



**Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem**  
Villamosmérnöki és Informatikai Kar  
Elektronikus Eszközök Tanszéke



**MTA Természettudományi Kutatóközpont**  
Műszaki Fizikai- és Anyagtudományi Intézet

**Horváth Ágoston Csaba**

# **Bioelektród felületek nanostruktúrálása fekete-szilícium alapréteg felhasználásával**

Témavezető:

**Dr. Fekete Zoltán**

MTA TTK MFA

Konzulens:

**Juhász László**

BME EET

Budapest, 2013.

## Tartalomjegyzék

1	Bevezető.....	3
	Abstract .....	3
2	Elméleti áttekintés.....	4
2.1	Elektrodfelület növelésének jelentősége bioérzékelők esetén.....	4
2.2	Fekete-Si készítésének technológiai megoldásai.....	5
2.3	Fekete-Si képződési mechanizmusa Si szárazmarása esetén .....	7
2.4	Fekete-Si alkalmazási lehetőségei .....	7
3	Módszerek.....	8
3.1	Kísérleti terv .....	8
3.2	Mintakészítés .....	9
3.2.1	Poli-szilícium vékonyréteg leválasztása LPCVD módszerrel.....	9
3.2.2	Szilícium mély reaktív ionmarása .....	9
3.3	Rétegvizsgálat.....	9
3.3.1	Pásztázó elektronmikroszkópia (SEM) .....	9
3.3.2	Ciklikus voltammetria (CV).....	10
3.3.3	Elektrokémiai impedancia spektroszkópia (EIS) .....	12
3.3.4	Atomerő mikroszkópia (AFM).....	13
3.3.5	Röntgendiffrakció (XRD) .....	14
3.3.6	Képfeldolgozás.....	14
4	Eredmények .....	15
4.1	Marási paraméterek hatása .....	15
4.1.1	Hőmérséklet .....	15
4.1.2	RF teljesítmény .....	17
4.1.3	O <sub>2</sub> gázáram .....	19
4.2	Loading hatása .....	22
4.2.1	Microloading .....	22
4.2.2	Macroloading .....	22
4.3	Szemcsézettség hatása .....	23
4.4	Impedancia.....	26
5	Jövőbeni tervek .....	28
6	Összefoglaló.....	28
7	Irodalomjegyzék .....	29

8	Ábrajegyzék .....	31
9	Köszönetnyilvánítás .....	32

## 1 Bevezető

Az idegszövetbe ültetett ún. agyi elektródák körül – mint minden a szervezetbe jutó idegen test körül – intenzív immunrendszerbeli választ lehet megfigyelni. Az izolálást végző sejtek azért szaporodnak el, hogy minél hamarabb megszabaduljanak az idegen testtől, vagy legalábbis a jelenlétének tulajdonítható káros hatásoktól. Ez a folyamat idővel az elektróda jelezetetését is lényegesen lerontja. Egy lehetséges megoldást jelenthet a problémára a beültetett tárgy felületének nanoméreteken történő megmunkálása. Az utóbbi években biztató kísérleti eredmények születtek arra vonatkozóan, hogy amennyiben a beültetett biointerfész felülete nem mikroszkópikus simaságú, hanem az ún. extracelluláris mátrix nagyságrendjébe eső méreteken barázdált, akkor a jelezetetés szempontjából hátrányos immunválasz lényegesen kisebb mértékű lesz. A nanostruktúrálás a jel-zaj viszony szempontjából is további kedvező hatással járhat, hiszen az érzékelő kontaktusok fajlagos felületének növelésére is lehetőséget ad.

Mivel a szélesebb körben alkalmazott agyi elektródák hordozó anyaga szilícium, ezért célszerű az eszköz technológiai sorába illeszthető nanostruktúrálási műveleti lehetőségek kutatása. Egy lehetséges megmunkálási mód a szilícium kriogén hőmérsékleten végzett mély reaktív ionmarásával előállítható ún. fekete-szilícium alkalmazása, melynek részletesebb vizsgálatára a Magyar Tudományos Akadémia Természettudományi Kutatóközpontjának Műszaki Fizikai- és Anyagtudományi Intézetében nyílt lehetőségem. Szilícium-dioxid felületre leválasztott polikristályos szilícium vékonyréteg marása során arra kerestem a választ, hogy milyen hatással lehet a kontaktusfelület végső morfológiájára a maráshoz használt vákuumkamra kriogén hőmérséklete, a kamrába engedett marógázok aránya ( $\text{SF}_6$ ,  $\text{O}_2$ ) és a plazma RF teljesítménye. A kísérletek során megvizsgáltam továbbá, hogy a szilícium mintázat (loading) és a polikristályos szilícium szemcseszerkezete miként befolyásolhatja az eredményeket. A morfológiai vizsgálatokat pásztázó elektronmikroszkópos (SEM), pásztázó atomerő-mikroszkópos (AFM) és röntgendiffrakciós (XRD) felvételek elemzésével végeztem el. A polikristályos alaprétgre porlasztott platinaréteget leválasztva alkalmam volt, az így elkészült kontaktus elektrokémiai jellemzésére, melyet ciklikus voltammetriával és impedancia spektroszkópiával vizsgáltam meg.

Amennyiben a vizsgált technológiát integráljuk az agyi elektródák megmunkálási folyamatába, jelentősen javulhat a krónikus beültetések jelezetelési hatékonysága, továbbá a kinyert elektrofiziológiai paraméterek hosszabb távú vizsgálhatósága mellett, a szabadon mozgó kísérletekhez feláldozott állatmodellek száma is csökkenhet.

### Abstract

Brain tissue responses to chronically implanted neural microelectrodes by insulating the probe itself from the biological system due to the inevitable action of glial cells. Such cell proliferation inherently causes reduced recording capabilities, however, surface

nanostructuring of recording sites can significantly improve signal-yield in case the extracellular matrix is mimicked. Several experimental results in literature proves that not only the immune response can be reduced, but signal-to-noise ratio can be also increased since specific surface of the recording sites is changed beneficially.

Commonly used microelectrodes are fabricated from silicon, which implies that a nanostructuring method compatible with silicon technology is preferred. The so-called black silicon, which can be realized by deep reactive ion etching at cryogenic temperature, is a promising candidate. In my study, I had the opportunity to work on this topic in the Institute for Technical Physics and Materials Science, RCNS, HAS. The main goal of my work was to determine the effect of the cryogenic temperature of the vacuum chamber, the rate of etching gases ( $\text{SF}_6$ ,  $\text{O}_2$ ) and the RF power of the plasma on the resulting surface morphology. My manuscript also contains in-depth investigation on loading and on the grain structure of the polycrystalline silicon film. The morphological investigation is supported by scanning electron microscopy (SEM), atomic force microscopy (AFM) and X-ray diffraction (XRD) analysis. Cyclic voltammetry and electrochemical impedance spectroscopy of black silicon layers covered by sputtered platinum thin film is applied and evaluated to reveal surface enhancement and resulting electrochemical properties provided by the proposed method.

Besides the improvement in recording quality of the electrophysiological measurements, the number of sacrificed animals can also be limited as the long-term stability of the implanted electrodes in chronic recording sessions may be inherently improved.

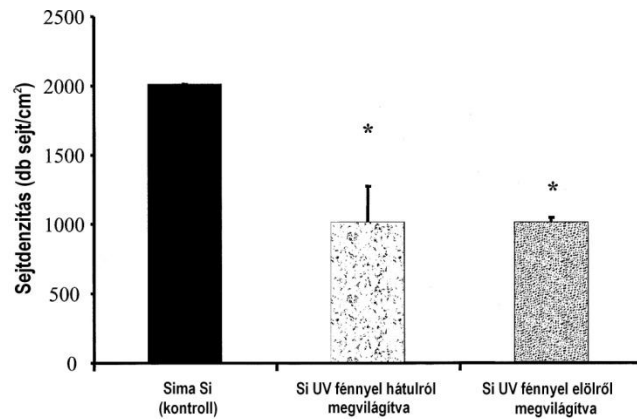
## 2 Elméleti áttekintés

### 2.1 Elektródfelület növelésének jelentősége bioérzékelők esetén

Idegszövetbe ültetett, a szokásos,  $\text{M}\Omega$  nagyságrendű impedanciájú elektródával többnyire egy vagy több idegsejt tüzelését (SUA/MUA) lehet felvenni. Az agykutatók számára ugyanilyen fontos lokális mezőpotenciál (LFP) regisztrálásához lényegesen kisebb impedanciájú eszközre van szükség, mivel mind a jel frekvenciája, mind annak amplitúdója ezt követeli meg. Az idegszövet nedves környezetével a beültetett eszköz kapacitív kapcsolatban áll. Ezért egy lehetséges fejlesztést jelenthet a jelérzékelés szempontjából, ha megnöveljük az elektróda felületét, hiszen ismert összefüggés a kapacitás és annak impedanciája között fennálló fordított arányosság.

Egy másik jelenség, amely gyengíti az elvezethető jelek erősségét a kísérleti állat immunrendszerének természetes válasza az idegen test jelenlétére (gliózis). Közvetlenül a mechanikai sérülést követően a gyulladási folyamatok dominálnak: elpusztult sejtek, szövettörmelék, vér eltávolítása (intenzív fagocitózis). Ebben az ún. mikroglia játszanak fontos szerepet. A szövet gyógyulása az asztroglia sejtek rohamos szaporodásával (asztrogliaózis) folytatódik. Ezek a sejtek ilyenkor nagyobbak az átlagos méretüeknél, és több nyúlványt növesztenek, különösen a sérült terület köré [1]. A gliasejtek szerepe az egészséges idegszövetben is az idegsejtek (neuron) táplálása és az információt elektromos úton továbbító idegsejt nyúlványok (axon) villamos szigetelése, ezért nem meglepő, hogy a gliális heg képződésekor az elvezethető jel erőssége romlik.

Egyesült államokbeli kutatások eredményeiből arra következtettek, hogy a gliózis mértéke függ a beültetett elektróda felületi minőségétől. New York-i kutatók azt tapasztalták, hogy 230 nm átlagmagasságú,  $137 \pm 22$  db/ $\mu\text{m}^2$  sűrűségű nanostruktúrált fekete-szilícium (b-Si) felületre az asztroglia sejtek gyengén tapadtak ki [2]. Az 1. ábrán philadelphiai kutatók statisztikája látható asztroglia sejtek in vitro szaporodásának felületfüggéséről.



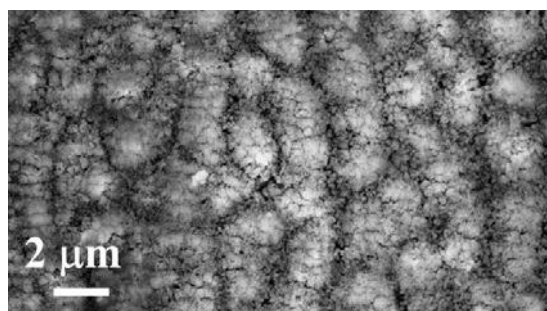
1. ábra: asztroglia sejtdenzitás pórusos Si felület esetén [3]

Detroiti kutatók arra az eredményre jutottak, hogy patkány embriók idegsejtjei 64 nm-es átlagos felületi nanostruktúráltság mellett tapadtak ki a legjobban. A teljesen sima és az ennél durvább ( $\geq 204$  nm) felületek negatív hatással voltak az idegsejtek kitapadására [4].

Összességében tehát, elmondható, hogy az agyi elektródák nanoméretekben történő felületi megmunkálásának komoly szerepe van a biológiai kísérletek sikerességében. A megnövelt érzékelő felület már az akut kísérletek során is lehetővé teszi gyengébb jelek felvételét. Ugyanakkor létezik a felület morfológiájának olyan mérettartománya, amely kihasználva az idegsejtek és a gliasejtek kitapadási hajlandósága közötti különbségeket lehetővé teszi az elektródák hosszú távú, hibátlan használatát.

## 2.2 Fekete-Si készítésének technológiai megoldásai

Egyik lehetséges módszer szerint [5] titán-zafír lézerrel<sup>1</sup> 100  $\mu\text{m}$ -enként 55  $\mu\text{m}$  mély barázdákat vájtak Si<sup>2</sup> felületbe (2. ábra). A mintázat mechanikai hatásokkal (törölgetés) valamint metanos és acetonos tisztítással szemben tartósnak bizonyult.

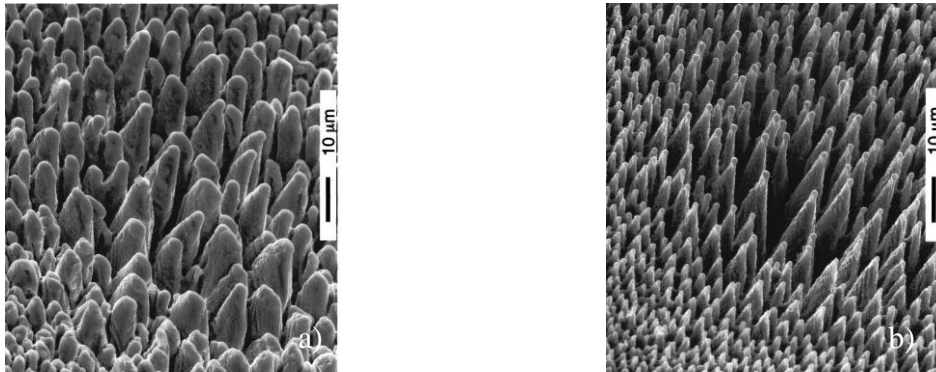


2. ábra: Ti:zafír lézerrel vájt b-Si mintázat [5]

1 A lézersugár tulajdonságai: 800 nm hullámhossz, 100  $\mu\text{m}$  Gauss-profilú folt átmérő, 6,1 J/cm<sup>2</sup> energia, 500 Hz-enként 65 fs-os pulzus ismétlés.

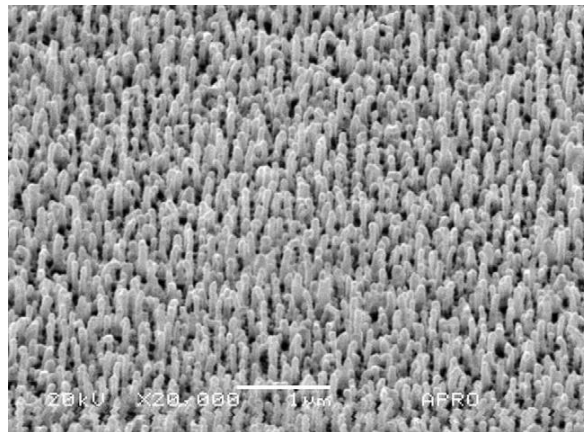
2 (1 1 0) egykristályos, foszforral adalékolt, 1–30  $\Omega\text{cm}$

Szintén titán-zafír lézerrel<sup>3</sup> dolgoztak a Harvard egyetemen [6]. Vákuumkamrában világították meg a Si<sup>4</sup> felületet maszkolás nélkül. 500 Torr nyomásig különböző gáz töltettel kísérleteztek, és mindegyik esetben kaptak b-Si felszíninformákat. Vákuumban<sup>5</sup>, N<sub>2</sub> és He gáz közegben egyenetlen dombok, SF<sub>6</sub> és Cl<sub>2</sub> atmoszférában 40 μm magas, 6-10 μm<sup>2</sup> alapterületű, 1,5 μm átmérőjű golyóban végződő, sima felületű kúpok keletkeztek (ld. 3. ábra). Az eljárás érdekessége e kúpok felületi sűrűségének egyenetlensége. Tapasztalataik alapján a kúpok iránya független a nehézségi gyorsulás irányától, független a szubsztrát adalékoltságától, a megvilágítás irányát követi.



