

Válasz Kövér Ákos

“Az ionsugaras analitika néhány alkalmazása az anyagtudományban”

című doktori értekezésem bírálatára

Köszönöm Kövér Ákosnak, az MTA doktorának az értekezésem alapos és értő átolvasását és hasznos észrevételeit.

A bírálatban feltett kéréseire (amelyekre itt dőlt betűkkel utalok) a következőket válaszolom:

Ellenőrizték a maradékvákuum összetételét, ill. a lerakódott szénréteg mennyiségét? Mennyire befolyásolja ez a méréseket?

A maradékgáz összetételét a nagyvákuumkamrában nem határozzuk meg; a folyékony nitrogénnel hűtött kifagyasztó csapdák használatával főleg a víz és a szénhidrogének parciális nyomása csökkenthető. Az igaz, hogy nagyvákuumban nagyon gyorsan kialakul egy abszorbeált szénréteg a felületen. A szénhidrogénréteg vastagodása viszont már egy dinamikus folyamat, ahol az abszorpciót és a deszorpciót is figyelembe kell venni. Az ionnyaláb megbontja az abszorpció/deszorpció egyensúlyát, úgy, hogy a szén egy része rákrakkolódik a minta felületére és ez már nem tud eltávozni. Bár az értekezésben bemutatott legtöbb kísérletnél a lerakódott szén mennyiségét nem határoztam meg, korábbi kísérleteink szerint ez általában 1 nm-nyi CH összetételű réteg. A szénhidrogén mennyisége és összetétele például tiszta szilíciumon mérhető meg könnyen ERDA-val kombinált visszaszórásos spektrometriával. A mérést célszerű 3,5 MeV energián végezni, ahol a szén hatáskeresztmetszete már lényegesen nagyobb a Rutherford-hatáskeresztmetszetenél. Az eredmények kiértékelésénél figyelembe vesszük a mérés közben a minta felületére lerakódott szénhidrogén hatását; ez főleg az ERDA méréseknél lehet látványos, hiszen a felületre lerakódott szénhidrogén akkor is okoz egy csúcsot, ha a minta egyébként nem tartalmaz hidrogént (az értekezés 12. ábráján pl. a felületi szénhidrogén jele jól megkülönböztethető a mélyben levő hidrogénezett amorf szén spektrumrészletétől.) A visszaszórásos méréseknél az 1 nm-nyi szénhidrogén-lerakódás 100–500 eV-nyi energiaveszteséget okoz – azaz tipikusan csak a sokcsatornás amplitúdóanalizátor egy csatornájának tört részével – az ionoknak a szénhidrogénrétegben szenvedett energiaveszteség következtében az alacsonyabb energiák felé tolja a spektrumot.

Említi (34, 60 oldal), hogy szimmetrikus függvényalakot használtak az úthosszfluktuációk eloszlásánál, ami egy jelentős hibaforrás. Mennyire befolyásolja ez a kiértékelés hibáját?

Erre a kérdésre nagyon nehéz általános érvényű választ adni, mert elemenként és mélységenként változik a spektrum számításához felhasznált függvényalak. Röviden, minél nagyobb az

aszimmetria, annál nagyobb a hiba is. Tapasztalatom szerint a 0–60 fokos döntési szögtartományban az eloszlások még szimmetrikusaknak tekinthetők, így itt még ez a jelenség nem okoz problémát. A szimulációk 60 fok felett már a legtöbb esetben eltérnek a mért spektrumtól, először csak a spektrum legvégén, az alacsony energiás részén, azaz csak nagy mélységben válik aszimmetrikussá a függvény. Növelve a döntési szöget egyre nagyobb detektált energiánál is megfigyelhetők az eltérések. A „kiértékelés” viszont a spektrum szimulációjánál egy tágabb fogalom. Ha pl. egy Au vékonyréteget választottunk le szilíciumra, akkor az aranyréteg vastagsága akkor is pontosan kiértékelhető, ha történetesen a szilíciumhordozó már csak nagy hibával számolható.

SiC oxidációjával kapcsolatosan a következő megjegyzése kérdése volt: *Talán ki lehetett volna egészíteni a vizsgálatokat SIMS/SNMS-sel történt mérésekkel a rétegszerkezet pontosabb megismerésére. Itt újra felmerül a korábbi kérdésem, hogy az oxidációkor milyen egyéb gázok voltak jelen, vagyis az oxigén beeresztése előtt mennyi volt a nyomás a kamrában és mi volt a maradékgázok összetétele? Úgy gondolom, hogy ez fontos a felület állapotának szempontjából.*

A 3–5 tézispontokhoz kapcsolódó oxidációs kísérletek egyrészt Párizsban történtek, másrészt itthon.

