

OTKA K81842

Beszámoló a 2010.02.01-2014.01.31 időszakról

*Fehérje és nanokristályos félvezető rétegek szenzorikához és
fotovoltaikához*

Az projekt első időszakának legfontosabb eredménye új folyadékcellák fejlesztése volt, amelyekkel flagelláris filamentumokból (FF) létrehozott vékonyrétegek szerkezetét tudtuk vizsgálni folyamatkövető módon, leválasztás közben. Megmutattuk, hogy a spektroszkópiai ellipszometria (SE) elegendően érzékeny több száz nanométeres FF vékonyrétegek mélységbeli szerkezetének vizsgálatára. Kimutattuk, hogy a filamentumok a felület közelében sűrűbb réteget alkotnak, mint a felülettől távolabbi tartományokban, amit azzal magyaráztunk, hogy sok filamentum szál fekszik a felületen. Meghatároztuk az FF réteg felületi tömegsűrűségét, és megmutattuk, hogy immobilizált réteg esetén nagyobb tömegsűrűséget kapunk. Az eredmények összhangban voltak korábbi optikai hullámvezető fénymódus spektroszkópiai (OWLS) eredményekkel.^{1,2}

A háromdimenziós fehérjeszerkezet meghatározására új optikai és kinetikai modelleket fejlesztettünk. Az eredményeink azt mutatják, hogy ezen modellek segítségével az ellipszometriai mérésből következtetni lehet az FF réteg háromdimenziós szerkezetére, a rétegépülés kinetikájára, és a flagellin szálak hosszeloszlására.³ A rétegépülés kinetikáját egy másfajta numerikus modellel is megvizsgáltuk.^{4,5}

Elkészítettük annak az OWLS-SE kombinált mérőberendezésnek a prototípusát, amely egy folyadékcellában, egy időben végzett méréssel egyesíti az OWLS és az SE módszerek előnyeit, azaz rendre a nagy érzékenységet és a spektroszkópiai információgazdagságot. Az OWLS nagy érzékenységgel mér a felület közelében, de az egy hullámhosszon mért jel nem teszi lehetővé összetett modellek megalkotását. Az ellipszometria érzékenysége kisebb, de a spektroszkópiai mérés miatt bonyolult modellek alkothatók, és a folyamatok a felülettől nagyobb távolságban is nyomon követhetők. A kombinált mérőberendezés mellett elkezdtük plazmonikus elven megnövelt érzékenységgű ellipszometriai konfigurációk kifejlesztését, amelyhez elkészült a speciális folyadékcella és egy félhengeres feltét, amely lehetővé teszi az ellipszometria esetében is a hordozó felől, több beesési szög mellett történő mérést. A berendezés felépítésének és az első tesztmérések eredményeinek publikálása

folyamatban van.⁶ Fontos bioszenzorikai eredményünk volt emellett polimerhordozók stabilitási vizsgálata vizes közegben,⁷ és polimer alapú szenzorfejlesztésekben való részvétel.^{8,28,9} A különböző hordozók és potenciális szenzorikai rétegek vizsgálata kiemelt fontosságú maradt a projekt során. Vizsgáltunk ITO, nanogyémánt, As-Se-Te, implantált üveg és plazmaimerziós rétegeket.^{10,11,12,13,14,15}