3. ábra: b-Si mintázat Ti:zafír lézerrel: a) vákuumban; b) SF<sub>6</sub> atmoszférában [6]

Dél-Koreában vízhűtéses reaktív ionmaró kamrában kén-hexafluorid és oxigén gáz atmoszférával állítottak elő fekete-szilícium felületet p-típusú egykristályos szeleten (4. ábra). A kamra nyomását 143-302 mTorr között tartották a reakció gázok arányának (SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub>) 0,5-4,3 közötti értékei mellett. Kísérleteik során 100 W RF teljesítménnyel 5-20 percen át martak [7].



4. ábra: b-Si mintázat egykristályos mintán: SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> = 2,8; t = 5 min [7]

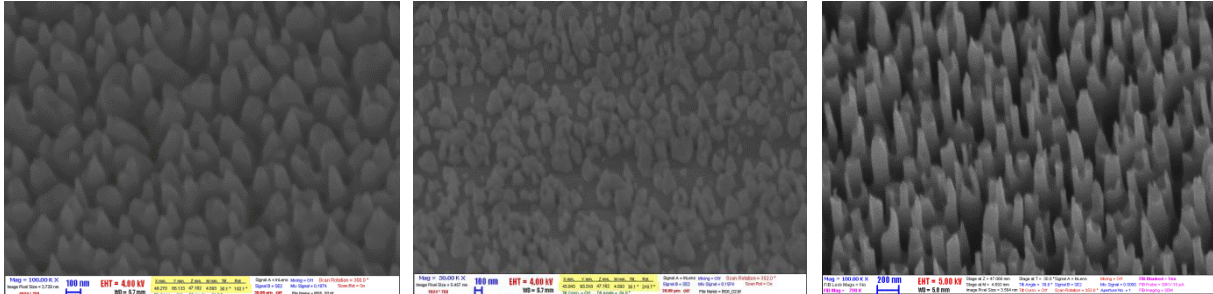
Az intézetben egy Oxford Plasmalab 100 típusú mély reaktív ionmaró kamrát használtunk. A 40 mTorr vákuumra csökkentett nyomású munkatérbe SF<sub>6</sub> és O<sub>2</sub> gázokat engedtünk be. A mintatartó hőmérsékletét cseppfolyós N<sub>2</sub> tartja -100 °C környékén.

3 A lézersugár tulajdonságai: 800 nm hullámhossz, 200 μm Gauss-profilú folt átmérő, 10 kJ/m<sup>2</sup> energia, 100 fs-os pulzus hossz.

4 (1 0 0) egykristályos, arzénal adalékoltt, 5·10<sup>-5</sup> Ωm

5 A vákuumtér nyomása kevesebb, mint 10<sup>-4</sup> Torr

Szakirodalmi adatok szerint  $-130\text{ }^{\circ}\text{C}$ -nál magasabb hőmérsékletet kell tartani, különben  $\text{SF}_6$  gáz kicsapódik a felületre, és a kör alakú mintázat szögletesedik, mert a kristálytani irányok mentén folytatódik tovább a marás [8]. Ez a szárazmarási technológia a Si kívánt mérettartománybeli anizotróp maródását eredményezi. Jellemző b-Si felületeket mutat az 5. ábra.



5. ábra: MFA laboratóriumában különböző beállítások mellett készített b-Si felületek

## 2.3 Fekete-Si képződési mechanizmusa Si szárazmarása esetén

A marás inkább kémiai jellegű és a fizikai ionbombázás kevésbé befolyásolja [9]. A vákuumtérbe eresztett  $\text{SF}_6$  és  $\text{O}_2$  gázok ellentétes hatást fejtenek ki.  $\text{F}^*$  gyökök marják a Si-t és illékony  $\text{SiF}_4$ -ként távoznak. A füves mezőre hasonlító felület, vagyis a véletlenszerűen eloszló mikromaszkoló hibahelyek a plazmában keletkező szilícium-oxid pornak köszönhetőek [10]. E por akkor alakul ki, amikor az oxigén és a  $\text{SiF}_4$  találkozik a plazmában. Visszahullva a felületre helyenként egy-egy pontszerű maszkot képez a Si marása ellen. Közben folytatódik  $\text{F}^*$  gyökök marása, és a mikromaszkoló által fedett részek kezdenek kiemelkedni a felületből. Ez apró kiemelkedések falára  $\text{O}^*$  gyökök szilícium-oxifluorid ( $\text{SiO}_x\text{F}_y$ ) passzíváló réteget képeznek. Ezt kis mértékben tudják marni  $\text{SF}_x^+$  gyökök  $\text{SO}_x\text{F}_y$  gázok formájában [11]. A végső morfológia függ a gázok arányától, a plazma RF teljesítményétől és a hőmérséklettől.

## 2.4 Fekete-Si alkalmazási lehetőségei

A szakirodalomban leggyakrabban napelemek antireflexiós rétegeként kívánják felhasználni a fekete-szilíciumot. Ez elsősorban kézenfekvőnek tűnik, hiszen a nevét is onnan kapta, hogy nem veri vissza a fényt. Kínai szerzők cikkében azonban azt olvastam, hogy annak ellenére, hogy a napfény spektrumának 95%-át elnyeli, a rekombináció oly mértékben megnöveli a fekete-szilíciumban, hogy a napelem eredő hatásfoka csökken [12].

Egy másik, meglepő alkalmazási terület a mechanikai rögzítés. A németországi Ilmenau műszaki egyetemén  $1 \times 1\text{ cm}^2$ -es, fekete-szilíciummal borított chipet 5 kN erővel nyomtak össze [13]. Ezután a rideg anyagok élettartam vizsgálatához hasonló módszerrel húzási tesztekre vetették alá a mintákat. Kísérleteik eredményeképpen azt állítják, hogy 90%-os valószínűséggel garantálható, hogy  $110\text{ N/cm}^2$  (1,1 MPa) erő tartja össze a két szeletet. Az összekötést még azzal minősítették, hogy  $70\text{--}85\text{ mm}^2$ -es felületek közé  $100\text{ kPa}$  (1 bar) nyomással levegőt pumpáltak. A rendszer szivárgása 2 ml/perc volt. Ugyanez a szivárgás folyadékra nézve megközelítette a zérust, mert a kapilláris erők elzárták a maradék hézagokat, szorosabbra zárva az illeszkedést. Így adott a lehetőség e módszer felhasználásával arra, hogy mikrofluidikai célokra úgy készítsék el a mintázatot, hogy azt két félből illesztik össze.

Vizsgálták azt is, hogy 11 szétválasztási és újra összenyomási ciklus után már nem maradt együtt a két szelet, mert az apró Si tüskék a folyamat során teljesen elmorzsolódtak.

A Freiburgi Egyetemen azt tapasztalták, hogy bizonyos fekete-Si felületi érdesség és speciális polimer bevonat mellett ún. szuperhidrofób, önszáradásra képes a felület, azaz a vízcseppek egyszerűen összeugranak gömb alakúvá a felületen és nem nedvesítik azt [14].

A nagy oldalarányú (high aspect ratio) MEMS alkatrészek megvalósításakor a megfelelő paraméterek beállításához egy kedvelt módszer, hogy először a b-Si felület megjelenését érik el [8], majd a többi paraméteren nem változtatva  $\text{CHF}_3$  gázt engednek a munkatérbe [11].

Korábban már bebizonyították, hogy az érzékelő felület nanostruktúráltága sejtek kitapadására jelentős hatással van [2], [3]. Jelen kutatás célja, hogy az intézetben jól bevált agyi elektróda érzékelő kontaktusainak felületét a fekete-Si technológiával megnöveljük. Ettől a jel-zaj viszony javulását és az elektróda nagyobb mértékű biokompatibilitását, krónikus beültetésre alkalmazhatóságát várjuk.

### 3 Módszerek

#### 3.1 Kísérleti terv

Három különböző szemcseszerkezetű szilíciumot munkáltunk meg. Egykristályos és két különböző hőmérsékleten, 610 ill. 630 °C-on leválasztott poli-Si rétegeken dolgoztunk. A továbbiakban poli-Si „A” néven a 610 °C-on, poli-Si „B” néven pedig a 630 °C-on leválasztott rétegre fogok hivatkozni. Az egykristályosra pedig a c-Si rövidítést használom. A szemcsészettség morfológiát befolyásoló hatása mellett vizsgáltuk még a kamrába engedett gázok arányának, a minta hőmérsékletének és az induktívan csatolt plazma RF teljesítményének hatását is. Tónusfordított maszk mintázattal mart szeletek pedig a loading hatásáról szolgáltatottak információt. A loading a szabad és a maszkolt felületek arányát jellemzi. A kísérletben használt paramétereket az 1. táblázat foglalja össze.

	O <sub>2</sub> (sccm)	SF <sub>6</sub> (sccm)	SF <sub>6</sub> /O <sub>2</sub> arány	Idő (min)	T (°C)	RF (W)	ICP (W)	loading (%)
Egykristályos (c-Si)	10-15	40	2,67-4	1	-110 -100 -90	2-3	700	10
610 °C-os poli (poli-Si „A”)	10-15	40	2,67-4	1	-110 -100 -90	2-3	700	10
630 °C-os poli (poli-Si „B”)	10-15- 20	40	2-2,67- 4	1	-110 -100 -90	1-2-3	700	10-90

1. táblázat: A kísérleteink során alkalmazott paraméterek.



## 3.2 Mintakészítés

### 3.2.1 Poli-szilícium vékonyréteg leválasztása LPCVD módszerrel

Egykristályos (100) orientációjú 5-10  $\Omega\text{cm}$  ellenállású szilícium szeletekre nedves oxidációval 100 ill. 500 nm vastagságú  $\text{SiO}_2$  réteget növesztettünk. Erre a szigetelő rétegre választottunk le 1  $\mu\text{m}$  polikristályos Si vékonyréteget Tempress LPCVD berendezéssel. Két különböző hőmérsékleten is dolgoztunk: 100 nm-es oxidra 610 °C-on, 500 nm-es oxidra 630 °C-on növesztettük a poli-Si-t. A két különböző leválasztási hőmérséklet eltérő szemcseszerkezetet eredményez, így vizsgálható a kristályos összetétel hatása is. A leválasztási folyamat úgy zajlik, hogy a T hőmérsékletű, 250 mTorr nyomásra szabályozott vákuumkamrába 250 sccm térfogatárammal szilán ( $\text{SiH}_4$ ) gázt engedünk be. A termolízis következtében a szubsztráttal találkozáskor a szilán gázból szilárd Si válik le és a maradék  $\text{H}_2$  gáz eltávozik. Ebben a hőmérséklet-tartományban a rétegnövekedés kémiai reakció kontrollált [15]. Ilyenkor reakció csak a felületen történik. Ha nem csak a felületen történne, akkor a hópiheszerűen lehulló Si-részecskék miatt laza szerkezetű réteget kapnánk, amely tele van hibahelyekkel és nem reprodukálható [16]. A légkörinél alacsonyabb nyomásra a réteg tisztasága miatt van szükség. Ekkor nagyobb a szilán molekulák átlagos szabad úthossza.

### 3.2.2 Szilícium mély reaktív ionmarása

A megfelelően előkészített szeletek nanostruktúrálását Oxford Plasmalab 100 típusú mély reaktív ionmaró kamrában végeztük. Kriogén hőmérsékleten a marás kémiai komponense kevésbé domináns [8], emiatt a marás inkább anizotróp jellegű. A mintatartót cseppfolyós nitrogénnel hűtöttük, és  $-110$ ,  $-100$  és  $-90$  °C-os hőmérsékletet értünk el. A munkatérben 40 mTorr nyomást állítottunk be, majd előzetesen 60 percig  $\text{O}_2$  plazmával tisztítottuk. Végül 1 percig az adott marási paraméterekkel prekondicionáltuk a kamrát. Ezután tettük be zsilipen keresztül a szeletet. A szeletekre előzetesen felvitt fotorezisztet litográfiai technikákkal mintáztuk meg, így alakítva ki meghatározott nagyságú szabad polikristályos Si felületeket. A loading értékét a maszkmintázat alapján számítottuk ki. A loading a szabad és a maszkolt felületek arányát jellemzi. Az összes kísérlet folyamán 40 sccm állandó értékű volt a Si-maró  $\text{SF}_6$  gáz áramlási sebessége. Ehhez engedtünk hozzá  $\text{O}_2$ -t, 10, 15 és 20 sccm mennyiségben. 700 W-os induktívan csatolt plazmában 1 percig tartott egy-egy marási ciklus. Az egyes sorozatok különböztek még az RF teljesítményben, ezt 1, 2 és 3 W között változtattuk.

## 3.3 Rétegvizsgálat

### 3.3.1 Pásztázó elektronmikroszkópia (SEM)

Szekunder elektron detektáláson alapuló felvételeket készítettünk egy LEO 1540-es téremissziós elektronmikroszkóppal. Azért választottuk ezt az optikai mikroszkópiával szemben, mert azzal legfeljebb 2000-szeres nagyítás érhető el, esetünkben viszont szükség volt a sok tízezerszeres nagyítási lehetőségére is.

A vizsgált területet  $\text{keV}^6$  nagyságrendű energiájú elektronnyalábbal besugározzuk, ez kölcsönhatásba lép a mintával, majd a különböző tulajdonságú keletkezett részecskéket – az

---

<sup>6</sup> 1 kiloelektronvolt =  $1,6 \cdot 10^{-16}$  J

eszköz típusától függően – felhasználjuk emberileg látható kép alkotására. Az említett szekunder elektronok a minta nyaláb felőli oldalán, 1-10 nm mélységben keletkeznek úgy, hogy a beeső  $e^-$ -sugár kilök egy-egy gyengén kötött, külső pályán elhelyezkedő elektront a minta atomjairól. Ezeket az elektronokat egy detektor összegyűjti és jelerősítőn keresztül továbbítja a képernyő elektronika felé. A teljes kép úgy áll össze, hogy a besugárzó  $e^-$ -nyaláb pontról pontra végigpásztázza a vizsgálandó területet, miközben ezzel szinkronban a képalkotó elektronika is pontról pontra megjeleníti a megfelelő információt.

A szekunder elektron érzékelésén alapuló képalkotás során a hely szerinti felbontást az  $e^-$ -nyaláb mintán megjelenő mérete és a nyaláb–minta kölcsönhatási térfogat határozza meg. Mivel a szekunder elektronok kölcsönhatási térfogata a legkisebb, ezért segítségükkel érhető el a SEM-ek legfinomabb laterális felbontása, de még ez is nagyobb, mint az atomi méretek; akkora felbontáshoz más eszközre van szükség. A nagyítást geometriai viszonyok határozzák meg: hányszor nagyobb a képernyő a nyaláb által a mintán befutott területnél. Fontos jellemző még a mélységélesség, amely fordítottan arányos a nagyítással [17].

