

Dr hab. inż. Konstanty Marszałek

Kraków dnia 2.12.2022

Instytut Elektroniki WIEiT

Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica

Al. Mickiewicza 30

30-059 Kraków

[marszale@agh.edu.pl](mailto:marszale@agh.edu.pl)

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Piotra Pokryszki pt. Rozwój metod charakteryzacji in situ procesu MOVPE osadzania warstw azotkowych (AIIIN).**

Recenzja została wykonana na zlecenie Pana Przewodniczącego Rady Dyscypliny Automatyka, Elektronika i Elektrotechnika Politechniki Wrocławskiej prof. dr hab. inż. Andrzeja Dziedzica (pismo z dnia 30.09.2022 RDN AEE/173/2022)

**Ocena układu rozprawy doktorskiej**

Rozprawa została przygotowana w Katedrze Mikroelektroniki i Nanotechnologii Wydziału Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów Politechniki Wrocławskiej pod kierunkiem promotorki Pani prof. dr hab. inż. Reginy Paszkiewicz oraz promotora pomocniczego Pana dr inż. Mateusza Wośko.

Rozprawa na 127 stronach zawiera 54 rysunki, 14 tabel i 23 wzory. Składa się z 7 rozdziałów, podsumowania i 3 załączników. We wstępie pracy opisano zastosowanie technologii epitaksji z fazy gazowej ze związków metaloorganicznych MOVPE do wytwarzania heterostruktur oraz wykazano potrzebę monitorowania parametrów wytwarzanych warstw i kontrolowania parametrów procesu depozycji. Przedstawiono również projekty, dzięki którym praca została sfinansowana. W rozdziałach 3 i 4 opisano technologię wytwarzania i właściwości związków AIIIN. Zasadniczą część pracy stanowią rozdziały 5, 6 i 7, w których opisano metody charakteryzacji in situ stosowane do badania parametrów warstw, a w szczególności metody optyczne oraz opis urządzenia do badań in situ i jego wykonanie w ramach realizowanej pracy. Na zakończenie tej części pracy opisano wykonane badania i ich rezultaty. W rozdziale 8 przedstawiono podsumowanie i dyskusję wyników.

Układ i zawartość rozprawy doktorskiej uznaję za poprawne i oceniam je pozytywnie.

**Ocena zastosowanego piśmiennictwa w ramach rozprawy doktorskiej**

Zawartość bibliografii prezentowanej rozprawy to 127 pozycji bibliograficznych. Ponad 85% pozycji bibliograficznych to bieżące pozycje dotyczące tematyki pracy z lat 2013 do 2022. Kilka starszych pozycji z lat 1921-1999 odnosi się do danych krystalograficznych czy prac z początku studiów nad optycznymi metodami badań cienkich warstw i heterostruktur. Jedna z

pozycji literaturowych (58) nie posiada danych bibliograficznych. Jest to prawdopodobnie opis patentowy J. T. Zettlera i C. Kaspariego zatem jego numer i rok uzyskania powinny znaleźć się w opisie. Dwa odniesienia do stron internetowych dotyczą danych marketingowych i danych technicznych źródeł światła i nie wpływają na pozytywną ocenę doboru pozycji bibliograficznych.

Autor załączył również 12 pozycji bibliograficznych, w których jest współautorem, a w sześciu występuje jako pierwszy autor. Jedna z tych pozycji to zgłoszenie patentowe, cztery to wystąpienia konferencyjne a kilka z nich to artykuły z czasopism takich jak Sensors, Journal of Materials Science. Materials for Electronics czy Crystal Research and Technology.

Ten grupowy dorobek z dużym udziałem doktoranta oceniam wysoko jako wkład do rozwoju metod pomiarowych w zaawansowanych technologiach próżniowego wytwarzania warstw i heterostruktur.

Reasumując: zastosowane piśmiennictwo uważam za właściwie dobrane i przejrzyste przedstawione.