Megmutattuk, hogy fotonikus nanostruktúrák újszerű módon modellezhetők az optikai mérésekben, amely lehetővé teszi a vizsgáló fény hullámhosszával összemérhető méretű struktúrák geometriai paramétereinek a meghatározását. Szilika nanogömbök és elektronsugaras litográfia segítségével készült fotonikus struktúrákon megállapítottuk, hogy az effektív közeg módszer alkalmazhatóságának határhullámhossza jó pontossággal korrelál a struktúramérettel.¹⁸ A nanoszerkezet mélységfüggését vizsgáltuk szilíciumban és gallium-nitridben.¹⁶ A folyadékcellás vizsgálatok mellett folyamatkövető ellipszometriai fejlesztéseket végeztünk vákuumkamrán is, ahol még publikálás alatt álló kezdeti eredményeket értünk el az ionimplantáció során bekövetkező szerkezetmódosulás valós idejű mérésében.¹⁷ Megmutattuk, hogy modelfüggetlen mélységi térképezést is végre lehet hajtani a vizsgáló hullámhossztartomány szisztematikus változtatásával olyan anyagokon, amelyek esetében a fény behatolási mélysége jelentősen változik a méréshez alkalmazott hullámhossztartományban.^{18,19} Rendezett szubmikronos szerkezetek mérésére Müller mátrix ellipszometriát használtunk.²⁰

Szilícium nanokristályok és oxidok^{21,22} modellezésére számos optikai modellt megvizsgáltunk, melyekkel kimutattuk olyan fontos technológiai paraméterek érzékeny mérhetőségét, mint a szemcseméret, a kristályosság, a határfelületek minősége és a laterális vagy vertikális inhomogenitás.^{23,24,25,26} Módszert dolgoztunk ki a paramétertartomány szisztematikus szűkítésére nagyszámú illesztési paraméter mellett.²⁷ A szenzorikában ugyancsak fontos, fejlesztés alatt álló technika a törésmutató hangolására magas törésmutatójú dielektrikum nanorészecskék segítségével.²⁸

Az OTKA téma kutatásaiban sok PhD (egy védés, egy házivedésen túllévő és egy féltávnál járó), MSc (2) és BSc (2) hallgató részt vett. Munkájukból számos cikk és egy országos TDK konferencia első helyezése (Németh Andrea) is született.

Kiemelendő továbbá, hogy a projekt folyamán, az arra épülő eredményekből született két könyvfejezetünk^{29,30}, meghívott előadásokhoz kapcsolódó összefoglaló művek^{31,32,33,34}, és magyar nyelven is igyekeztünk publikálni.³⁵

A témához kapcsolódó meghívott előadások:

- P. Petrik, “Thin film metrology for optoelectronics”, 17th International School on Condensed Matter Physics, Varna, Bulgaria, September 2-7, 2012.
- P. Petrik, A. Nemeth, P. Kozma, T. Hulber, R. Horvath, S. Kurunczi, A. Hamori, M. Fried, „In situ measurement of Protein Adsorption by Spectroscopic Ellipsometry”, Protein and Peptide Conference, Beijing, China, March 23-25, 2012.
- Z. Zolnai, N. Nagy, E. Fülöp, A. Deák, E. Kótai, „Shape, size, and atomic composition analysis of nanostructures in 3D by Rutherford backscattering spectrometry”, EMRS Fall Meeting, Warsaw, September 17-21, 2012.
- P. Petrik and E. Agocs, „High Sensitivity Optical Characterization of Thin Films with Embedded Si Nanocrystals”, ECS Meeting, Toronto, Canada, May 12-16, 2013.
- P. Petrik, E. Agocs, B. Fodor, T. Lohner, and M. Fried, „Parameterization of the dielectric function of semiconductor nanocrystals around the critical points”, XXII International Materials Research Congress, Cancun, Mexico, August 11-15, 2013.
- P. Petrik, N. Kumar, E. Agocs, B. Fodor, O. El Gawhary, S. F. Pereira, T. Lohner, M. Fried, H. P. Urbach, „Optical characterization of lateral and vertical structures”, Workshop on traceable optical thin film characterization, Berlin, Germany, September 12, 2013.
- P. Petrik, G. Juhasz, C. Major, O. Polgar, E. Agocs, B. Fodor, T. Lohner, M. Fried, „Optical mapping and depth profiling using polarized light”, International Congress of Metrology, Paris, October 7-10, 2013.
- P. Petrik, N. Kumar, E. Agocs, B. Fodor, S. F. Pereira, T. Lohner, M. Fried, H. P. Urbach, “Optical characterization of laterally and vertically structured oxides and semiconductors”, SPIE Photonics West, San Francisco, February 1-6, 2014.