Kísérletezésünk során felülnézeti képek és töretek oldalnézeti felvételeihez használtunk SEM-et. A b-Si felület morfológiájának jellemzéséhez a felületi hibahelyek sűrűségét, az apró Si-csúcsok alakját, és vertikális méreteit kívántuk megállapítani a SEM képek segítségével. Azért, hogy több képi információhoz jussunk, a felülnézeti képeket  $30^\circ$ -os, az oldalnézeti képeket  $10^\circ$ -os látószög alatt készítettük. Ugyanekkora látószögből készült felvételeket elemzett Ivan Talian és munkatársai [18]. A beeső  $e^-$ -sugár energiája 4–5 keV között változott. Felvételeinket a mintatartóhoz rögzítő vezető szénszalag közelében készítettük, hogy a csúcsokban végződő felületnél hangsúlyosabban jelentkező töltődés képminőség rontó hatását minél jobban elkerülhessük. Egy adott területről több különböző, 30 000, 50 000 és 100 000-szeres nagyítású felvételt készítettünk.

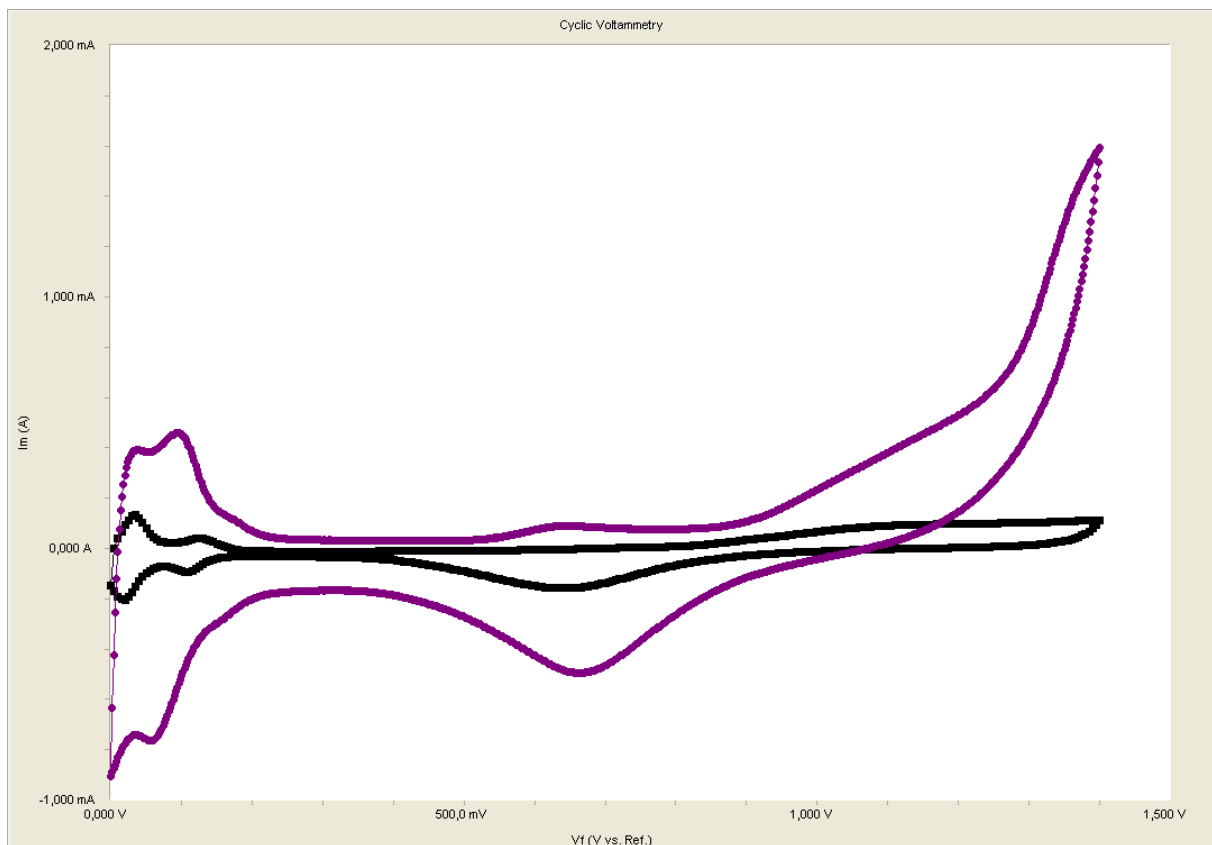
### 3.3.2 Ciklikus voltammetria (CV)

Három-elektrodos elektrokémiai mérési eljárás. Sematikus rajza a 7. ábrán látható. A 6. ábrán egy ciklikus voltammogram látható. A bemeneti gerjesztő jel egy feszültség fűrészel, melynek fel- és lefutási meredeksége jellemzi a mérést, és a mérendő rendszer követelményei szerint (pl. milyen anyagból készült elektródát mérünk) kell beállítani. A vízszintes tengelyen az előre beállított vizsgálati feszültség tartományt ábrázoljuk. A függőleges tengelyen áramértékeket ábrázolunk. A lokális áram csúcserkékek egyenes arányosságban vannak az elektróda vezető felületének nagyságával. Ezért használtam ciklikus voltammetriát a fekete-Si marás fajlagos felületnövelésének kimutatásához.

Az áramjel előjeléből a folyamat anódos ill. katódos jellege következik. Tekintsük először az anódos folyamatra jellemző részeket. A 0 – 250 mV tartományban két, jól elkülöníthető csúcs jelenik meg. Ezek a felületen adszorbeálódott hidrogén oxidációjának jelei [19]. A hidrogén a feltételezések szerint itt főként atomos, kemisorbeált formában van jelen, hiszen a Pt atomosan köti meg a hidrogént (Pt-H). Ez a terület sokszor csak UPD H néven hivatkozott, ami az underpotential deposited hydrogen rövidítéséből ered. Magyarul előleválási szakasznak nevezzük. Előleválásnak vagy adatomos leválásnak nevezzük azt a jelenséget, amikor az illető anyag a leválási potenciáljánál pozitívabb potenciálon adszorbeálódik más anyagú elektród felületén. Negatív feszültség tartományban ( $U < -0,24$  V)  $H_2$  gáz fejlődés

indul meg, ez indokolja a mérési feszültségtartomány beállítását. Az adszorbeált hidrogén oxidációjára jellemző két csúcs után egy kisáramú, az abszcisszával párhuzamos szakasz következik, amely az ún. elektrokémiai kettősréteg-tartomány. Nekem a felületnövekedés kimutatásához elegendő volt e két szakasz vizsgálata.

Az Intézetben Gamry Reference 600 típusú potenciosztáttal dolgoztam. Az elektrolit közege kísérletem során kénsav (0,5 mol H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) volt. A konstans potenciálon lévő referencia elektróda egy Radelkis Ag/AgCl elektród volt, míg ellenelektrodának egy 10 cm hosszú, 1 mm átmérőjű Pt huzalt használtam. A referencia elektróda használaton kívül 3 mol KCl-ben van tárolva, hogy az állandó potenciálja biztosítva legyen. Sem a referencia, sem pedig az ellenelektroda nem használható fel másik méréshez – különösen nem klórral kapcsolatos méréshez (pl. sós víz közeg) –, mert a kloridionok nagyon jól adszorbeálódnak a platina felületén. Kötődésük olyan erős, hogy – legalábbis részlegesen – még a hidrogén atomokat is kiszorítják a felületről. A kloridionok adszorpciója hatással van a platina oxidációjára is. A kettősréteg-tartomány hosszabb lesz, mert az adszorbeálódó kloridionok mind az oxidkiépülést, mind a hidrogénadszorpciót gátolják. A munkaelektrodra kapcsoltam minden mérési ciklusban az egyes mintákat. Minden minta 0,5 cm oldalhosszúságú és 100 nm porlasztott platina vékonyréteggel borított. Minden egyes mérés során 10 ciklust futtattam 2 mV-os lépésközzel, 500 mV/s -os gerjesztő fűrészel mellett 0–1,4 V tartományban.



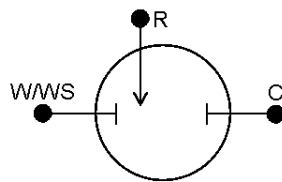
6. ábra: Pt-val fedett elektródák CV görbéje (fekete: referencia; lila: BS24)

A fajlagos felületnövekedést az előleválási szakasz alatti területek integráljainak összehasonlításából lehet nyomon követni. A 6. ábrán az látszik, hogy a referenciának használt sima (azaz nem nanostruktúrált), de porlasztott Pt-val fedett, és a b-Si technológiával

nanostruktúrált, ugyancsak Pt-val fedett elektródák CV görbéi között az előleválási szakaszon mekkora a különbség. Ez a tapasztalat biztató arra nézve, hogy sikerülhet az agyi jelelvezetés szempontjából oly kedvező, a korábbinál kisebb impedanciájú kontaktust előállítani a b-Si technológia alkalmazásának felhasználásával. Ezt az eredményt árnyalhatja a következő fejezetben ismertetett elektrokémiai impedancia spektroszkópia.

### 3.3.3 Elektrokémiai impedancia spektroszkópia (EIS)

Három-elektrodos elektrokémiai mérési eljárás. Sematikus rajza a 7. ábrán látható. A mérés során az állandó potenciálon levő referencia elektróda (R) és a mérendő, ún. munkaelektroda (W/WS) közötti feszültség hatására töltésvándorlás indul el, s ez a munka- és az ellenelektroda (C) közötti áram megmérhető. Az áramerősség, azaz a mozgó töltéshordozók száma függ az elektródák felületétől. A mérés során kapott eredményt általában úgy elemzik, hogy megkeresik a vizsgált rendszer ideális áramköri elemekből álló, koncentrált paraméterű helyettesítő képét.



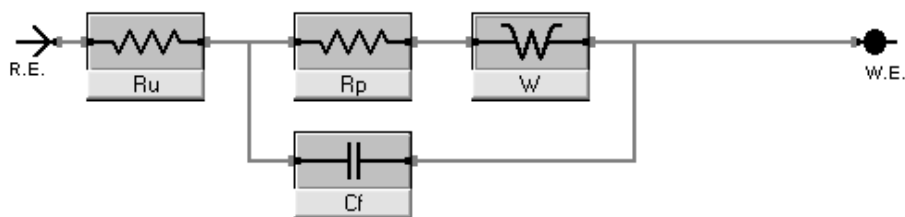
7. ábra: a három-elektrodos elrendezés sematikus rajza [20]

Mivel a valóságban nem létezik tökéletesen lineáris rendszer, ezért akkora bemenő jel tartományon mérünk, hogy a vizsgált rendszer viselkedése lineárisnak legyen tekinthető. Általában szinuszos gerjesztő feszültséget alkalmaznak a mérések során, aminek következtében nem feltétlenül szinuszos, de periodikusan változó áram válaszjel adódik. Az AC mérésnek az is előnye, hogy az ellentétes előjelű periódusokban ellenkező kémiai folyamatok zajlanak.

Az Intézetben Gamry Reference 600 típusú potenciosztáttal dolgoztam. Az elektrolit közege kísérletünk során Ringer oldat volt. A konstans potenciálon lévő referencia elektróda egy Radelkis Ag/AgCl elektród volt, míg ellenelektrodának egy 10 cm hosszú, 1 mm átmérőjű Pt huzalt használtam. A munkaelektrodra kapcsoltam minden mérési ciklusban az egyes mintákat. Minden minta 0,5 cm oldalhosszúságú és 100 nm porlasztott platina vékonyréteggel borított. Összesen 15 db mintát hasonlítottam össze EIS méréssel: egy sima Pt-val fedett Si mintát és 14 különböző marási paraméterekkel előállított Pt-val fedett b-Si felületű mintát, hogy megállapítsam, mely marási paraméterek eredményezik a legjobb villamos tulajdonságú felületet. Az EIS mérésből a felületnövekedésre is lehet következtetni.

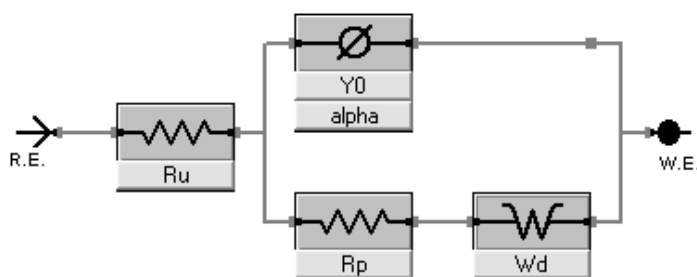
Az EIS mérés szokásos kiértékelési módja az elektród-elrendezés koncentrált paraméterű áramköri helyettesítőképének megállapítása. A legnépszerűbb modell a Randles helyettesítőkép, amely egyszerűsége ellenére általában megfelelő pontossággal használható. Az alacsonyabb mérőfrekvenciákon kapott pontok értelmezéséhez az ún. Warburg impedanciát is figyelembe kell venni. Az így adódó egyik lehetséges helyettesítőképet mutatja a 8. ábra. Tartalmaz egy oldat soros ellenállást ( $R_u$ ), egy elektromos kettősréteg kapacitást

( $C_f$ ), egy töltés transzfer / penetrációs / kémiai polarizációs ellenállást ( $R_p$ ) és az említett Warburg impedanciát ( $W$ ).



8. ábra: Randles helyettesítőkép Warburg impedanciával

Még egy további dologgal szokták pontosabbá tenni a helyettesítő képet a Warburg impedancia figyelembevételén kívül. A kettősréteg kapacitás nem egy tökéletes kapacitás, ugyanis az elektródoknak is van inhomogenitása, pl. a felületi érdessége és az oldatnak is van inhomogenitása, és a fázistolás értéke is kisebb mint  $90^\circ$ , ezért a nagyon precíz számításokhoz a kapacitás helyére egy ún. konstans fázisú elemet (CPE – Constant Phase Element) szokás az áramköri modellbe beilleszteni az olyan elektrokémiai kiértékelő szoftverekben, melyek a felhasználó által definiált egyedi helyettesítőképekkel is tudnak számolni [21]. Az Intézetben elérhető Gamry Echem Analyst 6.02 szoftver erre lehetőséget nyújtott. A pontosabb modellel szolgáló, másik helyettesítőkép a 9. ábrán látható.



9. ábra: CPE-t és Warburg impedanciát tartalmazó Randles helyettesítőkép

### 3.3.4 Atomerő mikroszkópia (AFM)

A két különböző, 610, ill. 630 °C-on leválasztott poli-Si vékonyrétegek szemcseszerkezetének különbségét kívántuk vizsgálni AFM-mel.