### **Wskazanie oraz ocena celu pracy kandydata**

Celem rozprawy było opracowanie stanowiska pomiarowego do prowadzenia badań w reaktorze epitaksjalnym MOVPE firmy AIXTRON CCS 3x2” oraz opracowanie metodologii pomiarowej umożliwiającej analizę takich parametrów jak: grubość warstwy, szybkość wzrostu warstwy oraz pośrednio temperatura wzrostu warstwy epitaksjalnej.

Autor precyzyjnie sformułował cel pracy określając go niestety jedynie w streszczeniu, a pomijając jego określenie w rozdziale 2. Motywacja i cel pracy.

W rozdziale 2 autor przedstawił hipotezę badawczą zakładającą, że istnieje możliwość oceny parametrów osadzanych warstw metodami optycznymi z wykorzystaniem podstawy grzejnej jako źródła światła. Ze względu na obecność plazmy niskotemperaturowej w komorach do wytwarzania cienkich warstw prowadzenie badań in situ napotyka na szereg trudności realizacyjnych. Z tego powodu zarówno tytuł jak i cel pracy oraz hipoteza badawcza wpisują się w obszar rozwoju zaawansowanych technologii depozycyjnych.

Pozytywnie oceniam sformułowanie celu i hipotezy jako zasadne i wpisujące się w rozwiązanie problemów badawczych związanych z technologią MOPVD a szczególnie jej potencjalnych zastosowań.

### **Wskazanie oraz ocena zastosowanych metod badawczych**

Materiałem do przeprowadzonych badań były heterostruktury  $Al_xGa_{1-x}N$  i  $Al_xGa_{1-x}N/GaN$  oraz warstwy GaN i AlN naniesione w reaktorze epitaksjalnym firmy AIXTRON typ CCS 3x2” w Katedrze Mikroelektroniki i Nanotechnologii Politechniki Wrocławskiej. Badania grubości otrzymanych struktur przeprowadzono metodami spektroskopii odbiciowej i transmisyjnej, fotoluminescencji oraz reflektometrii laserowej (dla lasera o długości fali  $\lambda = 635nm$ ) in situ jak również wykonano badania ex situ metodą Skaningowej Mikroskopii Elektronowej SEM. Spektroskopia odbiciowa została również zastosowana do wyznaczenia wartości szerokości przerwy energetycznej w funkcji temperatury. Dane optyczne uzyskane w pomiarach in situ pozwoliły na wyznaczenie temperatury nanoszonej struktury. Zastosowane metody badawcze są znane, niemniej komercyjne urządzenia do badań in situ są drogie i dedykowane do



konkretnych urządzeń technologicznych. Wykonanie urządzenia do przeprowadzenia badań dla reaktora epitaksjalnego AIXTRON CCS 3x2" daje szerokie możliwości kontrolowania parametrów zarówno dla procesu technologicznego jak i wytwarzanej struktury.

Wykorzystane w prezentowanej rozprawie metody badawcze są trafne, a ich implementacja do określonego reaktora i procesu pozwoliła na kontrolę in situ parametrów heterostruktur i warunków ich depozycji.

### **Ocena części rozprawy doktorskiej dotyczącej omówienia wyników badań**

Omówienie wyników badań składa się z dwóch części. Pierwsza to opis konstrukcji i sterowania wykonanego stanowiska pomiarowego. Druga część to porównanie wyników badań in situ grubości i prędkości wzrostu warstw otrzymanych w pomiarach optycznych metodą opracowaną przez autora z wynikami uzyskanymi metodą elektronowej mikroskopii skaningowej ex situ oraz metodą reflektometrii laserowej in situ. Badania przeprowadzono dla heterostruktur  $Al_xGa_{1-x}N$  i  $Al_xGa_{1-x}N/GaN$ .

W pierwszej części doktorant przedstawił problemy oraz sposób ich rozwiązania dla pomiarów prowadzonych w komorze próżniowej przy wysokich temperaturach podłoży oraz sposób wprowadzenia światłowodu do komory próżniowej i jego zabezpieczenie przed wpływem wysokiej temperatury.

W części pomiarowej opisał sposób realizacji pomiarów odbiciowych jak i transmisyjnych oraz metody wyznaczenia parametrów z otrzymanych danych optycznych. W pomiarach transmisyjnych jako źródło światła wykorzystał grzany, grafitowy stolik podłoży. Metody są opisane i omówione jasno i przejrzysto.

