

Bírálat

Lohner Tivadar *“A spektroszkópiai ellipszometria és az ionsugaras analitika néhány alkalmazása az anyagtudományban” című doktori értekezéséről*

1. Általános értékelés

A szerző a 192 oldal terjedelmű dolgozatát az MTA doktora tudományos fokozat elnyerése céljából nyújtotta be. A tézispontokban megfogalmazott új tudományos eredmények a szerzőnek a kandidátusi fokozatszerzést követően készült tudományos közleményei közül 29 publikációjára épülnek. A dolgozatban bemutatott kutatási eredmények különböző anyagú és szerkezetű vékonyrétegek dielektromos jellemzőinek, rétegstruktúrájának, továbbá ezeknek az egyes kezelések, így az ionimplantáció, az oxidálás, a hőkezelés hatására bekövetkező változásainak a kísérleti jellemzésére és modellezésére vonatkoznak.

A kísérleti munkában a gyakorlati alkalmazás szempontjából is fontos anyagok, mint az elektrokémiai anódos oxidációval előállított pórusos szilícium, a nanokristályos gyémánt és szilícium karbid, vagy az ugyancsak nagy tilossávú nióbiumpentoxid filmek vizsgálata történt. A félvezető technológia egyik alapvető folyamata, az ionimplantáció által okozott amorfizáció, továbbá az ionsugaras hőkezelés hatásának a tanulmányozása szilíciumban ellipszometriai és ionsugaras analitikai módszerek alkalmazásával szintén fontos részét képezi a dolgozatnak.

A kísérletileg vizsgált problémák a gyakorlati alkalmazásokat tekintve lényegesek, előremutatóak, ugyanakkor számos megválaszolendő kérdést is generálnak, nevezetesen, hogyan lehet jól leírni egy heterogén, multiréteges film dielektromos viselkedését, vagy megadni egy pórusos szerkezetű, nanokristályokat is tartalmazó vékonyréteg dielektromos függvényét? A dolgozat több példán keresztül taglalja a lehetséges válaszokat. Az eredmények tükrében a szerző végső következtetéseit helytállóaknak tartom. Az elvégzett kutatás mennyisége és eredményessége kielégíti az MTA doktora cím megszerzéséhez szükséges feltételeket.

A dolgozat a szokásos szerkezetben a *Bevezetés, Célkitűzések*, majd a *Vizsgálati módszerek, kísérleti berendezések* fejezetekkel indul, és ezt követi a 110 oldal terjedelmű *Saját kísérletek és eredmények* fejezet, végül a *Tézisfüzet* és az *Irodalomjegyzék*, mint lényeges fejezetek. A mű jó nyelvezetű, szép kivitelű, eltekintve attól, hogy szinte az összes ábra a cikkekből átvett formában, angol szöveggel szerepel. Fontosnak tartom,

hogy az egyes témakörök végén megtalálható azoknak az eredményeknek az összefoglalása, amelyeket a hozzá kapcsolódó tézispont tartalmaz, ami jelentősen segíti a bíráló munkáját az eredmények értékelésében.

A fenti pozitív általános értékelést követően a kritikai észrevételeimet, megjegyzéseimet, továbbá a felmerülő kérdéseket az értekezés szerkezetét követve részletezem.

2. Részletes tartalmi értékelés

2.1. Bár jelentős számú irodalomra találunk hivatkozást a dolgozatban, a bemutatott eredmények lényeges irodalmi előzményeinek kritikai áttekintését nem írja le a szerző. Ennek megfelelően nem is törekedett egy áttekintő tudományos képpel megalapozni a saját kutatómunkájának a célkitűzéseit, ehelyett a kísérleti eredmények minden egyes alfejezete egy rövid „*Bevezetés, előzmények*” résszel indul, ahol néhány esetben leírja munkájának motivációját is. Ez arra utal, hogy a szerzőnek nem igazán sikerült korábbi munkáit egy vezérfonalra felfűznie és egységgé kovácsolnia, emellett nem tartom jó szerkezeti megoldásnak sem.

2.2. Az ellipszometriának, mint vizsgálati módszernek a leírása részletes ugyan, de jól ismert, hogy e vizsgálatokkal nyert eredmények modelfüggőek, a sok parameteres illesztés néha hamis megoldásokhoz is vezethet. Fontos lett volna, hogy a szerző részletezze, milyen módszerekkel tudta ezeket a problémákat megoldani, illetve elkerülni.