Közlemények, hivatkozások

- ¹ S. Kurunczi, A. Németh, T. Hülber, P. Kozma, P. Petrik, H. Jankovics, A. Sebestyén, F. Vonderviszt, M. Fried, I. Bársony, „In situ ellipsometric study of surface immobilization of flagellar filaments”, *Applied Surface Science* 257 (2010) 319.
- ² A. Nemeth, P. Kozma, T. Hulber, S. Kurunczi, R. Horvath, P. Petrik, A. Muskotal, F. Vonderviszt, C. Hos, M. Fried, J. Gyulai, I. Barsony, „In situ spectroscopic ellipsometry study of protein immobilization on different substrates using liquid cells”, *Sensor Letters* 8 (2010) 730.
- ³ P. Kozma, D. Kozma, A. Nemeth, H. Jankovics, S. Kurunczi, R. Horvath, F. Vonderviszt, M. Fried, P. Petrik, „In-depth characterization and computational 3D reconstruction of flagellar filament protein layer structure based on in situ spectroscopic ellipsometry”, *Applied Surface Science* 257 (2011) 7160.
- ⁴ A. Nemeth, P. Kozma, S. Kurunczi, R. Horvath, M. Fried, H. Jankovics, F. Vonderviszt, P. Petrik, “In situ optical characterization and numerical modeling of filamental protein structure formation for biosensing”, *EMRS 2012 Spring Meeting*, May 14-18, 2012, Strasbourg, France, oral presentation.
- ⁵ A. Nemeth, P. Kozma, S. Kurunczi, R. Horvath, M. Fried, H. Jankovics, F. Vonderviszt, P. Petrik, “In situ ellipsometry and numerical modeling of rodlike protein adsorption”, *EMRS 2012 Fall Meeting*, September 17-21, 2012, Warsaw, Poland, poster presentation.
- ⁶ M. Janosov, P. Kozma, A. Hamori, D. Patko, S. Kurunczi, K. Cottier, R. Horvath, M. Fried, P. Petrik, „Spectroscopic ellipsometry - grating coupled interferometry sensor combination”, *EMRS 2012 Fall Meeting*, September 17-21, 2012, Warsaw, Poland, poster presentation.
- ⁷ A. Saftics, E. Agocs, B. Fodor, D. Patko, P. Petrik, K. Kolari, T. Aalto, P. Furjes, R. Horvath, S. Kurunczi, „Investigation of thin polymer layers for biosensor applications”, *Applied Surface Science* 281 (2013) 66.
- ⁸ F. Dortu, H. Egger, K. Kolari, T. Haatainen, P. Furjes, Z. Fekete, D. Bernier, G. Sharp, B. Lahiri, S. Kurunczi, J.-C. Sanchez, N. Turck, P. Petrik, D. Patko, R. Horvath, S. Eiden, T. Aalto, S. Watts, N. P. Johnson, R. M. De La Rue, D. Giannone, „Design and process development of a photonic crystal polymer biosensor for point of care diagnostics”, *SPIE-OSA VOI. 8087, 80870D-1*, 2011.
- ⁹ D. Giannone, F. Dortu, D. Bernier, N. P. Johnson, G. J. Sharp, L. Hou, A. Z. Khokhar, P. Furjes, S. Kurunczi, P. Petrik, R. Horvath, T. Aalto, K. Kolari, S. Ylinen, T. Haatainen, H. Egger, „NIL fabrication of a polymer-based photonic sensor device in P3SENS project”, *SPIE Proceedings* 8435 (2012) 843529-1.
- ¹⁰ L. Korosi, S. Papp, V. Hornok, A. Oszko, P. Petrik, D. Patko, R. Horvath, I. Dekany, „Titanate nanotube thin films with enhanced thermal stability and high-transparency prepared from additive-free sols”, *Journal of Solid State Chemistry* 192 (2012) 342.
- ¹¹ L. Korosi, S. Papp, S. Beke, B. Pecz, R. Horvath, P. Petrik, E. Agocs, I. Dekany, „Highly transparent ITO thin films on photosensitive glass: sol-gel synthesis, structure, morphology and optical properties”, *Applied Physics A* 107 (2012) 385.