Az AFM képalkotása is letapogatáson alapul. Rugalmas lapka végén igen hegyes, ideális esetben egyetlen atomban végződő tű helyezkedik el. Típustól függően vagy a mintát vagy ezt a tűt tartó lehet a tér három irányába mozgatni. A képalkotó elektronika a tűtartó felületéről visszaverődő lézersugár kitéréséből vagy az elmozdulást érzékelő piezoelektromos detektor jeleiből következtet a vizsgált felület topográfiájára. Létezik kontakt és non-kontakt üzemmódja. Kontakt esetben a Van der Waals típusú erők közül a taszító erő dominál. Visszacsatoló elektronika segítségével ezt az erőt állandó értéken tartva történik a letapogatáson alapuló képalkotás. Non-kontakt üzemmódban távolabb van a tű a mintától, így már vonzó típusú Van der Waals erő hat köztük. A tűt tartó lapkát kHz nagyságrendjében rezgésbe hozzuk a rendszer rezonanciafrekvenciájához közel. Ekkor a rezgésben bekövetkező érzékelt változásokat tulajdonítjuk a felület topográfiájának [22], [23].

Az intézetben elérhető AIST SmartSPM 1000 típusú eszközzel tapping vagy kopogató üzemmódban  $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$  méretű területeken mértem. Egy-egy, 512 képpont felbontású sor pásztázása 1 s ideig tartott. Egy mintát több helyen is letapogattam, az egyes felvételek során kigyűjtöttem a tú függőleges kitérésének maximumát, számtani és négyzetes középértékét (RMS).

### 3.3.5 Röntgendiffrakció (XRD)

A mérés során nagy (sok száz elektronvolt) energiájú röntgensugárral világítjuk meg a vizsgált mintát. A röntgen fotonok hullámhossza az atomi méretek ( $\text{\AA}$ ) nagyságrendjébe esik, ezért, mint minden elektromágneses hullám, ha optikai ráccsal találkozik, a besugárzott minta atomjaival találkozáskor a röntgensugár elhajlást szenved. Mint ismeretes, a koherens hullámok interferenciája a fáziskülönbség függvényében erősítést vagy gyengítést eredményezhet. A röntgensugarak detektált szórási interferenciaképpén az erősítés és kioltás helyeiből a minta kristályszerkezetére következtethetünk. Diffrakciós kísérletekben csak a rugalmas szórás vizsgáljuk. Rugalmas szórás (más néven Thompson szórás) alatt azt értjük, amikor a minta atomjainak elektronfelhőjébe ütköző röntgen foton nem veszít energiájából. A mérési eredményeket diffraktogramokon ábrázoljuk (ld. 30. ábra), a röntgensugarak intenzitását az ún.  $2\theta$  szög függvényében, ahol a  $\theta$  a kristálysíkok és a beesési sugár által bezárt szög. A kristályszerkezet megállapításához segítségünkre van a Bragg-egyenlet:  $n\lambda = 2d \cdot \sin\theta$  ( $d$ : kristálytani síkok távolsága) [24].

### 3.3.6 Képfeldolgozás

A felület morfológiáját két mérőszámmal kívántuk jellemezni: egységnyi területen a marási hibahelyek sűrűsége és a keletkezett felszinformák vertikális méretei. Ezeket SEM felvételek kiértékelésével állapítottam meg. A képeket az ImageJ nevű szabad felhasználású szoftverrel dolgoztam fel.

Minden képet először skálázni kellett: a mikroszkóp által közölt méretskála alapján beállítottam, hogy egy képpont mekkora valós méretnek felel meg. Így már meg lehetett mérni az aktuális látómező területét. A hibahely sűrűség megállapításához felülnézeti, egészen pontosan  $30^\circ$ -os látószögből készített felvételeket készítettünk. Érdekes volt növelni a kontrasztot, nehogy hamis eredményeket regisztráljunk. Végül a szoftver beépített, lokális képpont fényesség maximum kereső funkciójával leszámoltattam a látómezőn szereplő csúcsokat. A hibahely sűrűséget jellemző mérőszám egyszerű hányados képzéssel számítható:

$$\frac{\text{Si csúcsok darabszáma}}{\text{látómező területe}} \text{ db } \mu\text{m}^2$$

A vertikális méretekhez keresztmetszeti, azokról  $10^\circ$ -os látószög alatti felvételeket készítettünk. A ferde látószög miatt a megmért vertikális méretek eltérnek a valóditól. A pontos értéket úgy kapjuk meg, ha a mérési eredményt elosztjuk a látószög koszinuszával [25]. Megállapított méreteink az eredeti Si felszíntől mért rétegfogyás és a tüskék relatív nagysága. Ahol az oxid határát elérve tapasztaltam, ott lemértem az alamaródás mértékét is.

## 4 Eredmények

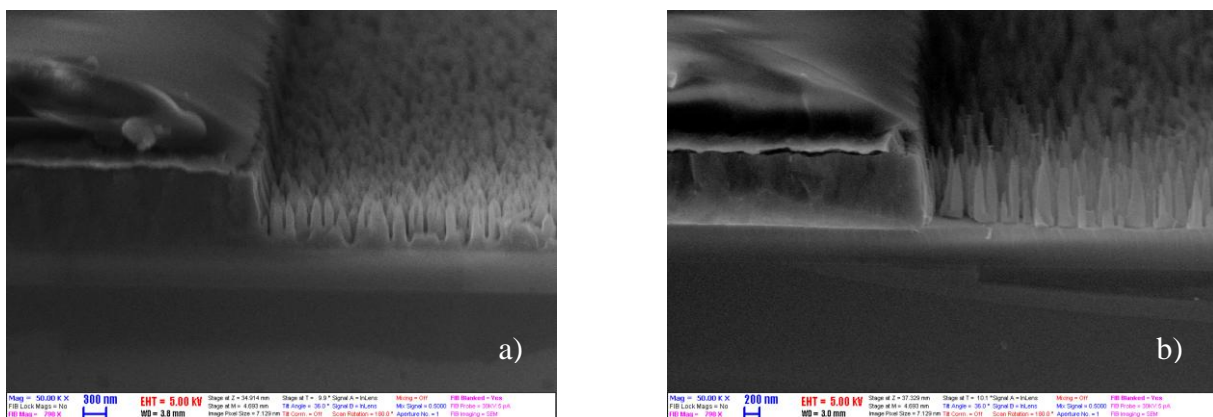
Ebben a fejezetben összegzem a fekete-szilícium réteg morfológiáját alakító körülmények hatásait. Két jól elkülöníthető szempontból közelíték: a DRIE kamrában beállított, a szilícium szempontjából külső körülmények és a marásnak kitett szilícium mint anyag jellemzőinek hatásait követem nyomon.

### 4.1 Marási paraméterek hatása

#### 4.1.1 Hőmérséklet

A minta hőmérsékletének tulajdonítható hatásokat úgy állapítottam meg, hogy a többi kamra paraméteren nem változtatva  $-110$ ,  $-100$  és  $-90$  °C-on martunk, és ugyanezt elvégeztem a három különböző szemcseszerkezetű mintákon. Összegezve az tapasztalható, hogy a növekvő hőmérséklettel egyre több Si maródik ki a felületből. Ez összhangban van a szakirodalmi tapasztalatokkal [8], miszerint a kriogén hőmérsékletre azért van szükség, mert az gyengíti a Si kémiai maródását.

Részletesebben a  $630$  °C-on leválasztott poli-Si esetén (BS10, BS11; ld. 10. ábra) a magasabb hőmérséklet hatására magasabbak lesznek az oszlopok (mélyebbek a völgyek) és az oxid réteg határánál jelentkezik alámaródás is (ld. 10. b) ábra).



10. ábra: Poli-Si „B” hőmérsékletfüggése: a) BS10:  $-110$  °C; b) BS11:  $-100$  °C

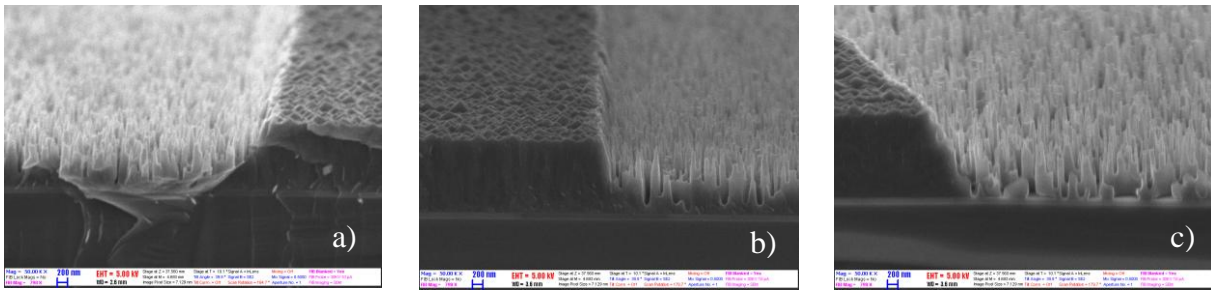
A 10. a) és b) ábrákon bal oldalt fölül, az íves alakzat a fotoreziszt, ami rajta maradt a maszkolni kívánt poli-Si rétegen. A b-Si tűskék és a poli-Si réteg alatt látható világos sáv az egykristályos szubsztrátra növesztett oxid. A minták felületi jellemzésére szolgáló adatokat a 2. táblázatban foglaltam össze.

	oszlopsűrűség (db/ $\mu\text{m}^2$ )	oszlopmagasság (nm)	alámaródás (nm)
$-110$ °C	$39,39 \pm 9,12$	$528 \pm 121$	–
$-100$ °C	$25,58 \pm 4,42$	$798 \pm 58$	$54 \pm 24$

2. táblázat: Közös paraméterek:  $630$  °C poli, 15 sccm  $\text{O}_2$ , RF 3 W, ICP 700 W

A  $610$  °C-on leválasztott polinál (BS20, 22, 24; ld. 11. ábra) az oszlopok alakja többnyire változatlan, a hőmérséklet emelkedésével nő az átlagos oszlopmagasság mind a mellett, hogy

közben az oszlopok teteje egyre lejjebb kerül a kiindulási poli szinttől. Az oszlopok közötti völgyek alja is egyre lejjebb kerül,  $-90^{\circ}\text{C}$ -on alámaródás jelentkezik.



11. ábra: Poli-Si „A” hőmérsékletfüggése: a) BS20:  $-110^{\circ}\text{C}$ ; b) BS22:  $-100^{\circ}\text{C}$ ; c) BS24:  $-90^{\circ}\text{C}$

A minták felületi jellemzésére szolgáló adatokat a 3. táblázatban foglaltam össze.

	oszlopsűrűség (db/ $\mu\text{m}^2$ )	oszlopmagasság (nm)	alámaródás (nm)
$-110^{\circ}\text{C}$	$27,2 \pm 8,16$	$708 \pm 50$	–
$-100^{\circ}\text{C}$	$26,11 \pm 6,24$	$752 \pm 97$	–
$-90^{\circ}\text{C}$	$18 \pm 3,77$	$770 \pm 102$	$23 \pm 5$

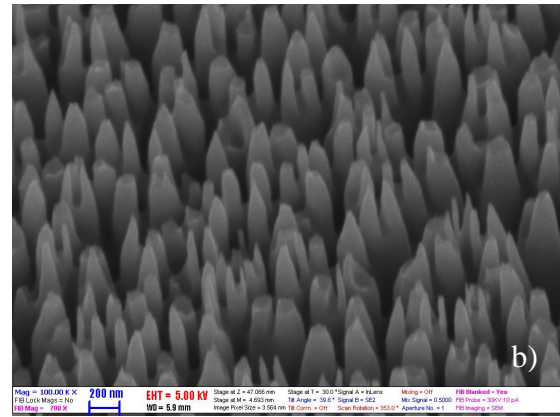
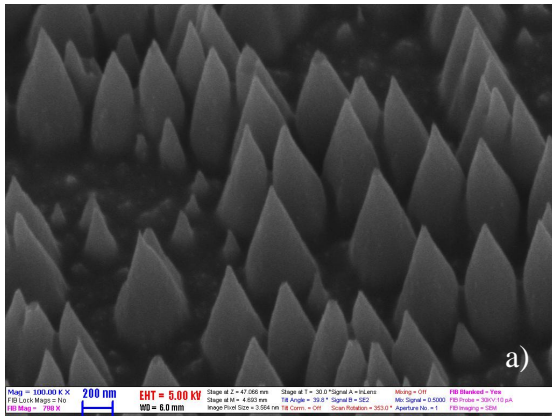
3. táblázat: Közös paraméterek:  $610^{\circ}\text{C}$  poli, 15 sccm  $\text{O}_2$ , RF 3 W, ICP 700 W

Egykristályos mintán (BS21, 23, 25) azt tapasztalni, hogy  $-100^{\circ}\text{C}$ -tól elkezdli fogyasztani az oszlopok csúcsait (ld. 12. ábra). Egyedül az egykristályos esetben lehetett megfigyelni, hogy az oszlopok alakja nagy mértékben változott:  $-110^{\circ}\text{C}$ -ról  $-100^{\circ}\text{C}$ -ra a korábban sima felületű, jól elkülöníthető kúpok összezsúfolódott kúpocskákká változtak (ld. 13. ábra). A minták felületi jellemzésére szolgáló adatokat a 4. táblázatban foglaltam össze.



12. ábra: Egykristályos minta hőmérsékletfüggése: a) BS21:  $-110^{\circ}\text{C}$ ; b) BS23:  $-100^{\circ}\text{C}$





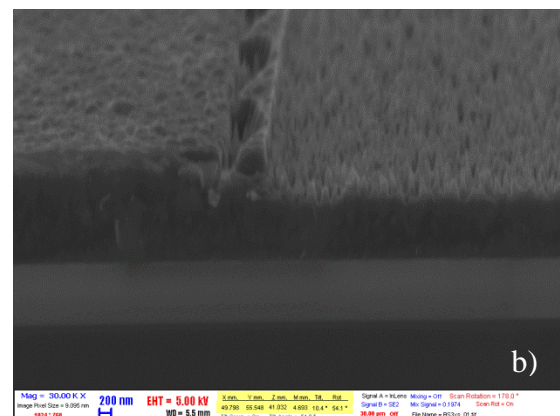
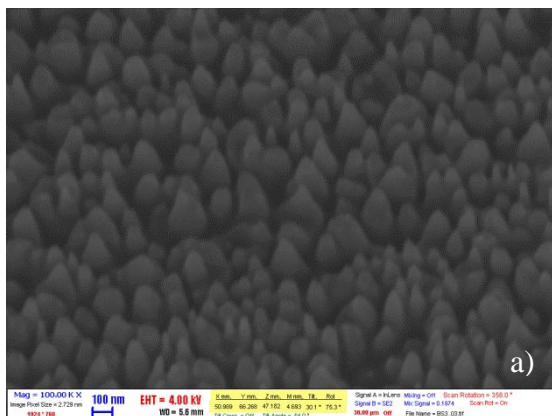
13. ábra: C-Si minta felületi alakzatok hőmérsékletfüggése:  
 a) BS21: oszlopsűrűség:  $7,59 \pm 2,53 \text{ db}/\mu\text{m}^2$ ; b) BS23: oszlopsűrűség:  $22,54 \pm 5,9 \text{ db}/\mu\text{m}^2$

	oszlopsűrűség ( $\text{db}/\mu\text{m}^2$ )	oszlopmagasság (nm)
-110 °C	$7,59 \pm 2,53$	$1039 \pm 39$
-100 °C	$22,54 \pm 5,9$	$700 \pm 157$
-90 °C	$20,81 \pm 4,74$	$719 \pm 116$

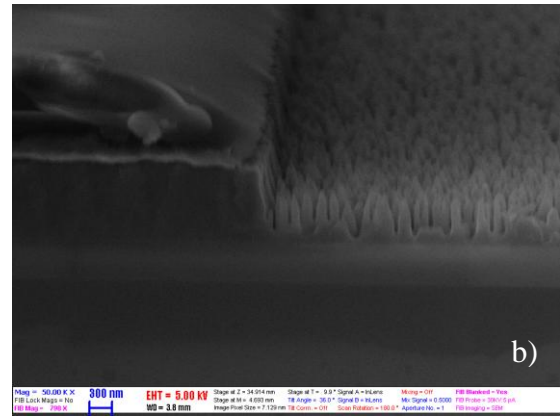
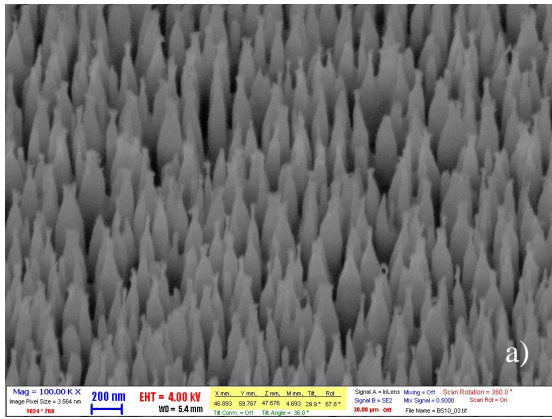
4. táblázat: Közös paraméterek: egykristályos, 15 sccm O<sub>2</sub>, RF 3 W, ICP 700 W

#### 4.1.2 RF teljesítmény

Szemcseszerkezettől, O<sub>2</sub> áramtól és hőmérséklettől függetlenül azt tapasztalni, hogy a nagyobb RF teljesítmény élesebb felszínformákat eredményez, valamint több anyagot mar ki. A mérési eredményeket az 5. táblázatban foglaltam össze. A jelenségek nyomon követhetők a 14. és 15. ábrák összehasonlításával. Bal oldalt (a)) felülnézeti, jobb oldalt (b)) keresztmetszeti felvételek láthatók.

