 77 K sıvı azot sıcaklıklarının üzerinde süperiletken geçişe sahip olabilmesi için Si wafer üzerinde bir dizi ön hazırlık işlemleri yapılmış, yüzey özellikleri hazırlanmış ve daha sonra tampon katmanların yapımı tamamlanmıştır. Bu tampon katmanlar üzerine büyütülen YBCO ince film 85 K geçiş sıcaklığına sahip olup, sıvı azot ortamında çalışacak niteliktedir. Daha sonra bu filmler ile bir mikroköprü aygıtı desenlenmiş ve test edilmiştir. Bu haliyle özellikle fotonik detektörler olarak kullanılabilecek bir YBCO mikro aygıtın Si üzerine yapılabilirliği gösterilmiştir. Si üzerine yapılan basamaklı yapı ile step-edge Josephson eklemi çalışmaları sonucunda Si üzerinde çok katmanlı JJ yapımı başarılmış ve 77 K sıvı azot ortamında bir sinyal alınmıştır. Bu haliyle

Si üzerine sıvı azotta çalışabilecek bir YBCO süperiletken Josephson eklemi üretim teknolojisi geliştirilmiş durumdadır. Elde edilen bu eklemin kritik akım değerleri yaklaşık olarak 2-3 mikroamper seviyesinde olup, bu sıcaklıkta çalışabilecek bir manyetik alan sensörü olarak kullanılması için oldukça düşük bir kritik akımdır. Nitekim bu JJ ile denenen SQUID sensör üzerinden 77 K de lineer I-V karakteristiği elde edilmiştir. Daha düşük sıcaklıklarda bu sensörün lineer olmayan Josephson karakteristiğinde bir I-V ve daha iyi performansla çalışabilirliği muhtemel olup, amacımız 77 K ve üzerindeki sıcaklıklarda çalışacak bir sistem geliştirmek olduğundan 77 K de çalışmayan sistemlerin sonuçlarını bu proje kapsamı dışında tutuyoruz. Josephson eklemi üretiminin Si üzerinde başarılabileceğinin gösterildiği bu projenin açtığı yol ile bundan sonraki yeni projelerde bu parametrelerin geliştirilebilmesi için derinlemesine arayüz çalışmaları yapılmalıdır. Bu konuda yeni projeler üzerinde çalışmaktayız. Proje süresince yüksek lisans ve doktora öğrencilerine burs sağlanmış, tez çalışmaları desteklenmiş ve elde edilen veriler ile çalışmaları detaylandırılmıştır. Çalışma sonucunda elde edilen sonuçlar yayınlanmış olup (Uzun, Y., Kuran, O., Avci, I., J. Supercond. Nov. Magn., 2016) yeni çalışmalar da hazırlık ve yazım aşamasındadır. Proje desteğiyle mevcut bulunan laboratuvar ortamı iyileştirilmiş ve Si üzerine YBCO ince film üretim prosesi oturtulmuştur. Projenin bizlere kazandırdığı bilgi ve deneyimler ışığında uluslararası proje ortaklıkları ve yeni proje önerilerine zemin hazırlanmıştır.

Kaynaklar

[1]. I.Avci, M. Tepe, D. Abukay, Solid State Communications 130 (2004) 357–361.

[2]. I.Avci, B P Algul, A Bozbey, R Akram, M Tepe and D Abukay, Supercond. Sci. Technol. 20 (2007) 944–949

[3]. I.Avci, R. Akram, A. Bozbey, M. Tepe, and D. Abukay, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, VOL. 17, NO. 2, June 2007.

[4]. B. Oktem, A. Bozbey, I. Avci, M. Tepe, D. Abukay, M. Fardmanesh, Physica C 458 (2007) 6–11.

[5]. Andrianov V. A. et al., Journal of Physics: Conference Series 43 (2006) 1311–1314

[6]. Victor V. Samedov, Journal of Physics: Conference Series 97 (2008) 012282

[7]. Taino T. et al., Journal of Physics: Conference Series 43 (2006) 1319–1321

[8]. Febvre P., Reich T., IEICE Transactions on Electronics E93.C (2010) , No. 4 pp.445-452.

[9]. R Setzu, E Baggetta and J C Vill´egier, Journal of Physics: Conference Series 97 (2008) 012077

[10]. Olaf Mielke et al., Supercond. Sci. Technol. 23 (2010) 055003 (7pp)

[11]. B. P. Algul, I. Avci, R. Akram, A. Bozbey, M. Tepe and D. Abukay. AIP Conference Proceedings 899(2007) 762-762 5

[12]. Avci, B.P. Algul, R. Akram, A. Bozbey, M. Tepe, D. Abukay, Sensors and Actuators A 153 (2009) 84–88.