- ¹² T. Lohner, P. Csikvari, P. Petrik, G. Hars, „Spectroellipsometric characterization of nanocrystalline diamond layers”, *Applied Surface Science* 281 (2013) 113.
- ¹³ M. Fabian, E. Svab, V. Pamukchieva, A. Szekeres, P. Petrik, S. Vogel, and U. Ruett: „Study of As-Se-Te glasses by neutron-, X-ray diffraction and optical spectroscopic methods”, *Journal of Non-crystalline Solids* 358 (2012) 860.
- ¹⁴ . Banyasz, S. Berneschi, M. Bettinelli, M. Brenci, M. Fried, N. Q. Khanh, T. Lohner, G. N. Conti, S. Pelli, P. Petrik, G. C. Righini, A. Speghini, A. Watterich, Z. Zolnai, „MeV Energy N^+ - Implanted Planar Optical Waveguides in Er-Doped Tungsten-Tellurite Glass Operating at 1.55 micron”, *Photonics Journal IEEE*, 2012.
- ¹⁵ A. Szekeres, S. Alexandrova, P. Petrik, B. Fodor, S. Bakalova, „Ellipsometric study of crystalline silicon hydrogenated by plasma immersion ion implantation, *Applied Surface Science* 281 (2013) 105.
- ¹⁶ B. Fodor, F. Cayrel, E. Agocs, D. Alquier, M. Fried, P. Petrik: Characterization of in-depth cavity distribution after thermal annealing of heliumimplanted silicon and gallium nitride, *Thin Solid Films*, nyomdai előkészítés alatt, 2014.
- ¹⁷ T. Lohner, A. Németh, A.L. Tóth, N.Q. Khánh, E. Szilágyi, P. Petrik, Z. Zolnai, P. Kostka, J. Waizinger, E. Kótai, M. Fried, I. Bársony, J. Gyulai, „Real-time in situ spectroscopic ellipsometry studies of ion bombardment effects on single crystalline germanium”, 6th International Conference on Spectroscopic Ellipsometry, Kyoto, May 26-31, 2013, poster presentation.
- ¹⁸ P Kozma, B Fodor, A Deak, P Petrik, „Optical models for the characterization of silica nanosphere monolayers prepared by the Langmuir-Blodgett method using ellipsometry in the quasistatic regime”, *Langmuir* 26 (2010) 16122.
- ¹⁹ P. Petrik, E. Agocs, J. Volk, I. Lukacs, B. Fodor, P. Kozma, T. Lohner, S. Oh, Y. Wakayama, T. Nagata, M. Fried, „Resolving lateral and vertical structures by ellipsometry using wavelength range scan”, *Thin Solid Films*, 2014, közlésre elfogadva, nyomdai előkészítés alatt.
- ²⁰ B. Fodor, P. Petrik, J. Volk, I. Lukacs, Seungjun Oh, Yutaka Wakayama, T. Nagata, M. Fried, „Mueller Matrix Ellipsometry of Two-Dimensional Periodic Submicron Structures”, *EMRS 2012 Fall Meeting*, Warsaw, Poland, September 17-21, 2012, poster presentation.
- ²¹ P. Petrik, T. Gumprecht, A. Nutsch, G. Roeder, M. Lemberger, G. Juhasz, O. Polgar, C. Major, P. Kozma, M. Janosov, B. Fodor, E. Agocs, M. Fried: Comparative measurements on atomic layer deposited Al₂O₃ thin films using ex situ table top and mapping ellipsometry, as well as X-ray and VUV reflectometry, *Thin Solid Films* 541 (2013) 131.
- ²² P. Petrik, B. Pollakowski, S. Zakel, T. Gumprecht, B. Beckhoff, M. Lemberger, Z. Labadi, Z. Baji, M. Jank, and A. Nutsch, „Characterization of ZnO structures by optical and X-ray methods”, *Applied Surface Science* 281 (2013) 123.
- ²³ E. Agocs, P. Petrik, S. Milita, L. Vanzetti, S. Gardelis, A.G. Nassiopoulou, G. Pucker, R. Balboni, M. Fried, „Optical characterization of nanocrystals in silicon rich oxide superlattices and porous silicon”, *Thin Solid Films* 519 (2011) 3002.