Niepokój recenzenta budzi jednak fakt oceny niepewności pomiarowej na poziomie 0,28% dla reflektometrii i 1,38% dla metody transmisyjnej (strona 99). Jeśli weźmiemy pod uwagę stabilność źródła światła (lampa ksenonowa), zjawiska występujące na powierzchni powstającej struktury, procesy w komorze depozycyjnej oraz stabilność transmisji okienka światłowodu i dokładność detektora to przedstawione wartości wydają się być zaniżone. Autor wymienia w opisie szereg zjawisk fizycznych i problemów obliczeniowych w realizowanej analizie wyników, niemniej w rezultacie przedstawiono wartości niepewności pomiarowej na niskim poziomie ułamka procenta.

Użycie metod optycznych do pomiaru grubości a szczególnie pomiaru temperatury dla wirujących podłoży jest rozwiązaniem problemu pomiaru tych wielkości in situ. Stanowi to zdecydowane osiągnięcie doktoranta i po zrealizowaniu planów rozwoju metody opisanych w podsumowaniu będzie stanowiło znaczący postęp w kontroli parametrów procesu MOVPE do precyzyjnego wytwarzania heterostruktur AIIIIN.

### **Informacje dotyczące praktycznego zastosowania wyników badań**

Metoda wytwarzania cienkich warstw a szczególnie warstw AIIIIN jest stosowana na skalę przemysłową jako szybsza i tańsza od epitaksji z wiązek molekularnych MBE. Wyniki prezentowanej pracy, w tym zgłoszenie patentowe P. Pokryszki, M. Wośko, R. Paszkiewicz pt. „Sposób i urządzenie do pomiaru właściwości fizycznych warstw półprzewodnikowych” (2020) mają bezpośredni związek z możliwością ich zastosowania w praktyce przemysłowej.

Autor rozwiązał w swojej pracy szereg problemów z różnych obszarów wiedzy od fizyki półprzewodników przez metody pomiarowe do aplikacji elektronicznych, co stanowi kompleksowe rozwiązanie dla tego typu reaktora epitaksjalnego i może być zastosowane bezpośrednio w przemyśle lub w przemysłowych laboratoriach R&D.

### **Informacje o nieprawidłowościach w ocenianej rozprawie**

Przedstawiona do oceny rozprawa jest edytorsko poprawna niemniej wymaga kilku korekt.

1. Autor swobodnie odnosi się do pojęć widmo i spektrum traktując je jako dwa rozróżnialne pojęcia. Jedno i drugie pojęcie oznacza badanie wielkości fizycznej np. transmisji w funkcji długości fali np. promieniowania elektromagnetycznego. Na stronie 11 oraz 65 pojawia się widmo monochromatyczne i widmo spektralne. Pierwsze to błąd ( albo widmo promieniowania elektromagnetycznego albo linia o określonej długości fali) a drugie to tautologia i zalecam w trakcie dalszej pracy naukowej zachowanie poprawności terminologicznej.
2. Rozprawa składa się ze 127 stron toteż wielokrotne umieszczanie tego samego rysunku wydaje się być przesadą, a ma to miejsce w tej pracy. Rys. 2.3 *Uproszczony schemat konstrukcji reaktora epitaksjalnego MOVPE firmy AIXTRON 3x2" typu CCS* pojawia się powtórnie na stronie 65 jako Rys 6.3 *Konstrukcja reaktora MOVPE CCS 3x@' firmy AIXTRON*. Według mojej opinii wystarczyło odwołać do rys 2.3.
3. Na stronie 30 znajduje się Tab. 4.1. *Parametry materiałowe azotku galu o strukturze wurcytu i strukturze kubicznej [24]* a na stronie 31 pojawia się tabela o tym samym numerze 4.1 ale o innym tytule i zawartości Tab 4.1 *Parametry strukturalne materiałów objętościowych [20], [24]*. W konsekwencji jedna z tabel nie występuje w spisie Tabel zamieszczonym na początku pracy.
4. Na stronie 83 i 84 znajdują się opis pomiarów grubości warstwy oraz zdjęcie przełomu wykonane metodą skaningowej mikroskopii elektronowej. Ze zdjęcia wynika, że warstwa ma 1,404 mikrometra, a zarówno opis w tekście pracy jak i rysunek 7.5 jest zwymiarowany w milimetrach. Zakładam, że to literówka i proszę o poprawę lub wyjaśnienie.
5. W kilku miejscach pracy dokonana została ocena dokładności realizowanych pomiarów. Jednak proszę o wyjaśnienie na jakiej podstawie podana została grubość warstw z dokładnością do 0,01 nm tj. 0,1 średniego promienia atomowego (patrz strona 95 linia 9 od góry „, grubość 3,77nm”, lub strona 91 Tabela 7.2 „ $D_T=1547,75\text{nm}$ ”). Podobnie z wartościami fluktuacji prędkości obrotowej wynoszącej 9,944 [obr/min] podanej z dokładnością do 0,001 w załączniku B.