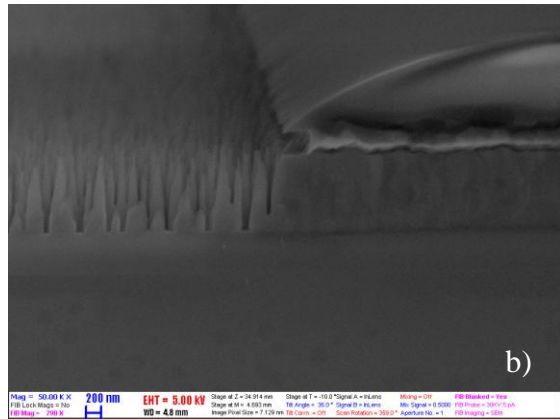
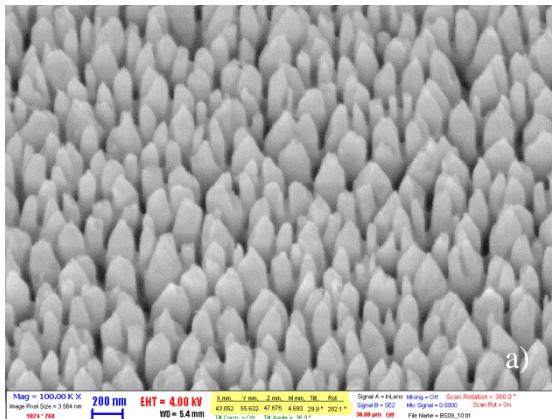


14. ábra: BS3: 2 W, 630 °C poli, 15 sccm O<sub>2</sub>, -110 °C

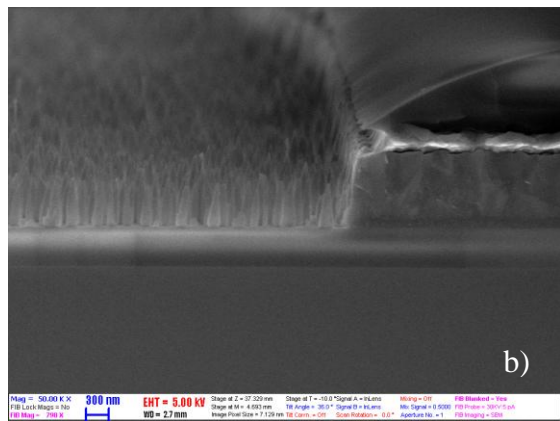
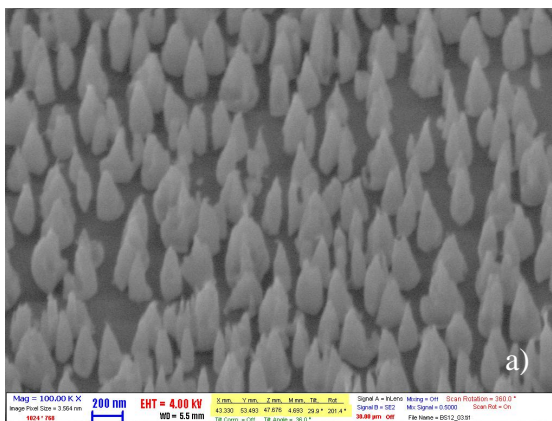


15. ábra: BS10: 3 W, 630 °C poli, 15 sccm O<sub>2</sub>, -110 °C

Érdekes eset a BS9 és BS12 minták (16. és 17. ábrák) összehasonlítása. BS9-hez képest feltételezhető, hogy azért lett BS12-ben alacsonyabb az átlagos oszlopmagasság, mert a kiindulási poli-Si réteg vastagsága kevés, a mélyebbre maró hatás a csúcsok fogyasztásában és a nagyobb mértékű alámaródásban jelentkezett.



16. ábra: BS9: a) 2 W, 630 °C poli, 20 sccm O<sub>2</sub>, -90 °C; b) oszlopmagasság: 888±62 nm; alámaródás: 27±4 nm



17. ábra: BS12: a) 3 W, 630 °C poli, 20 sccm O<sub>2</sub>, -90 °C; b) oszlopmagasság: 608±42 nm; alámaródás: 38±3 nm

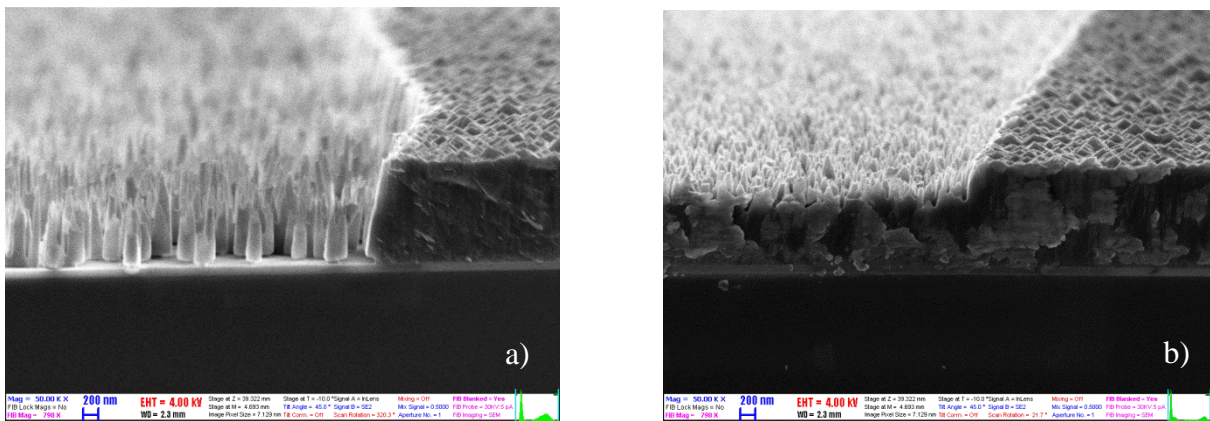
ICP 700 W oszlopsűrűség oszlopmagasság		15 sccm O <sub>2</sub> , -110°C			20 sccm O <sub>2</sub> , -90°C	
		610 °C poli	630 °C poli	egykristályos	630 °C poli	alámaródás
RF 2 W	(db/μm <sup>2</sup> )	39,32±13	71,68±14,05	22,07±6,77	36,03±6	BS9
	(nm)	422±130	355±6	690±76	888±62	27±4
RF 3 W	(db/μm <sup>2</sup> )	27,2±8,16	39,39±9,12	7,59±2,53	23,9±5	BS12
	(nm)	708±50	528±121	1039±39	608±42	38±3

5. táblázat: RF teljesítmény hatása a b-Si morfológiára

Eredményeink összhangban vannak francia kutatók 2010-ben publikált tapasztalataival [26], miszerint a plazma RF teljesítménye a Si nanostruktúrák alakjára van hatással.

#### 4.1.3 O<sub>2</sub> gázáram

Szemcseszerkezettől függetlenül azt tapasztaltam –110 °C-on, hogy ha az O<sub>2</sub> áram 10-ről 15 sccm-re változik (ami a SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> gázarány 4-ről 2,67-re változását jelenti), akkor kevesebb anyag marad ki: kisebbek lesznek az oszlopok, vastagabb poli-Si réteg marad (ld. 18. ábra), valamint sűrűbben találhatók oszlopok a felületen.



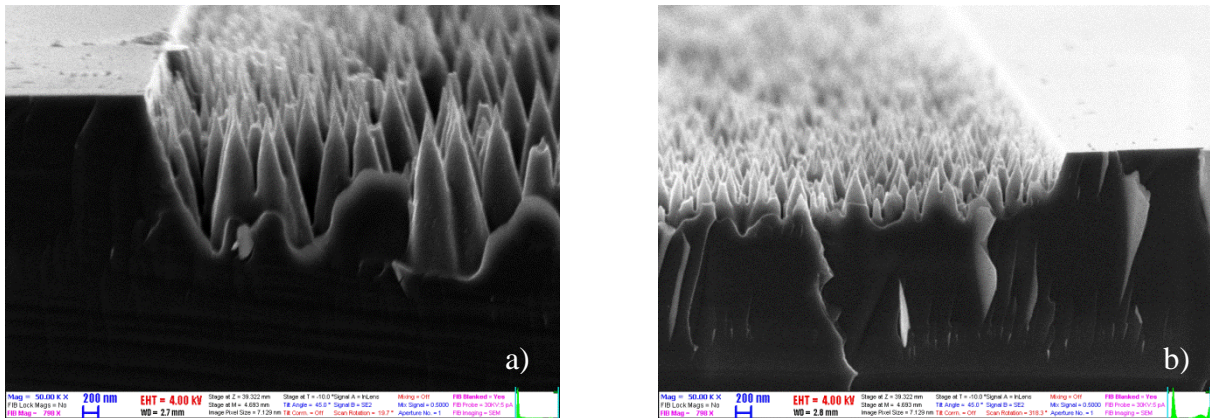
18. ábra: Poli-Si „A” rétegfogyás O<sub>2</sub> függése: a) BS16: oszlopmagasság: 783±116 nm, alámaródás: 106±14 nm;  
b) BS17: oszlopmagasság: 422±130 nm

A mérési eredményeket a 6. táblázatban foglaltam össze. Francia kutatók is azt állapították meg, hogy a SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> gázarány határozza meg a felületi mikromaszkok, ezáltal a kialakuló b-Si oszlopok sűrűségét [26].

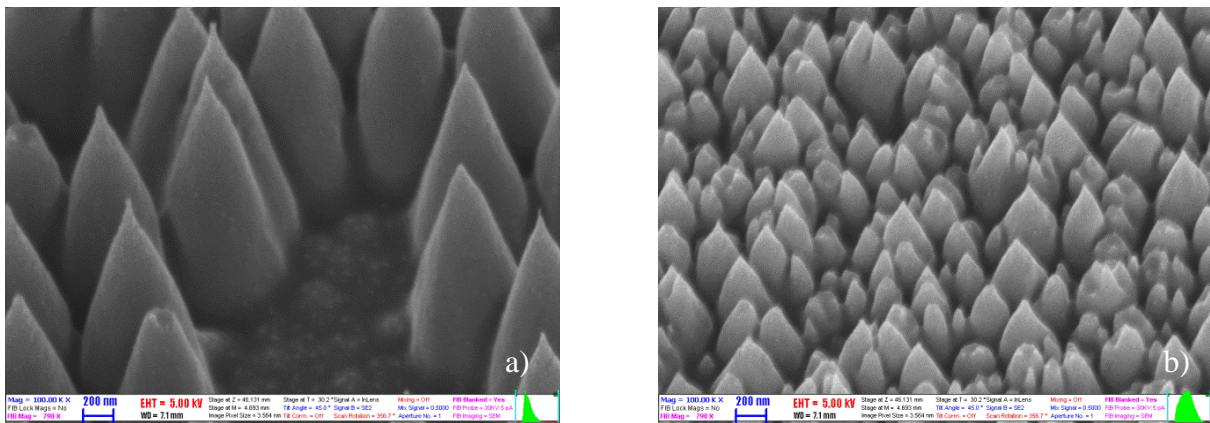
	O <sub>2</sub> áram (sccm)	oszlopsűrűség (db/μm <sup>2</sup> )	oszlopmagasság (nm)	alámaródás (nm)
Egykristályos	10	2,36±0,62	1973±131	–
	15	22,07±6,77	690±76	–
610 °C-os poli	10	9,42±2,15	783±116	106±14
	15	39,32±13	422±130	–
630 °C-os poli	10	47,28±5,25	482±13	–
	15	71,68±14,05	355±6	–

6. táblázat: Közös paraméterek: –110°C, RF 2 W, ICP 700 W

Egykristályos mintánál (BS18, 19) nem igazán fogy a réteg teteje, az oszlopok nem sokkal alacsonyabbak a kiindulási rétegnél (vö. 19. ábra). Az O<sub>2</sub> áram növelésével a jól elkülöníthető kúpok összezsúfolódtak kúpocskákká változtak (ld. 20. ábra).