- ²⁴ I. Mohacsi, P. Petrik, M. Fried, T. Lohner, J.A. van den Berg, M.A. Reading, D. Giubertoni, M. Barozzi, A. Parisini, „Characterisation of ultra-shallow disorder profiles and dielectric functions in ion implanted Si”, *Thin Solid Films* 519 (2011) 2847.
- ²⁵ T. Lohner, P. Csíkvári, N.Q. Khánh, S. Dávid, Z.E. Horváth, P. Petrik, G. Hárs, „Spectroellipsometric and ion beam analytical investigation of nanocrystalline diamond layers”, *Thin Solid Films* 519 (2011) 2806.
- ²⁶ P. Petrik, Z. Zolnai, O. Polgar, M. Fried, Z. Betyak, E. Agocs, T. Lohner, C. Werner, M. Röppischer, C. Cobet, „Characterization of damage structure in ion implanted SiC using high photon energy synchrotron ellipsometry”, *Thin Solid Films* 519 (2011) 2791.
- ²⁷ E. Agocs, A. G. Nassiopoulou, S. Milita, and P. Petrik, „Model dielectric function analysis of the critical point features of silicon nanocrystal films in a broad parameter range”, *Thin Solid Films* 541 (2012) 53.
- ²⁸ P. Petrik, H. Egger, S. Eiden, E. Agocs, M. Fried, B. Pecz, K. Kolari, T. Aalto, R. Horvath, D. Giannone, „Ellipsometric characterization of thin nanocomposite films with tunable refractive index for biochemical sensors”, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 1352 (2011) 81.
- ²⁹ P. Petrik, „Characterization of Nanocrystals Using Spectroscopic Ellipsometry”, In: Sudheer Neralla (szerk.) *Nanocrystals - Synthesis, Characterization and Applications*, Rijeka: InTech, 2012. pp. 29-40. (ISBN:978-953-51-0714-9), 2012.
- ³⁰ P. Petrik and M. Fried, „Ellipsometry of semiconductor nanocrystals”, *Ellipsometry at the nanoscale*, M. Losurdo and K. Hingerl, Editors, DOI: 10.1007/978-642-33956-1, ISBN 978-3-642-33955-4, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 201, 2013.
- ³¹ P. Petrik, „Optical thin film metrology for optoelectronics”, *Journal of Physics - Conference series* 398 (2012) 012002.
- ³² P. Petrik, E. Agocs, „High Sensitivity Optical Characterization of Thin Films with Embedded Si Nanocrystals”, *ECS Transactions* 53 (2013) 43, 2013.
- ³³ Z. Zolnai, „Shape, size, and atomic composition analysis of nanostructures in 3D by Rutherford backscattering spectrometry”, *Applied Surface Science* 281 (2013) 17, 2013.
- ³⁴ P. Petrik, „Parameterization of the dielectric function of semiconductor nanocrystals”, *Physica B, közlésre elfogadva*, 2014.
- ³⁵ Petrik Péter, „Ellipszometria – Nanoszerkezetek optikai vizsgálata”, *Természet Világa* 142 (2011) 232.