2.3. A 4.1.2 fejezet a pórusos szilícium (PS) rétegekre vonatkozó optikai modellalkotást taglalja. Ismeretes, hogy a PS inhomogén rendszer, az előállítás és utólagos kezelés körülményeitől függő komplex mikrotopológiával. A pórusok falát alkotó anyag dielektromos jellemzésére a szerző a finomszemcsés polikristályos szilícium Jellison és munkatársai által meghatározott dielektromos függvényét használta. A modell validálásával azonban adós maradt a szerző, az ugyanis kevés, hogy a modell segítségével az ellipszometriai spektrumok - nagy hibával ugyan (lásd 4.1.2.1 táblázat), de illeszthetők. Meggyőző lenne például, ha az illesztésből meghatározott törésmutatókat összevetné más optikai modellel nyert irodalmi eredményekkel, természetesen hasonló mintákra vonatkozóan. Esetleg a számított rétegvastagságokat összehasonlítaná független mérésből származó eredményekkel .

2.4. Az anodizálás időtartamának a hatását bemutató 4.1.4.1–4.1.4.4 ábrákon megadott illesztésből számított rétegvastagságok hogyan viszonyulnak a spektrum hosszú hullámú végénél a fény behatolási mélységéhez? Milyen hatással van ez a kiértékelésben használt modellre?

2.5. A stabilizáló hőkezelés hatására a rétegvastagság valamennyi mintánál csökkent a porozitás viszont nagyobb lett (4.1.5.2 táblázat). Mi ennek az oka? A csökkenő rétegvastagság esetén ugyanis várható lenne, hogy a szerkezet tömörödik.

2.6. Nem világos, hogy mi indokolja a stabilizáló hőkezelésnek, majd 900 °C-on végrehajtott oxidációnak alávetett ps956a4 minta egyrétegű, háromkomponensű optikai modelljében a kristályos szilícium szerepeltetését, ugyanis valószínűbbnek látszik a finomszemcsés, polikristályos struktúra kialakulása a kezelések hatására.

2.7. A 400 keV energiájú N₂-vel implantált kristályos szilícium optikai modelljében mi indokolja a finomszemcsés polikristályos Si komponens jelenlétét a legalsó rétegben (4.1.7.2 ábra)?

2.8. A 4.2.1.2.3 és 4.2.1.2.5 ábrákon megadott illesztéseknél milyen a kétréteges optikai modell a különböző fluenciákkal implantált mintáknál?

2.9. A nemesgáz ionok implantációjakor okozott anomális felületi amorfizációt vizsgálva kristályos szilíciumban az ionsugaras analitikával és spektrál ellipszometriával nyert rétegvastagságokat összehasonlítja a szerző a 4.2.1.2.1 táblázatban. Az eredmények egyezése jónak mondható, kivéve a legnagyobb fluenciájú Ar²⁺ ionos kezelést. Az amorfizált szilícium rétegvastagságára kapott értékek eltérése meglepő, hiszen pontosan az ionsugaras analitika igazolta, hogy a teljes réteg amorfizált. Mi lehet az eltérés oka?

2.10. A plazmaimerziós ionimplantáció felületi károsodást okozó hatásait vizsgálva a szerző az ellipszometriai eredmények kiértékelésére nagy számú optikai modellt próbált ki. Ezek szerkezeti megalapozottságát azonban nem minden esetben tartom elfogadhatónak. Nem értem például, hogy miért használta a vákuumpárolgatott amorf Si dielektromos függvényét az a-Si:H helyett, hiszen a gázkeverék 1% foszfint és 99% hidrogént tartalmazott, amiből a kisüléskor keletkezett protonok könnyen beépülhetnek a roncsolt felületi rétegbe. Ebben a tekintetben a polikristályos Si dielektromos függvényének a használata inkább tekinthető megalapozottnak, az ugyanis finomszemcsés krisztallitokat és hidrogénezett amorf Si-t is tartalmazó réteg jellemzője.

2.11. A 92. oldalon a Tézispont részben: Az utolsó mondatban megfogalmazott állítást az AFM mérések megerősítik, azonban az ellipszometriai eredmények nem. A 7,5 s-os kezelésnél a 7.5C és 7.5D modellek bizonyultak jónak, ezek felső rétege oxid, ami nem érdes. A 300 s-os kezelést jól leíró 300I és 300J ellipszometriai modellek 9,8 nm és 8,7 nm vastag érdességi réteget tartalmaznak. Így a helyes kijelentés az, hogy a 300 s-os plazmaimmerziós kezelésnél jelentős felületi érdesség alakul ki.

2.12. A 4.2.3.2.1. táblázat aláírása hibás.

2.13. A 4.2.3.2.2. táblázat nem tartalmazza az Al⁺ implantáció okozta vastagság növekedést, ami fontos lett volna a 2.C tézispont alátámasztására.