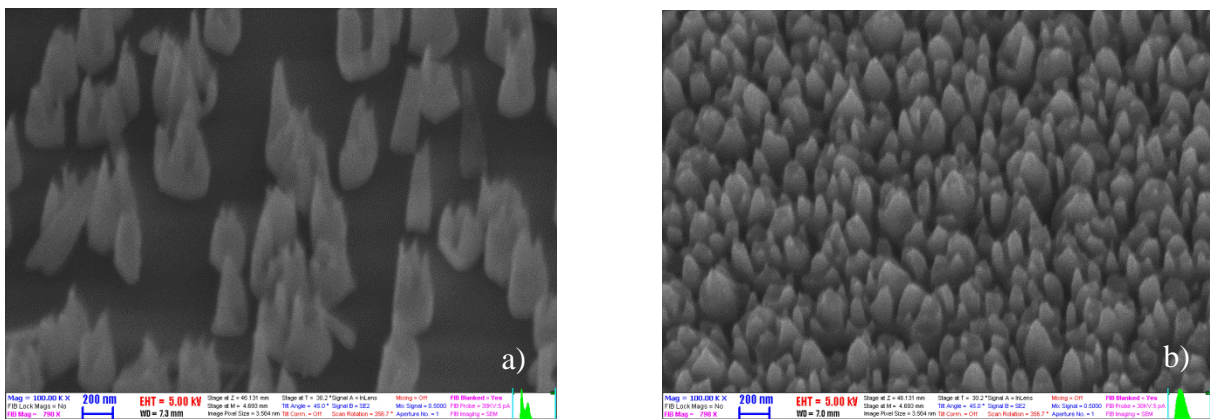


19. ábra: C-Si rétegfogyás O<sub>2</sub> függése: a) BS18: oszlopmagasság: 1973±131 nm; b) BS19: oszlopmagasság: 690±76 nm



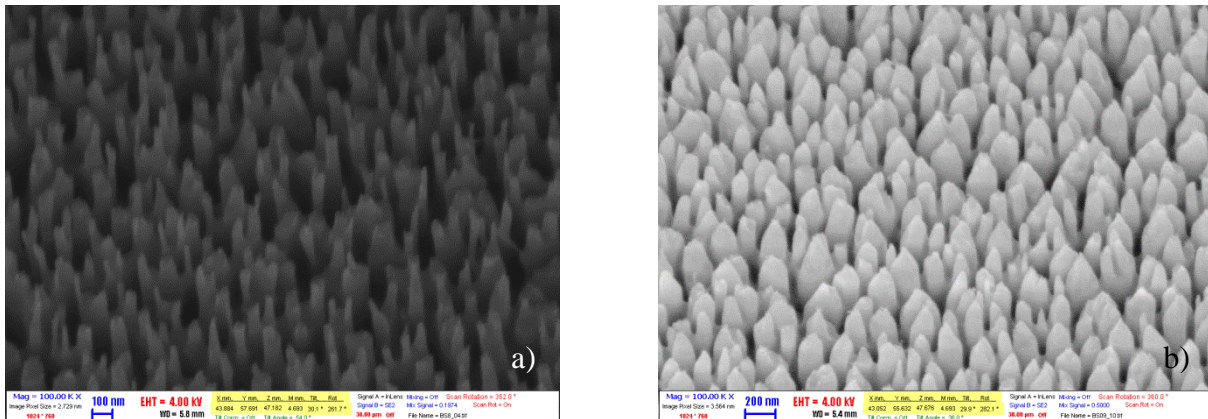
20. ábra: C-Si minta felületi alakzatok O<sub>2</sub> függése: a) BS18: 10 sccm O<sub>2</sub>; b) BS19: 15 sccm O<sub>2</sub>

A 610 °C-on leválasztott poli-Si „A” esetén (BS16, 17) a kisebb gázáram melletti különálló, csúcsos tetejű hengerek az egykristályoséhoz hasonló összezsúfolódtak kúpocskákká változtak (ld. 21. ábra).



21. ábra: Poli-Si „A” felületi alakzatok O<sub>2</sub> függése: a) BS16: 10 sccm O<sub>2</sub>; b) BS17: 15 sccm O<sub>2</sub>

A 630 °C-on leválasztott poli-Si „B” esetén (BS2,3; BS8,9) az O<sub>2</sub> áram növelése simább falú összezsúfoltított kúpocskákat eredményezett (ld. 22. ábra).

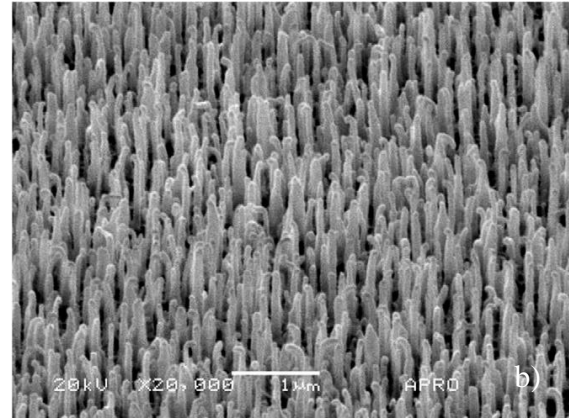
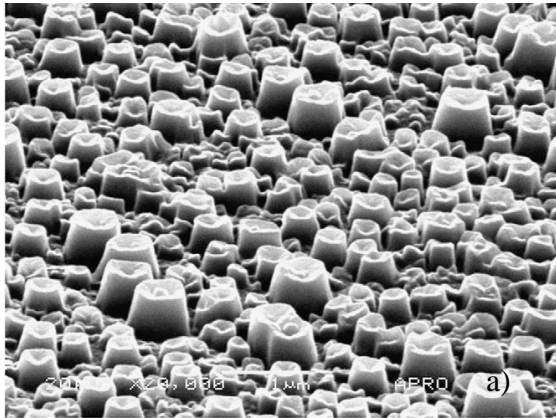


22. ábra: Poli-Si „B” felületi alakzatok O<sub>2</sub> függése:

a) BS8: SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> = 2,67, oszlopsűrűség: 71,83 db/μm<sup>2</sup>; b) BS9: SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> = 2, oszlopsűrűség: 36,03 db/μm<sup>2</sup>

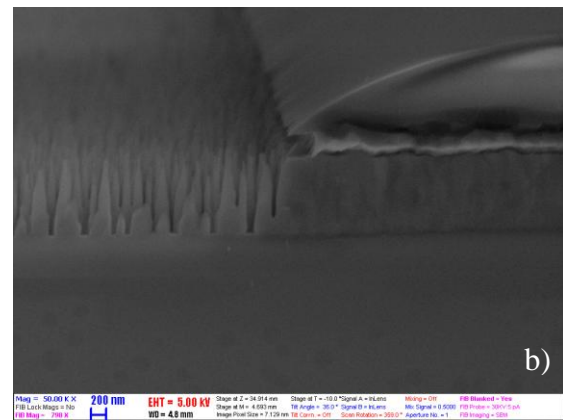
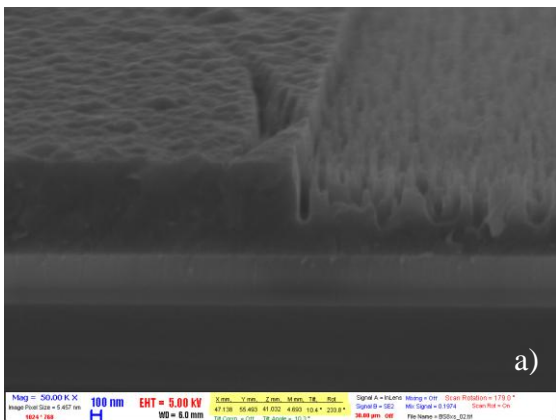
Hasonló paraméterfüggést vizsgáltak Dél-Koreában is [7]. Az ázsiai kutatók azonban szobahőmérsékletű (≤ 20 °C) mintákkal dolgoztak. Ez a kísérlet többek között azért is érdekes lehet, mert esetünkben az ő eredményeikkel ellentétes következtetéseket vonhatunk le. Mert ők p-típusú, egykristályos mintáikon azt tapasztalták, hogy a nagyobb SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> gázarány szükséges a marási sebesség növeléséhez, de emellett a csökkenő O\* gyök koncentráció gyengíti az oldalfalak passziválását, és végeredményben több anyag kimaródását, az oszlopok ritka előfordulását jegyezték fel (ld. 23. ábra). Kísérletem során van olyan eredmény, melyben –90 °C-on 2,67-ről 2-re csökken a SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> gázarány (15-ről 20 sccm-re változik az O<sub>2</sub> áram). Én ilyen, ellentétes összefüggésben tapasztaltam a hasonló végeredményt: nagyobbak lesznek az oszlopok, a poli-Si teljesen elfogy az oszlopok közötti völgyekből olyannyira, hogy kis mértékű alamaródás is tapasztalható (ld. 24. ábra), valamint ritkábban találhatók oszlopok a felületen (ld. 22. ábra). A marási hőmérsékleten kívül különbözött a két kísérlet a Si szemcszettségében is: ezt a jelenséget a 630 °C-on leválasztott poli-Si „B” vékonyréteget marva figyeltem meg.

Külön összefoglalom a két kísérlet jellemzőit, hogy egyszerűbb legyen az összehasonlításuk. Tehát, Dél-Koreában p-típusú egykristályos mintákon, 5–20 perces marási idővel, szobahőmérsékleten (≤ 20 °C), 143–302 mTorr közötti nyomású kamrában, 100 W RF teljesítménnyel, 1,5 ill. 2,8 SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> gázarányú atmoszférával dolgoztak (ld. 23. ábra).



23. ábra: b-Si morfológia marási gázaránytól függésének dél-koreai kísérlete [7]:  
 a)  $SF_6/O_2 = 1,5$ ; a kúpok átlagos átmérője:  $d = 0,6 \mu m$ ;  
 b)  $SF_6/O_2 = 2,8$ ;  $d = 0,2 \mu m$

Mi, az MFA-ban  $630 \text{ }^\circ\text{C}$ -on leválasztott polikristályos Si vékonyréteggel fedett mintákon, 1 perces marási idővel, kriogén hőmérsékletű ( $-90 \text{ }^\circ\text{C}$ ), 40 mTorr nyomású kamrában, 2 W RF teljesítménnyel, 2,67 ill. 2  $SF_6/O_2$  gázarányú atmoszférával dolgoztunk (ld. 22. és 24. ábra).



24. ábra: Poli-Si „B” rétegfogyás  $O_2$  függése:  
 a) BS8: oszlopmagasság:  $314 \pm 57 \text{ nm}$ ; b) BS9: oszlopmagasság:  $888 \pm 62 \text{ nm}$ , alámardás:  $27 \pm 4 \text{ nm}$

## 4.2 Loading hatása

### 4.2.1 Microloading

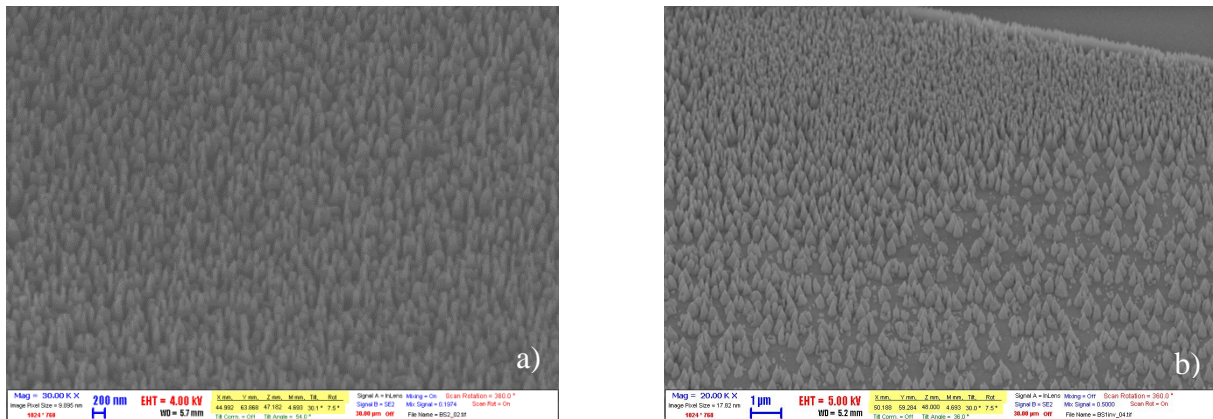
A mintadarabok felületi mintázatát BIOPRESS 8 maszkkal (egy nyomásmérő maszkorozatának membránmaró maszkja), fotolitográfias úton alakítottuk ki. Ez nagyságrendileg 10%-nyi marásnak kitett, szabad Si felületet jelent. A 4.1. és 4.3. alfejezetekben tárgyalt összefüggések mind microloadingos kísérletekből származó eredmények. A kúpszerű tüskék, oszlopok eltérő sűrűségben, de egyenletesen oszlanak el a felületen.

### 4.2.2 Macrolading

A kísérlet korai szakaszában, amikor még nem volt pontosan ismert a DRIE kamra paramétereinek kívánatos értéke, több esetben is azt tapasztaltuk, hogy a marási ciklus teljesen felemészthette a maszkkal nem fedett, rendelkezésre álló polikristályos vékonyréteget.

Ez a tapasztalat adta az ötletet ahhoz, hogy a fotoreziszt eltávolítása után, immár 90%-os loading mellett is kísérletezzük a kamra paraméterek morfológiát befolyásoló hatását.

Összefoglalva, az mondható el, hogy a macroloadingos mintákból jóval több anyag maródott ki. Szembetűnő különbség, hogy a felületi hibahelyek sűrűsége, a microloadingos mintákkal ellentétben, az apertúra széle felé növekszik (ld. 25. ábra).



25. ábra: Loading hatása poli-Si „B” felületi mintázatára: a) BS2: 10%; b) BS1inv: 90%;  
Közös paraméterek:, 10 sccm O<sub>2</sub>, –110 °C, RF 2 W, ICP 700 W

A DRIE során a mart alakzatot az befolyásolja jelentősen, hogy a mintázandó felület mennyire jó hővezető, valamint villamos szempontból vezető vagy szigetelő. A micro- és macroloading során kapott morfológiai különbséget az is befolyásolhatta, hogy a microloadingos marás során az összefüggő poli-Si vékonyrétegen még jelentős területeket fotoreziszt lakk is fedett, míg a macroloadingos kísérletekben egyáltalán nem volt már lakk a felületen és a poli-Si vékonyréteg sem volt összefüggő, amely különbség hatással lehet a hővezetési tulajdonságokra.

