

Opponensi vélemény

Szilágyi Edit

***Az ionsugaras analitika néhány alkalmazása az  
anyagtudományban***

című értekezéséről amit az  
MTA doktora fokozat elnyeréséhez nyújtott be.

**Bevezetés**

Szilágyi Edit igen sikeresen foglalkozik ionsugaras analitikával az egyetem elvégzése óta. A módszert magas szinten műveli, nemzetközi szinten is elismert eredményei vannak. Mivel a metodikát magabiztosan uralja változatos alkalmazásokat javasol felhasználóknak és ezzel Ő is jelentősen hozzájárult ahhoz, a Keszthelyi és Gyulai Iskola folytatásaként, hogy a módszert hazánkban anyagkutatásban kiterjedten használják.

Véleményem szerint legjelentősebb eredményei metodikaiak. Ennek ellenére a doktori fokozat megszerzéséhez, néhány alkalmazást ismertet. Persze ezek az alkalmazások azért váltak lehetővé, mert a metodikát úgy alakította, hogy a feltett kérdéseket meg tudja oldani. Tehát amikor a dolgozatot értékeljük akkor az anyagtudományi kutatások újdonság tartalmát mindig a metodikai újdonságokkal együtt kell értékelni.

Az RBS egy bonyolult, drága módszer, így csak akkor alkalmazzák, amikor valóban szükség van rá, azaz amikor fontos feladatok megoldására van szükség. Így szinte különös mérlegelés nélkül azt mondhatjuk, hogy az anyagtudományi témák amikkel foglalkozik újak és fontosak. Ez tényleg így van, hiszen a dolgozat anyagtudományi része döntően a szilícium karbiddal foglalkozik, annak is az oxidációjával illetve rácshibáinak vizsgálatával. A szilícium karbid pedig a modern teljesítmény elektronika alapja, aminek a gyártása még most is felvet kérdéseket különböző területeken pl. az oxid réteg kialakítása még nem teljesen megoldott, tehát a témaválasztás fontos. Igen röviden kristályhibák vizsgálata kapcsán említést tesz litiumniobátról és zafírról is. Az általában vett hiba vizsgálatok is érdekesek ezeknél a fontosságot annyira nem érzem.

## A dolgozat elemzése

A dolgozat kiállítása szép. Könnyen olvasható és kiválóan alkalmas arra, hogy tanulni lehessen belőle.

*Cím:* Nem találom szerencsésnek, mert nem fejezi ki azt, hogy ezek a vizsgálatok nem a rutin megoldásokra alapulnak. A dolgozat legfőbb érdeme, hogy megmutatja, hogy egy ilyen bevett módszer is, mint az ionsugaras analitika, fejleszthető illetve fejlesztendő, ha az anyagtudományban új kérdések megoldásához fogunk. Jobb lett volna talán valahogy úgy hogy *Ionsugaras analitika fejlesztése anyagvizsgálatokhoz....*

*Szerkezete:* az irodalmi bevezetés és a kísérleti berendezés leírása 45 oldal, míg az eredmények ismertetése 55 oldal; az arány nem a legkedvezőbb.

*Irodalmi bevezetés:* Fel kell hívni a figyelmet arra, hogy a fent említett aránytalanság nem is olyan kedvezőtlen ha észrevevesszük, hogy a bevezetés részben egy kiterjedt diszkussziót is jelent, amiben az ionsugaras analitika alkalmazhatóságát érdemben taglalja. Az oxidációs problémák bevezetésére a Si oxidációját ismerteti, de csak 2 oldalon és csak az egyenlet egy speciális megoldásával foglalkozik; ez kevés. A módszerek közül az ellipszometria 3 oldalt az atomerő mikroszkópia és TEM másfél oldalt kap. A maradék rész az ionsugaras módszerrel foglalkozik. Az utóbbi nagyon jó míg az előbbiek elhagyhatók lennének (inkább a PhD dolgozat követelményeit elégítik ki).