### **Ocena oryginalności rozwiązania problemu naukowego**

Podjęta w rozprawie problematyka rozwoju metod charakteryzacji in situ procesu MOVPE osadzania warstw azotkowych (AIIIN) wpisuje się w obszar bieżących prac w kilku obszarach wiedzy i techniki. Po pierwsze wytwarzanie heterostruktur pracujących w wysokich temperaturach jest obecnie intensywnie rozwijane ze względu na rosnące potrzeby aplikacyjne elementów elektronicznych pracujących w wysokich temperaturach.. Metoda MOVPE jako szybsza i tańsza niż metoda epitaksji z wiązek molekularnych MBE i jest powszechniej



stosowana w przemyśle, zatem każda innowacja podnosząca jakość wytwarzanych struktur jest pożądana ze względu na rosnące reżimy technologiczne. Oryginalność konstrukcji systemu pomiarowego została potwierdzona szeregiem publikacji w czasopiśmie o zasięgu międzynarodowym i prezentacjach na konferencjach krajowych i zagranicznych, jak również zgłoszeniem patentowym. Również metody analizy otrzymanych wyników pomiarowych prowadzące do kontroli parametrów w układzie próżniowym przy wysokich temperaturach depozycji stanowią oryginalny wkład doktoranta i zespołu, w którym pracował, w rozwój technologii MOVPE.

### **Ocena ogólnej wiedzy kandydata w dyscyplinie oraz umiejętności samodzielnego prowadzenia pracy naukowej**

Przedstawiona do oceny praca doktorska zawiera szereg komponentów z kilku dziedzin wiedzy. Badania zostały przeprowadzone starannie i systematycznie. Autor wykonał dużą pracę konstrukcyjną i pomiarową używając szeregu technik badawczych jak również dokonując analizy i interpretacji otrzymanych wyników. Wyciągnięte przez autora wnioski znajdują pełne potwierdzenie w wynikach badań a hipoteza badawcza została w pełni udokumentowana. Z analizy załączonych publikacji, w których doktorant jest współautorem można stwierdzić, że wykazał umiejętność współpracy w zespołach badawczych i może być cenionym partnerem w badaniach, które będą prowadzone w przyszłości.

Na podstawie przedstawionej do oceny rozprawy doktorskiej stwierdzam, że wiedza ogólna mgr inż. Piotra Pokryszki w dyscyplinie automatyka, elektronika i elektrotechnika jest wysoka a zdobyte w trakcie jej realizacji doświadczenie pozwoli mu na samodzielne prowadzenie pracy zawodowej.

### **Podsumowanie**

Przedstawioną do recenzji rozprawę doktorską mgr inż. Piotra Pokryszki pt. *Rozwój metod charakteryzacji in situ procesu MOVPE osadzania warstw azotkowych (AIIN)* oceniam pozytywnie i stwierdzam, że spełnia ona wymagania stawiane rozprawom doktorskim przez ustawę o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. Nr 65, poz. 595, z późn.zm.). W związku z powyższym **wnioskuję o dopuszczenie jej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.**

Kraków dnia 02 grudnia 2022

  
Konstanty Marszałek