### 4.3 Szemcsészettség hatása

Három különböző szemcseszerkezetű Si alapanyagon vizsgáltam a mély reaktív ionmarás kamraparamétereinek hatását a kialakult morfológiára: 630 és 610 °C-on leválasztott poli-Si vékonyrétegen valamint a kiindulási (100) egykristályos szeleten. Mindhárom szemcseszerkezetű mintával több különböző kamrabeállítások mellett is kísérleteztünk, a paramétereket az alábbi táblázatokba foglaltam össze:

	oszlopsűrűség (db/μm <sup>2</sup> )	oszlopmagasság (nm)	alámaródás (nm)
Egykristályos	2,36±0,62	1973±131	–
610 °C-os poli	9,42±2,15	783±116	106±14
630 °C-os poli	47,28±5,25	482±13	–

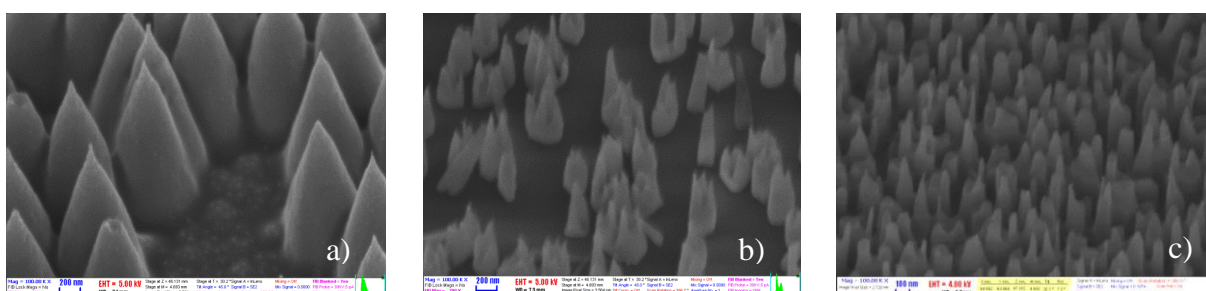
7. táblázat: Közös paraméterek: 10 sccm O<sub>2</sub>, –110 °C, RF 2 W, ICP 700 W

	oszlopsűrűség (db/ $\mu\text{m}^2$ )	oszlopmagasság (nm)	alámaródás (nm)
Egykristályos	22,07 $\pm$ 6,77	690 $\pm$ 76	–
610 °C-os poli	39,32 $\pm$ 13	422 $\pm$ 130	–
630 °C-os poli	71,68 $\pm$ 14,05	355 $\pm$ 6	–

8. táblázat: Közös paraméterek: 15 sccm O<sub>2</sub>, –110 °C, RF 2 W, ICP 700 W

	oszlopsűrűség (db/ $\mu\text{m}^2$ )	oszlopmagasság (nm)	alámaródás (nm)
Egykristályos	7,59 $\pm$ 2,53	1039 $\pm$ 39	–
610 °C-os poli	27,2 $\pm$ 8,16	708 $\pm$ 50	–
630 °C-os poli	39,39 $\pm$ 9,12	528 $\pm$ 121	–

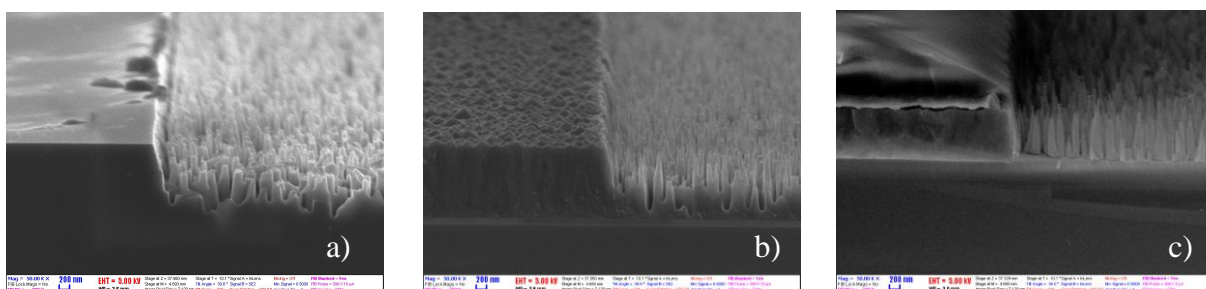
9. táblázat: Közös paraméterek: 15 sccm O<sub>2</sub>, –110 °C, RF 3 W, ICP 700 W



26. ábra: Szemcseszerkezet hatása a b-Si felszínformára:  
a) BS18: c-Si; b) BS16: poli-Si „A”; c) BS2: poli-Si „B” (vö. 7. táblázat)

	oszlopsűrűség (db/ $\mu\text{m}^2$ )	oszlopmagasság (nm)	alámaródás (nm)
Egykristályos	22,54 $\pm$ 5,9	700 $\pm$ 157	–
610 °C-os poli	26,11 $\pm$ 6,24	752 $\pm$ 97	–
630 °C-os poli	25,58 $\pm$ 4,42	798 $\pm$ 58	54 $\pm$ 24

10. táblázat: Közös paraméterek: 15 sccm O<sub>2</sub>, –100 °C, RF 3 W, ICP 700 W



27. ábra: Szemcseszerkezet hatása a b-Si marási sebességre:  
a) BS23 c-Si; b) BS22: poli-Si „A”; c) BS11: poli-Si „B” (vö. 10. táblázat)

Az első három esetre (7., 8., 9. táblázat) az a tendencia látszik igaznak, hogy rendre (c-Si, poli-Si „A”, poli-Si „B”) egyre sűrűbben találhatók oszlopok a felületen, ezek viszont egyre kisebbek, azaz egyre kevesebb anyag maródik ki (ld. 26. ábra). A negyedik esetcsoporton belül nem tapasztalni jelentős különbségeket (vö. 10. táblázat). A felületi átlagos

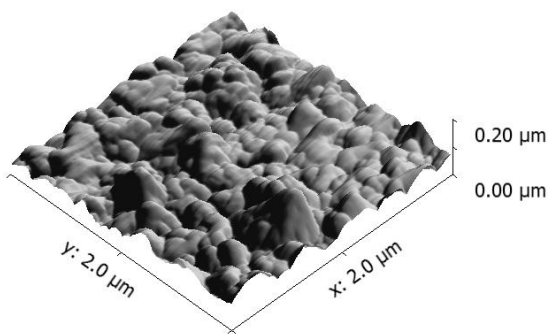


oszlopsűrűség szinte változatlan, az oszlopok átlagos magassága viszont a többivel ellentétben növekvő (ld. 27. ábra).

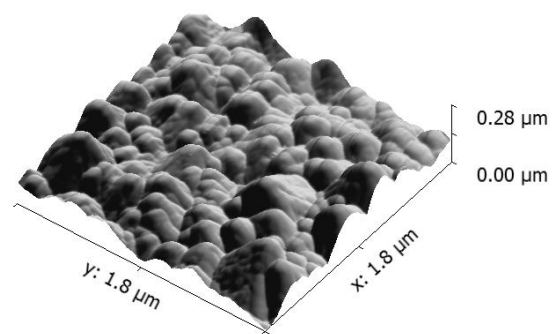
A DRIE során jelentősen befolyásolja a mart alakzatot az, hogy a mintázandó felület mennyire jó hővezető, valamint villamos szempontból vezető vagy szigetelő. Egy szigetelő anyag feltöltődik, s ezzel módosítja a becsapódó ionok útját. Feltételezhetően ennek köszönhető, hogy az egykristályos szeleteken szabályosabb alakzatokat láthatunk, mivel itt nincsen közel oxidréteg a felszín alatt. E hatás pontosabb igazolásához további kísérletre volna szükség. Mondjuk multi-kristályos (napelemhez használatos) vagy SOI szeleten. De ez a vizsgálat már távolabb esik fő érdeklődési területünktől.

A két különböző hőmérsékleten leválasztott polikristályos réteg szemcseszerkezete között is kell legyen különbség. Ennek pásztázó atomerő-mikroszkópos (AFM) és röntgendiffrakciós (XRD) mérésekkel jártam utána.

Az AFM mérés azt mutatja, hogy a poli-Si „A” szemcséi nagyobbak.



28. ábra: poli-Si „B” felület 3D AFM képe

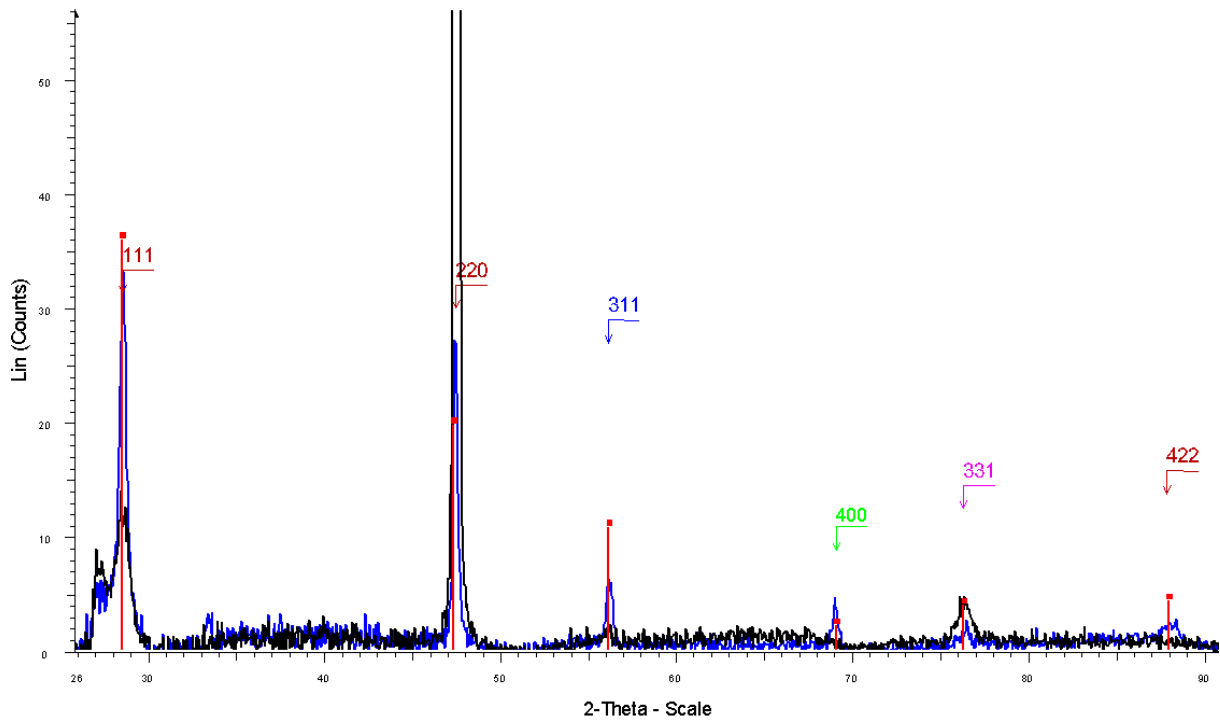


29. ábra: poli-Si „A” felület 3D AFM képe

	poli-Si „B”	poli-Si „A”
<b>max. szemcse</b>	187 nm	265 nm
<b>RMS</b>	24,5 nm	34,8 nm

11. táblázat: AFM mérés mérőszámai: legnagyobb szemcseméret és a szemcseméreték négyzetes középértéke

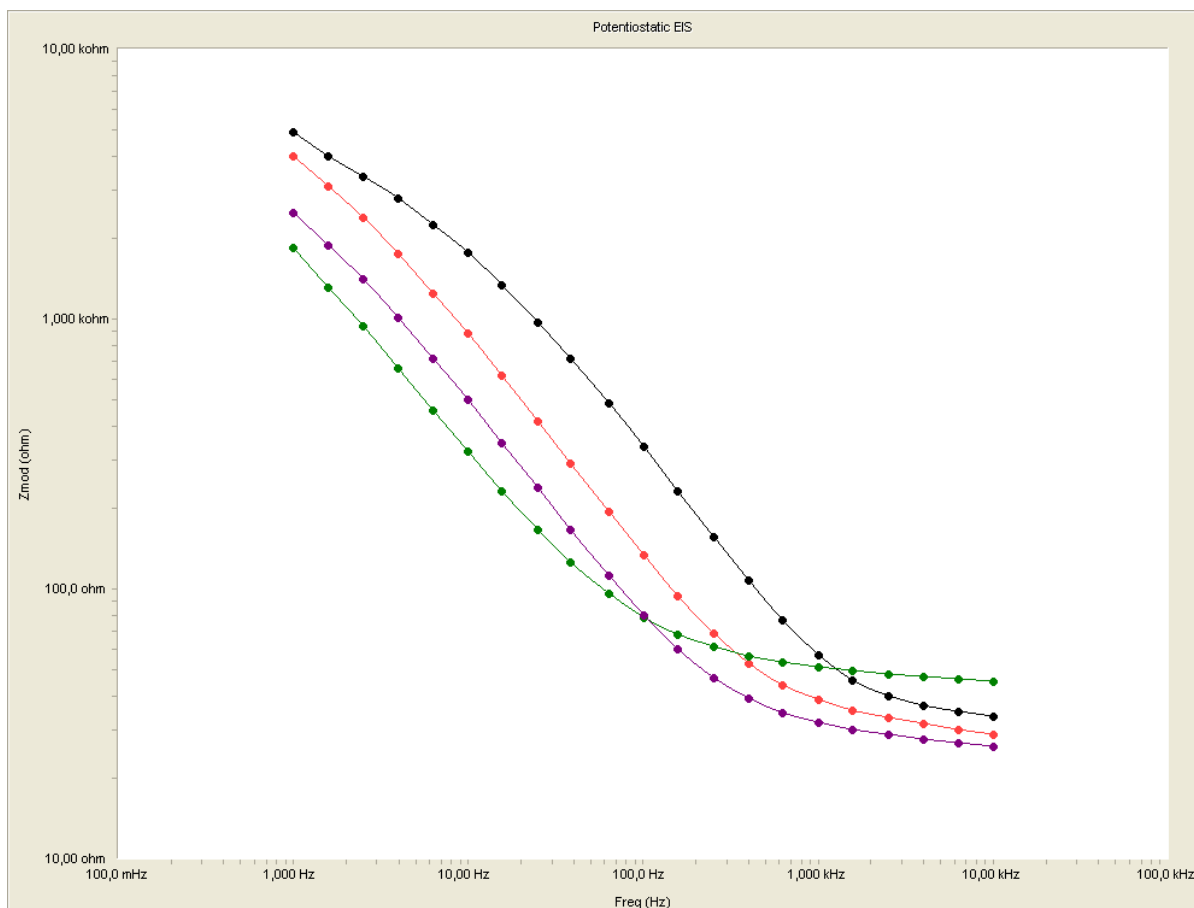
A diffraktogramon (30. ábra) szépen látszik a különbség. A poli-Si „A” (610 °C-on leválasztott) mintában erős (110) orientáció van, a (220) vonal jó erős, a többi meg gyengébb. A poli-Si „B” (630 °C-on leválasztott) mintában az (111)-es vonal a legerősebb, a (220) sem gyenge, de a többi vonal is jól látható. Ez utóbbit összehasonlítva egy Si por mintával nagy hasonlóság mutatkozik. Ebből arra lehet következtetni, hogy a poli-Si „B” vékonyrétegben nincsen domináns kristálytani irány. A kétdimenziós detektor képei alapján azért lehet látni, hogy ebben a mintában van egy enyhe (111) és (110) textúra egyszerre.



30. ábra: Poli-Si „A” és poli-Si „B” minták felhasználásával készített röntgendiffrakciós felvétel (fekete: poli-Si „A”; kék: poli-Si „B”; piros: Si por)

#### 4.4 Impedancia

A 31. ábraán jól látható, hogy a sima, referencia elektródához képest miként változott a felületi nanostruktúrálás hatására az elektródák impedanciája. A csökkenés annak tudható be, hogy a nanoméretekben barázdált felületű elektróda lényegesen kapacitívabban viselkedik, mint sima társa. Az EIS mérést kiértékelő szoftverrel lehetőségem volt a helyettesítőképekben szereplő áramköri elemek értékeinek meghatározására. Warburg impedanciát és CPE-t tartalmazó Randles helyettesítőképpel számoltam. Erre a pontosságra azért volt szükség, mert az elektrokémiai módszerek felületfüggése igen gyenge, de jelen kísérletben éppen ennek a felületfüggésnek a hatására voltam kíváncsi. A legjellemzőbb kapacitás értékeket a 12. táblázatba gyűjtöttem össze.