Megjegyzés ( a dolgozathoz vett idézeteket 10 nagyságú dőlt betűvel jelzem)

10 o.

*Az oxidációs mechanizmust, azaz azt a tényt, hogy az oxigén átdiffundál a már kialakult oxidrétegen, és a határrétegen történik az oxidáció, izotóp-nyomkövetéses módszerrel határozták meg [Ros79].*

Azt hiszem, hogy amikor ezt a munkát közölték senkinek sem volt kétsége afelől, hogy az oxidáció a mondott módon zajlik. A tökéletes SiO<sub>2</sub>/Si határ amit akkor már számtalan TEM vizsgálat igazolt, Si diffúzió esetén nem lenne lehetséges. Ennek ellenére szép kísérlet, ami bizonyított.

### *Eredmények:*

Eredmény fejezetben a módszertan kifejtésére 17 oldalt fordít, ami a dolgozat kétségtelenül legjobb része. Az oxidációs vizsgálatokat alig hosszabban 22 oldalon taglalja, mutatva, hogy a módszertani kérdések igen nagy súllyal kezelendők. Ezt követi a szerkezet vizsgálat amiben több példát említ.

Nagyon jónak tartom a 17 oldalas metodikai részt amit biztosan sok tanuló fog használni. Az oxidációs vizsgálatok az időrendet követik. Ennek során megmutatja, hogy milyen nem-rutin-munka az oxidréteg kialakulási mechanizmusának felderítése. A módszer azon erősségét, hogy különbséget tud tenni az izotópok között maximális módon kihasználja, és így az oxidáció finomszerkezetét tudja vizsgálni. Nagyon szép ahogy megmutatja, rafinált kiértékelési rutinokat alkalmazva, hogy az oxid a belső határfelületen nő. A CO kidiffundálása során történő oxigén csere kimutatása is nagyon szép eredmény.

### Megjegyzések, kérdések

65o.

*A SiC magas hőmérsékletű (1100 °C) oxidációja során is SiO<sub>2</sub> keletkezik, épp úgy, mintha szilíciumot oxidálnánk. Az oxidáció során a szén ugyanis – feltehetően CO formájában – távozik a rétegből. Bár az ionsugaras analitika nem fázisérzékeny – így határozottan csak annyit állíthatunk, hogy egy szilíciumatomra átlagosan két oxigén atom jut –, semmilyen kiegészítő módszerrel nem láttunk különbséget a Si-on illetve a SiC két oldalán kialakuló oxidréteg minősége között, ezért élhetünk azzal a feltételezéssel, hogy itt is valóban SiO<sub>2</sub> keletkezik.*

Szerencsétlen fogalmazás. Nem kell feltételezni azt amit kiegészítő módszer megad.

Megjegyzem a kiegészítő módszerek között van ami kétség nélkül választ a vegyületek milyenségére. Még egy megjegyzés: a szerző úgy tűnik az ionsugaras technikával kíván minden problémát megoldani. Ugyanakkor egy komplex anyagvizsgálat során az ionsugaras technika egy nagyon fontos de csak egy a sok lehetőség között.

71- o.

A magyarázat során először csak a Deal-Grove egyenlettel való összevetést vizsgálja, majd a Song és társai által módosított egyenlettel hasonlítja össze eredményeit. Ez a kutatás történetét ismerve logikus, mert a mérések első fázisában a módosított egyenlet nem állt rendelkezésre.

A dolgozat megírása idejében azonban ez már nem igaz. Jobb lett volna ennek valahogy hangot adni.

Az olvasó ugyanakkor hiányolja, hogy az idézett közelítő egyenletek helyett miért nem a jelenséget leíró differenciál egyenletet (diffúzió mozgó határral) adja meg, mert akkor sokkal egyszerűbben lehetne elmagyarázni, hogy a lineáris és parabolikus megoldás csak határesetek, stacionárius esetben, de ezek mellett sok egyéb időfüggés is előfordulhat. (Pl. szigorúan véve, ha még az oxigén cserét is figyelembe vesszük akkor tovább bonyolódik a helyzet.) A bevezető részben azt is el lehetett volna mondani, hogy a még sokkal egyszerűbb szilícium oxidáció esetében is a kezdeti szakaszban az egyszerűsített lineáris függéstől sokan találtak eltérést.