[13]. Caceres D. et al., Vacum 67(2002) 577-581.

[14]. Pryds N., Schou j. And Linderoth S., Journalof Physics. Conference Series 59 (2007) 140-143

[15]. Haakenaasen R., Fork D. K. and Golovchenko J. A., Appl. Phys. Lett. 64(12) 21 March 1994

[16]. Tian Y. J., Linzen S., Schmidl, Cihar R. and Seidel, Supercond. Sci. Technol. (1998) 59-62

[17]. Y. J. Tian, S. Linzen, F. Schmidl, A. Matthes, H. Schneidewind and P. Seidel, Thin Solid Films 338 (1999) 224-230

[18]. Y. J. Tian et al., Journal of Superconductivity, Vol. 11, No. 6, (1998) 713-717

[19]. D Pavlopoulos, Journal of Physics: Conference Series 97 (2008) 012098

[20]. Angelica C.,et al., IEEE Transactions on Applied Superconductivity vol. 15, no.2,2005

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Yrd. Doç. Dr. İLBEYİ AVCI
Proje No:	114F165
Proje Başlığı:	Si Yonga Üzerine Süperiletken Yba2cu3o7-X Josephson Eklemi Ve Dc-Squid Üretim Teknolojisinin Geliştirilmesi
Proje Türü:	1001 - Araştırma
Proje Süresi:	30
Araştırmacılar:	MUSTAFA TEPE
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	EGE Ü. FEN F. FİZİK B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	15/11/2014 - 15/05/2017
Onaylanan Bütçe:	434525.0
Harcanan Bütçe:	350710.95
Öz:	YBCO Josephson eklemlerinin üretimini mikroelektronik teknolojisinde standart olarak kullanılan Si yongalar üzerine geliştirmek, üretim maliyetini düşürmek ve üretim süreçlerini bu malzemelerle çalışabilecek şekilde oluşturmak büyük önem arz etmektedir. YBCO ince filmlerin Si yongalar üzerine istenen özelliklerde üretilebilmesi için literatürde geniş araştırmalar bulunmakta, ancak 77 K ve üzerinde çalışabilecek Si üzerinde YBCO ince film üretimi ve Josephson eklemlerinin oluşturulması çalışmaları henüz istenilen seviyeye ulaşmamış olup bu konuda araştırmalar halen devam etmektedir. Si üzerine YBCO ince film üretiminin yapılabilmesi ve bu film ile step-edge türünde bir eklem teknolojisinin geliştirilmesi için öncelikle Si üzerine uygun bir tampon katman üretiminin yapılması gerekmektedir. Bu işlem için çeşitli malzemeler kullanılmakta olup en etkili yöntemler bu proje kapsamında da uygulanan YSZ/CeO2 tampon katmanın üretilmesidir. Si üzerine üretilen 200-250 nm kalınlığındaki tampon katmanlar üzerine YBCO ince filmlerin üstün kalitede üretimi için gerekli süreçler de yine bu proje kapsamında geliştirilmiştir. Eklem üretimi için gerekli olan ?step-edge? yapıları standart UV litografisi, kimyasal ve iyon aşındırması yöntemiyle hem Si yonga hem de YSZ/CeO2 tampon katman üzerinde yapılmış ve bu desenler üzerine 200 mn kalınlıkta ve 4 mikrometre genişliklerde YBCO Josephson hatları eklem olarak üretilmiştir. Bu eklem teknolojisi DC-SQUID sensörlerin üretiminde kullanılan yegane yöntem olacaktır. Böylece, Si yongalar üzerine istenilen boyutlarda ve sayıda YBCO Josephson eklemi içeren elektronik aygıtların üretimi için ön süreçler geliştirilmiş durumdadır. Literatürde Si üzerine YBCO ince film üretimi ve çeşitli geometrilerde Josephson eklemi üretimiyle ilgili çalışmalar bulunmasına rağmen, Si üzerine yapılmış ve sıvı azot sıcaklığında çalışabilen aygıtlar yok denecek kadar azdır. Bu şekliyle, projeden elde edilen yöntem ve teknoloji bilgisinin bu alana katkı sağlayacak düzeyde olduğunu değerlendirmekteyiz.
Anahtar Kelimeler:	Josephson Eklemleri, Si Yonga Üzerine YBCO İnce Film Üretimi.
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır

TÜBİTAK