2.14. Az ellipszometriai spektrumok modell illesztéséből meghatározott tilossáv szélesség 0,71 eV és 0,55 eV a Ni⁺ és Ar⁺ ionokkal implantált SiC mintákra. Az irodalomban az a-SiC-re 2,2–2,6 eV értékek találhatóak. Mi az oka a nagy különbségnek? Lehetséges, hogy az alkalmazott optikai modell nem jó, ami esetleg indokolná a nagy eltérést az n és k értékekben a 4H c-SiC-hez képest?

2.15. A SiC nanokristályok növesztésével foglalkozó fejezet 4.3.2.4. ábráján a 20 órás hőkezelést követően mért ellipszometriai spektrumok kiértékelésére konstruált modellek közül a legjobb illesztést adó modellben a SiC komponens rétegvastagsága 152±4 Å. Ez az érték megegyezik a 4.3.1.1. ábrán a 3 órás hőkezelésre megadott TEM felvételen látható SiC kristallitok rétegvastagságával. Mi az oka a két érték egybeesésének?

2.16. Mi igazolja, hogy valóban SiC kristallitok nőttek?

2.17. Mi lehet az oka, hogy a 102 órás hőkezelést követően mért ellipszometriai spektrumok jól láthatóan gyenge illesztése (4.3.2.5. ábra) meglepően hasonló eredményt ad az ionsugaras mérésből kapott értékekhez.

2.18. A Nióbiumpentoxid rétegek növesztése és annak spektrál ellipszometriai, és ionsugaras analitikai vizsgálata az egyik legsikeresebb része a dolgozatnak.

2.19. A nanokristályos gyémántrétegeken mért ellipszometriai spektrumok kiértékelésére három különböző optikai modellt épített fel a szerző. Az illesztés jóságát megadó MSE értékek (4.5.3.3. és 4.5.2.4. táblázatok) azt mutatják, hogy nem sikerült a legjobb optikai modellt megtalálni. Ennek valószínűleg az az oka, hogy vagy nem veszi figyelembe a szerző az sp² kötésű szénatomok jelenlétét (lásd 4.5.3.1. ábrán a modell-1-et), vagy pedig a nem megfelelő szerkezetű sp² elrendeződést

használja az üvegszerű szén összetevő figyelembe vételével. Az üvegszerű szén ugyanis az sp^2 szénatomok grafitos elrendeződését tartalmazza, míg a nanokristályos gyémántban inkább konjugált kettőskötésű láncok (poliacetilén) találhatóak. Az üvegszerű szén komponens beépítése az optikai modellbe magyarázza azt is, hogy miért kapott a szerző a modell-3 alapján végrehajtott kiértékelésből kicsi tilossáv értékeket (4.5.2.4. táblázat).

2.20. Az in-situ spektroszkópai mérések valósídejű kiértékelésének demonstrálására javasolt modellstruktúrát jó ötletnek tartom. A kapott eredmények azonban nem elegendőek egy tézispont megfogalmazásához.

Bár az előzőekben leírt kritikai észrevételek számosak, azok a dolgozat alapvető következtetéseit nem vonják kétségbe. A különböző kísérleti módszerek alkalmazásával nyert eredmények analízise alapján fontos és értékes megállapításra jutott a szerző a pórusos szilícium rétegszerkezetére, továbbá az ionimplantáció által okozott amorfizációra a kristályos szilícium és szilíciumkarbid esetén. A különböző optikai modellek elemzésével módszert dolgozott ki az összetett rétegszerkezetű filmek egyes komponens rétegeinek a meghatározására. A munka eredményei a téma szempontjából jelentősek és további kutatásokat inspirálnak az adott területen.

3. Új tudományos eredmények

A szerző az új eredményeit 7 tézispontban foglalja össze. A tézispontokban megfogalmazott eredményeket új tudományos eredménynek ismerem el. A tézispontokat elfogadom, kivéve az 1., a 2.B és a 6. pontokat. Az 1. tézispontnál javasolom az „*elsőként*” rész elhagyását, mert nehezen ellenőrizhető. A 2.B pontnál a 2.11.megjegyzés figyelembe vételét. A 6. tézisponthoz kapcsolódóan a dolgozatban bemutatott eredményeket nem tartom elegendőnek ahhoz, hogy önálló tézispontot képezzen. Megállapítható, hogy Lohner Tivadar jelentős új tudományos eredményeket ért el, ezért a nyilvános vita kitűzését és a doktori mű elfogadását javasolom.

Budapest, 2012.nov.29.

Koós Margit
az MTA doktora