81. o

Vajon az AFM mérés ad-e információt a határfelület durvulására? Többször felmerült a határfelület durvaságának kérdése. Miért nem vizsgálat meg a mintákat TEM-el is?

## A tézisekről

Az 1,2 téziseket változtatás nélkül elfogadom és azokat a dolgozat legfőbb erősségének tartom.

Az 5. tézist változtatás nélkül elfogadom.

A 3 tézist elfogadom azzal a változtatással, hogy az úgynevezett történeti részt kihagyja.

A

*3. a tézis A SiC-Si felületén ezt csak nehezebben tudtam kimutatni, ugyanis a túl vékony rétegek miatt a módszer mélységfelbontása nem volt megfelelő, és a várakozással ellentétben csak egy  $^{18}\text{O}$ -csúcsot találtam [Vic00]. Az oxidációs idő változtatásával a nem rezonáns  $\text{Si}^{16}\text{O}_2$  vastagságát sikerült megnövelni, és ekkor már jól elkülöníthető két csúcsot kapunk a SiC-Si oldalon is, ami alátámasztotta az...*

rész kihagyandó, mert nem új felismerést tükröz, hanem csak történetet mond el.

A 4.tézist is csak átfogalmazva tudom elfogadni. A probléma a következő résszel van:

*4. Kinetikai vizsgálatok során megállapítottam, hogy a SiC-on kapott vastagságok időfüggése – hasonlóan a tiszta Si oxidációjához – jól leírhatók voltak a szilícium oxidációjánál bevált Deal–Grove-moddal, ami arra utal, hogy a vastagabb rétegeknél az oxidképződés már diffúzióvezérelt folyamat*

Ebben a formában ez a tézis nem elfogadható. A SiC oxidációja sosem írható le a Deal-Grove moddall, hiszen a SiO<sub>2</sub>/SiC határfelületen CO is keletkezik amit onnan el is kell szállítani, így a határfeltétel más, tehát csak a módosított Deal-Grove azaz a Song féle egyenlet használható.

A 6. tézis c pontját változtatni javaslom, mert a feltételezés végül is bizonyítva lett.

*Zafírba implantált Co esetében – az ionimplantáció által keletkezett rácshibák hőkezeléssel való megszüntetése után – az RBS-sel kombinált csatornahatásos mérések eredményét csak azzal a feltételezéssel tudtam értelmezni, hogy a Co köbös spinell fázisú zárványokban helyezkedik el, amelynek [111] iránya párhuzamos a zafír [0001] irányával. A nanoméretű zárványok létét TEM felvételek igazolják [Jar96].*

Zafírba implantált Co esetében – az ionimplantáció által keletkezett rácshibák hőkezeléssel való megszüntetése után – az RBS-sel kombinált csatornahatásos méréssel megmutattam, hogy a Co köbös spinell fázisú zárványokban helyezkedik el, amelynek [111] iránya párhuzamos a zafír [0001] irányával. A nanoméretű zárványok létét TEM felvételek igazolják [Jar96].

## **Összefoglalás**

Szilágyi Edit igen sikeresen műveli az ionsugaras analitikát. A spektrumok kiértékelésében, értelmezésében nemzetközileg is kiemelkedőt alkotott. A dolgozatban ezen részben új metodikai megoldásokat alkalmazza a szilícium karbid oxidációjának vizsgálatára és igen részletesen leírja azt.

Az igen magas szintű metodikai eredmények alapján javaslom, hogy a dolgozatot nyilvános vitára tűzzék ki és sikeres védés estén az MTA doktora címet Szilágyi Editnek ítéljék meg.

Budapest 2010. október 19.

Menyhárd Miklós