31. ábra: Az impedancia abszolútértékének frekvenciamenete (fekete: referencia; piros: BS05; zöld: BS10; lila: BS24)

	kapacitás ( $\mu\text{F}$ )
referencia	5,63
BS5	23,69
BS10	23,95
BS24	47,52

12. táblázat: EIS helyettesítőképből számított kapacitás értékek

A kísérlet során 22 különböző marási kombinációt vizsgáltam meg. Az EIS mérést azonban csak 14 különböző, poli-Si „A” és poli-Si „B” mintákon végeztem el. Az egykristályos és a macroloadingos mintákat kihagytam, mivel ezek csak a b-Si technológia jobb megértéséhez segítettek, de az elektródagyártáshoz nem fogjuk őket használni. Mind a 14 minta Bode-diagramjának amplitúdómenete a BS05 és BS24 között mozgott. Egyedüli kivétel volt a BS10. Az eredmények alapján a BS24 minta paraméterei tűnnek a legkedvezőbbnek a kis impedanciás elektródát igénylő biológiai alkalmazáshoz. Bizonyos mérésekhez azonban, ahol kifejezetten a kisfrekvenciás (< 100 Hz) jelekre kíváncsiak, indokolt lehet a BS10 technológiájával készült elektród használata. A 13. táblázatban összefoglaltam az elektróda érzékelő felületének nanostruktúrálásához a fekete-Si technológia javasolt paramétereit.

	Minta típusa	SF <sub>6</sub> (sccm)	O <sub>2</sub> (sccm)	SF <sub>6</sub> /O <sub>2</sub> arány	Idő (min)	T (°C)	RF (W)	ICP (W)	oszl. mag. (nm)	oszl. sűr. (db/μm <sup>2</sup> )	C (μF)
BS10	630 °C poli	40	15	2,67	1	-110	3	700	528 ±121	39,39 ±9,12	23,95
BS24	610 °C poli	40	15	2,67	1	-90	3	700	770 ±102	18 ±3,77	47,52

13. táblázat: bioelektród gyártásához javasolt b-Si előállítási és jellemző paraméterei

## 5 Jövőbeni tervek

A fekete-szilícium módszerrel történő felületi nanostruktúrálnálási lépést szeretnénk beilleszteni a szokásos bioelektróda gyártás technológiai lépéssorába. Az ilyen formában továbbfejlesztett elektródával először ellenőrző méréseket végeznénk annak megállapítására, hogy a nanostruktúrált felület mennyire ellenálló az idegszövetbe történő beültetés mechanikai hatásaival szemben. A továbbiakban, amennyiben az új elektróda mint összetett rendszer fizikailag az elvártak szerint működik, következhetnek azok a biológiai mérések, amelyek remélhetőleg igazolni fogják a jelelvezetés minőségének javulását. Egyrészt az áramkörnek a feldolgozandó jeltartományhoz történő optimalizálásának, másrészt a kísérleti állatok szervezetére gyakorolt kevésbé káros hatásnak köszönhetően. Ebben a kísérlet sorozatban az MTA TTK Kognitív Idegtudományi és Pszichológiai Intézetének Összehasonlító Pszichofiziológia Csoportjával (vez.: Dr. Ulbert István) dolgozunk össze.

## 6 Összefoglaló

A biológiai kísérletek során felmerült jelelvezetési problémákra megoldást jelenthet az elektróda felületének nanoméretű struktúrálnálása. A fekete-szilícium technológia alkalmas módszernek ígérkezik erre, mivel könnyen beilleszthetőnek tűnik a már jól bevált eszközgyártási lépéssorba. Mivel ezt a módszert Magyarországon még nem alkalmazta senki, ezért szükséges volt kitapasztalni, hogy mik azok a hatások és milyen módon mutatkoznak meg, amelyek befolyásolják a felület végső morfológiáját.

A munkát a szakirodalmi tapasztalatok mentén kezdtem el. A fekete-Si előállítási módszerek közül az Intézetben megvalósítható és az elektróda gyártási sorához jól illeszkedő módszert kellett választani. Munkám során megismerkedhettem az MFA laborkultúrájával, új eszközökkel és új mérési módszerekkel találkoztam, amelyek jól kiegészítették az irodalmakban olvasott új ismereteket és hozzájárultak szakmai önbizalmam fejlődéséhez.

## 7 Irodalomjegyzék

- [1] B. Ajtai, „A reaktív gliózis összehasonlító morfológiája - doktori értekezés,” *Semmelweis Egyetem, Budapest, Anatómiai, Szövet- és Fejlődéstani Intézet*, 2002.
- [2] S. Turner, L. Kam, M. Isaacson, H. G. Craighead, W. Shain és J. Turner, „Cell attachment on silicon nanostructures,” *J. Vac. Sci. Technol. B*, p. 2848-2854., 1997.
- [3] K. A. Moxon, N. M. Kalkhoran, M. Markert, M. A. Sambito, J. L. McKenzie és J. T. Webster, „Nanostructured Surface Modification of Ceramic-Based Microelectrodes to Enhance Biocompatibility for a Direct Brain-Machine Interface,” *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, p. 881-889., 2004.
- [4] S. P. Khan, G. G. Auner és G. M. Newaz, „Influence of nanoscale surface roughness on neural cell attachment on silicon,” *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine*, p. 125-129., 2005.
- [5] A. Y. Vorobyev és C. Guo, „Direct creation of black silicon using femtosecond laser pulses,” *Applied Surface Science*, 2011.
- [6] T.-H. Her, R. J. Finlay, C. Wu, S. Deliwala és E. Mazur, „Microstructuring of silicon with femtosecond laser pulses,” *Applied Physics Letters*, 1998.
- [7] J. Yoo, G. Yu és J. Yi, „Black surface structures for crystalline silicon solar cells,” *Materials Science and Engineering B*, p. 333-337., 2008.
- [8] M. J. Walker, „Comparison of Bosch and cryogenic processes for patterning high aspect ratio features in silicon,” *Proceedings of SPIE vol. 4407*, 2001.
- [9] E. Dilonardo, G. V. Bianco, M. M. Giangregorio, M. Losurdo, P. Capezzuto és G. Bruno, „Silicon doping effect on SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> plasma chemical texturing,” *Journal of Applied Physics*, 2011.
- [10] H. V. Jansen, M. J. d. Boer, K. Ma, M. Gironès, S. Unnikrishnan, M. C. Louwerse és M. C. Elwenspoek, „Black silicon method XI: oxygen pulses in SF<sub>6</sub> plasma,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2010.
- [11] H. Jansen, M. d. Boer, R. Legtenberg és M. Elwenspoek, „The black silicon method: a universal method for determining the parameter setting of a fluorine-based reactive ion etcher in deep silicon trench etching with profile control,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 1995.
- [12] H. Mei, C. Wang, J. Yao, Y.-C. Chang, J. Cheng, Y. Zhu, S. Yin és C. Luo, „Development of novel flexible black silicon,” *Optics Communications*, 2010.

- [13] M. Stubenrauch, M. Fischer, C. Kremin, S. Stoebenau, A. Albrecht és O. Nagel, „Black silicon – new functionalities in microsystems,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2006.
- [14] C. Dorrer és J. Rühle, „Wetting of Silicon Nanograss: From Superhydrophilic to Superhydrophobic Surfaces,” *Advanced Materials*, 2008.
- [15] J. B. Dorhout, „Characterization of polycrystalline silicon films grown by LPCVD of silane,” Iowa State University, 2006.
- [16] I. Szendrő, „A monolit technika szigetelőrétegeinek előállítása CVD-eljárással,” in *Dr. Mojzes Imre: Mikroelektronika és elektronikai technológia*, Műszaki Könyvkiadó, 1995., p. 43.
- [17] K. Havancsák és Z. Dankházi, „Pásztázó elektronmikroszkópia,” ELTE Anyagfizikai Tanszék.
- [18] I. Talian, K. B. Mogensen, A. Oriňák, D. Kaniansky és J. Hübner, „Surface-enhanced Raman spectroscopy on novel black silicon-based nanostructured surfaces,” *Journal of Raman Spectroscopy*, 2009.
- [19] B. Berkes, „Platina vizsgálata tüzelőanyagcellák katalitikus folyamatainak modellezéséhez - OTDK dolgozat,” *ELTE TTK*, 2009.
- [20] [Online]. Available: [www.gamry.com](http://www.gamry.com). [Hozzáférés dátuma: 2013. október 21.].
- [21] H. Sántha, „Új, változtatható felépítésű, elektrokémiai bioérzékelő eszközök konstrukciója és alkalmazásuk,” *Doktori értekezés, BME ETT*, 2009.
- [22] I. Pozsgai, „Atomerő-mikroszkóp a Marson,” *Fizikai Szemle*, 2009.
- [23] B. Szabó, „Atomi erőmikroszkópia,” ELTE TTK, Biológiai Fizika Tanszék
- [24] T. Szabó, „Szerkezetvizsgálat röntgendiffrakciós (XRD) módszerrel - laboratóriumi segédlet,” Szegedi Tudományegyetem Kolloidkémia Tanszék, 2008.
- [25] J. P. Kapur és D. Casasent, „Geometric Correction of SEM Images,” Carnegie Mellon University, Department of Electrical and Computer Engineering.
- [26] M. Moreno, D. Daineka és P. R. i. Cabarrocas, „Plasma texturing for silicon solar cells: From pyramids to inverted pyramids-like structures,” *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 2010.

## 8 Ábrajegyzék

1. ábra: asztrogliá sejtrendezés pórusos Si felület esetén [3] .....	5
2. ábra: Ti:zafír lézerrel vágott b-Si mintázat [5] .....	5
3. ábra: b-Si mintázat Ti:zafír lézerrel: a) vákuumban; b) SF <sub>6</sub> atmoszférában [6] .....	6
4. ábra: b-Si mintázat egykristályos mintán: SF <sub>6</sub> /O <sub>2</sub> = 2,8; t = 5 min [7] .....	6
5. ábra: MFA laboratóriumában különböző beállítások mellett készített b-Si felületek .....	7
6. ábra: Pt-val fedett elektródák CV görbéje (fekete: referencia; lila: BS24) .....	11
7. ábra: a három-elektrodos elrendezés sematikus rajza [20] .....	12
8. ábra: Randles helyettesítőkép Warburg impedanciával .....	13
9. ábra: CPE-t és Warburg impedanciát tartalmazó Randles helyettesítőkép .....	13
10. ábra: Poli-Si „B” hőmérsékletfüggése: a) BS10: -110 °C; b) BS11: -100 °C .....	15
11. ábra: Poli-Si „A” hőmérsékletfüggése: a) BS20: -110 °C; b) BS22: -100 °C; c) BS24: -90 °C .....	16
12. ábra: Egykristályos minta hőmérsékletfüggése: a) BS21: -110 °C; b) BS23: -100 °C .....	16
13. ábra: C-Si minta felületi alakzatok hőmérsékletfüggése: a) BS21: oszlopsűrűség: 7,59±2,53 db/μm <sup>2</sup> ; b) BS23: oszlopsűrűség: 22,54±5,9 db/μm <sup>2</sup> .....	17
14. ábra: BS3: 2 W, 630 °C poli, 15 sccm O <sub>2</sub> , -110 °C .....	17
15. ábra: BS10: 3 W, 630 °C poli, 15 sccm O <sub>2</sub> , -110 °C .....	18
16. ábra: BS9: a) 2 W, 630 °C poli, 20 sccm O <sub>2</sub> , -90 °C; b) oszlopmagasság: 888±62 nm; ...	18
17. ábra: BS12: a) 3 W, 630 °C poli, 20 sccm O <sub>2</sub> , -90 °C; b) oszlopmagasság: 608±42 nm; .	18
18. ábra: Poli-Si „A” rétegfogyás O <sub>2</sub> függése: a) BS16: oszlopmagasság: 783±116 nm, alámaródás: 106±14 nm; b) BS17: oszlopmagasság: 422±130 nm .....	19
19. ábra: C-Si rétegfogyás O <sub>2</sub> függése: a) BS18: oszlopmagasság: 1973±131 nm; b) BS19: oszlopmagasság: 690±76 nm .....	20
20. ábra: C-Si minta felületi alakzatok O <sub>2</sub> függése: a) BS18: 10 sccm O <sub>2</sub> ; b) BS19: 15 sccm O <sub>2</sub> .....	20
21. ábra: Poli-Si „A” felületi alakzatok O <sub>2</sub> függése: a) BS16: 10 sccm O <sub>2</sub> ; b) BS17: 15 sccm O <sub>2</sub> .....	20
22. ábra: Poli-Si „B” felületi alakzatok O <sub>2</sub> függése: a) BS8: SF <sub>6</sub> /O <sub>2</sub> = 2,67, oszlopsűrűség: 71,83 db/μm <sup>2</sup> ; b) BS9: SF <sub>6</sub> /O <sub>2</sub> = 2, oszlopsűrűség: 36,03 db/μm <sup>2</sup> .....	21
23. ábra: b-Si morfológia marási gázaránytól függésének dél-koreai kísérlete [7]: .....	22
24. ábra: Poli-Si „B” rétegfogyás O <sub>2</sub> függése: a) BS8: oszlopmagasság: 314±57 nm; b) BS9: oszlopmagasság: 888±62 nm, alámaródás: 27±4 nm .....	22
25. ábra: Loading hatása poli-Si „B” felületi mintázatára: a) BS2: 10%; b) BS1inv: 90%; Közös paraméterek: 10 sccm O <sub>2</sub> , -110 °C, RF 2 W, ICP 700 W .....	23
26. ábra: Szemcseszerkezet hatása a b-Si felszínformára: a) BS18: c-Si; b) BS16: poli-Si „A”; c) BS2: poli-Si „B” (vö. 7. táblázat) .....	24
27. ábra: Szemcseszerkezet hatása a b-Si marási sebességre: a) BS23 c-Si; b) BS22: poli-Si „A”; c) BS11: poli-Si „B” (vö. 10. táblázat) .....	24
28. ábra: poli-Si „B” felület 3D AFM képe 29. ábra: poli-Si „A” felület 3D AFM képe .....	25
30. ábra: Poli-Si „A” és poli-Si „B” minták felhasználásával készített röntgendiffrakciós felvétel (fekete: poli-Si „A”; kék: poli-Si „B”; piros: Si por) .....	26

31. ábra: Az impedancia abszolútértékének frekvenciamenete (fekete: referencia; piros: BS05; zöld: BS10; lila: BS24) ..... 27

## 9 Köszönetnyilvánítás

Köszönöm konzulenseimnek a szakmai segítséget, támogatást. Mindig éreztem, hogy támogatnak, bármikor készségesen segítségemre voltak. Köszönöm mindazok munkáját, akiknek segítsége nélkül ez a projekt nem valósulhatott volna meg: az MTA TTK MFA Mikrotechnológia osztály munkatársainak, akik a mikromegmunkálás műveleteiben részt vettek; Eördögh Imrének a képfeldolgozáshoz adott tanácsokat; Dr. Horváth Zsoltnak a röntgendiffrakciót; Nguyen Quoc Khannak az AFM, Márton Gergelynek az elektrokémiai mérésekhez nyújtott segítséget; Dr. Zagyvai Péternek és Zagyvai Mártonnak az adatok kiértékelésének statisztikai vonatkozásairól mondottakat; Horváth Domonkosnak az elektródákkal szemben támasztott agykutatói elvárások ismertetését.