A mintákat természetesen számos további módszerrel lehetne, illetve kíváncsian lenne tovább vizsgálni. A Párizsban készült minták ott is maradtak, ottani kollégáink terveztek még rajta további kísérleteket; nem tartom valószínűnek, hogy ezek a minták még fellelhetők. Az itthon oxidált mintákon viszont még mi is tervezünk további, pl. szinkrotronos méréseket. Mivel a SiC egykristály aránylag drága alapanyag, ezért eleve kisméretű mintákkal dolgozunk. A kísérletekhez szükséges mintaszámot úgy tudjuk eredményesen csökkenteni, ha vagy a mintákat vágjuk kisebb darabokra, vagy ugyanazokat a mintákat analizáljuk több módszerrel. A szinkrotronos kísérlet viszont – a módszernél alkalmazandó súrlódó beesési szög miatt – minél nagyobb területű mintákat követel meg. Ezért a második módszert alkalmazzuk. Ekkor a mérési módszereket érdemes roncsolásmentesség szerint sorba állítani. Így az összes olyan mérési technika, amelyek a minták roncsolásával járnak (TEM, SIMS, SNMS, AES, stb.) csak a szinkrotronos mérések végeztével jöhetnek szóba.

A párizsi UHV kamrában 10^{-8} mbar nyomást értünk el. Itt a maradékgáz összetételét tömegspektrometriával határoztuk meg. Az oxidációt tipikusan 10–100 mbar tartományban végeztük. A gázanalízis ekkor leginkább az ^{16}O (természetes izotóparány), illetve ^{18}O (95%) arány, valamint a víz (<1 ppm) meghatározására szolgált.

A budapesti oxidációs kísérletnél O_2/Ar gázkeveréket használtunk; a felhasznált gázok félvezető tisztaságúak és minőségűek (0.99999) voltak, itt is kifagyasztással védekezve a víztartalom ellen.

Az oxidációnál nem annyira a maradékgázok, mint inkább a víztartalom a meghatározó. Aránylag kis víztartalom is lényegesen befolyásolja a kialakult oxidrétegek vastagságát. Éppen ezért mindkét helyen nagy gondot fordítottunk a száraz oxidáció biztosítására.

A LiNbO₃ minta szigetelő anyag, ezért a töltött részecskékkel történő besugárzás során töltődhet és ezért szikrázhat, ami zavarja a méréseket. Ennek elkerülésére nagyon kis ionáramot használtak. A feltöltődést egy kis elektronágyúval (flood gun) is lehetett volna kompenzálni és akkor nagyobb áramot használni. Mi a véleménye?

Az elmúlt évek során próbálkoztunk elektronágyú használatával is. Azt tapasztaltuk, hogy nemcsak az elektron lép ki az ágyúból, hanem az ágyú elektronemittáló anyagától függően nehéz szennyező(k) is, ami nemcsak a mintát, hanem még a detektorok felületét is elszennyezte. Ha a felületi szennyező nem zavarja a mérést, akkor az elektronágyú jól alkalmazható. A LiNbO₃-os kísérletnél viszont ezt nem tartottam előnyösnek, mert a nehéz szennyezők hatással lehetnek a csatornahatás kialakulására.

*Számomra, aki nem ismerős az ionsugaras analitika területén, furcsa volt, hogy a tézisekben szereplő 16 közleményből 12 egy viszonylag alacsony impakttal (1,0–1,2) rendelkező folyóiratban a Nucl. Instrum. Meth. B-ben jelentek meg, három pedig **konferenciaabsztraktnak** tűnik. Az értekezést elolvasva a jelölt által hivatkozott cikkek nagy része is a NIM B-ben jelentek meg. Ezért arra kell gondolnom, hogy a fenti területen elért eredményeket itt szokták közölni. Kérem, erősítse meg az elgondolásomat.*

A NIMB teljes nevén “Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms” valóban a szűkebb szakterületem egyik, ha nem a legjelentősebb folyóirata. **Konferenciaabsztraktnak** a tézispontokat alátámasztó közlemények közt nem adtam meg, legfeljebb konferenciakötetben megjelenő cikkeket. A 12 NIMB cikk mellett két folyóiratcikk (J. Appl. Phys., Solid State Comm.), egy könyvsorozatot (Mater. Sci. Forum), illetve egy konferenciakötetet. Azt azonban megjegyezném, hogy a NIMB folyóirat közli a szakterület konferenciáinak kiadványait is – részben ez lehet az oka az aránylag alacsony impaktfaktornak is – így összesen 12 konferenciacikk szerepel az említett közlemények között. Ezek a konferenciacikkek azonban ugyanolyan módon referált cikkek, mint a hagyományosan a folyóiratba beküldött cikkek.

Budapest, 2011. január 18.

Szilágyi Edit