Łódź, 6 kwietnia 2018 r.

Prof. dr hab. Zbigniew Lisik
Katedra Przyrządów Półprzewodnikowych
i Optoelektronicznych Politechniki Łódzkiej
ul. Wólczańska 211/215
90-924 Łódź

tel: (42) 631 26 30
fax: (42) 636 22 38
e-mail: zbigniew.lisik@p.lodz.pl

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Dominiki Teklińskiej

pt. „Characterization of cubic silicon carbide epitaxial layers crystallized on silicon substrates by CVD method"

przedłożonej Radzie Wydziału Inżynierii Materiałowej, Politechniki Warszawskiej

Praca doktorska mgr inż. Dominiki Teklińskiej pt. „Characterization of cubic silicon carbide epitaxial layers crystallized on silicon substrates by CVD method" jest poświęcona generalnie zagadnieniom wytwarzania heteropodłoży z epitaksjalnymi warstwami materiału docelowego wytworzonymi na płytkach podłożowych innego typu. Rozwiązanie takie jest powszechnie stosowane w przypadku materiałów docelowych, dla których nie opanowano jeszcze technologii wytwarzania monokrystalicznych podłoży o zadawalającej jakości lub gdy postępowanie takie istotnie obniży koszty podłoży wykorzystywanych komercyjnie. Obszarem zainteresowań doktorantki jest wytworzenie monokrystalicznych warstw epitaksjalnych 3C-SiC na monokrystalicznych podłożach krzemowych, a jej praca stanowi element badań w tym obszarze, prowadzonych od szeregu lat w wielu ośrodkach światowych. W swoich badaniach skupiła się ona na pierwszym etapie realizacji takiego heteropodłoża obejmującego wytworzenie warstwy nawęglonej (ang. carbonization layer) oraz zainicjowanie osadzania na niej warstwy 3C-SiC w procesie CVD przy różnych warunkach prowadzenia tych procesów. Można oczekiwać, że przedstawione przez nią wyniki badań przybliżą moment pojawienia się pierwszych komercyjnych podłoży epitakcjalnych 3C-SiC osadzonych na monokrystalicznym krzemie.

Autorka recenzowanej rozprawy podzieliła ją na szereg rozdziałów poświęconych kolejno omawianym zagadnieniom. Przedstawienie celu pracy poprzedziła ona obszernym wprowadzeniem obejmującym dwa pierwsze rozdziały pracy zawierające ogólną prezentację węglika krzemu jako materiału z uwzględnieniem możliwych zastosowań epitaksjalnych warstw 3C-SiC na podłożu krzemowym oraz technologii osadzania takich warstw. Sam cel pracy został przedstawiony bardzo ogólnie a hipotezy badawcze zostały sformułowane na tyle ogólnie, że nie można na ich podstawie zidentyfikować na czym polega ich oryginalność, czyli istota problemu naukowego, którego rozwiązanie ma być podstawą do wystąpienia o nadanie tytułu. Odpowiedź na to pytanie wyłania się dopiero w trakcie dalszej lektury

rozprawy. Recenzent uważa, że aby stało się zadość wymaganiom, jest wskazane aby doktoranta formalne przedstawiła podczas obrony te problemy, których rozwiązanie było przedmiotem prowadzonych badań.

Rozdział 4, „Experimental Part", jest pierwszym rozdziałem traktującym o podjętych badaniach. Autorka podzieliła go na dwie części. W pierwszej, ograniczonej do 3 stron, przedstawiła sprzęt oraz podstawowe procedury pomiarowe, z których korzystała do charakteryzacji procesów zachodzących przy wytwarzaniu warstwy nawęglonej na podłożu krzemowym. W drugiej,6 stronicowej części rozdziału omówiono procesy technologiczne wykorzystane w przeprowadzonych w pracy eksperymentach. Poświęcenie nieco więcej miejsca tym zagadnieniom, prezentującym zastosowany warsztat badawczy, byłoby niewątpliwie z korzyścią dla rozprawy.

Rozdział 5, o ogólnym tytule „Results and Discussion", stanowi zasadniczą część rozprawy, obejmującą ponad połowę jej objętości. Przedstawiono tu wszystkie dokonania badawcze Autorki. Można w nim wyodrębnić kilka spójnych fragmentów, które z korzyścią dla klarowności samej pracy mogłyby być przedstawione jako samodzielne rozdziały i tak będą potraktowane w recenzji. Takimi podstawowymi spójnymi fragmentami omówionymi poniżej są opisy badań prowadzonych z trzema prekursorami, propanem, metanem i acetylenem. Można sądzić, że porównanie możliwości wykorzystania tych prekursorów do uzyskania optymalnych epitaksjalnych podłoży 3C:SiC osadzonych na bazowym podłożu Si w tych samych warunkach technologicznych było jednym z istotnych celów podjętych prac. Tematyka osadzania takich warstw z użyciem tych prekursorów posiada bogatą bibliografię Istotną wadą przedstawionego w rozprawie opisu badań podjętych przez Autorkę jest kompletny brak odniesienia do tych wcześniejszych prac, co utrudnia identyfikację jej autorskich dokonań.

Najwięcej miejsca poświęciła Autorka fragmentowi dotyczącemu użycia propanu jako prekursora. W tym fragmencie jest także zlokalizowana większość jej oryginalnych wyników. Dla przeprowadzonych eksperymentów wzrostu warstwy nawęglonej przyjęła ona bazowy zestaw parametrów procesu technologicznego powołując się na wcześniej przeprowadzone, ale nie pokazane, testowe procesy wzrostu. Wydaje się, że w pracy doktorskiej takie lapidarne wytłumaczenie wyboru tych parametrów jest niewystarczające.

Wyniki eksperymentów są przedstawione w dwóch podrozdziałach, 5.2.1 i 5.2.2. Pierwszy z nich zawiera wyniki badań wpływu temperatury na jakość uzyskanej nawęglonej warstwy 3C. Pokazują one istotny wpływ temperatury na jakość tej warstwy. Musi ona być dostatecznie duża aby uniknąć węglowych inkluzji, a jednocześnie odpowiednio niska aby uzyskać warstwę najbardziej jednorodną o płytko położonych, niewielkich pustych przestrzeniach w krzemie (ang. voids). W warunkach przeprowadzonego eksperymentu Autorka zaproponowała jako optymalną temperaturę 1050°C. Drugi podrozdział zawiera wyniki badań wpływu ciśnienia na jakość uzyskanych warstw. Umożliwiły one na wskazanie ciśnienia 30 mbar jako ciśnienia najbardziej odpowiedniego dla uzyskania warstw wysokiej jakości. Badania te zostały już przedstawione przez Autorkę w pracy opublikowanej w renomowanym czasopiśmie Journal of Crystal Growth (vol.401, 2014,ss.542-546), co można uznać za potwierdzenie ich wysokiego poziomu naukowego. Szkoda jedynie, że praca to nie została uwzględniona w bibliografii rozprawy. Fragment ten kończy zaproponowany przez Autorkę i przedstawiony na rys.37 przewodnik realizacji optymalnej warstwy nawęglonej 3C:SiC na podłożu krzemowym.

Podrozdział 5.2.3, stanowiący fragment dotyczący wykorzystania metanu jako prekursora. Jest on napisany w formie omówienia pomiarów warstw nawęglonych 3C:SiC

osadzonych na podłożach krzemowych o orientacji (100) oraz (111). Nie wspomniano w nim o parametrach użytego procesu osadzania, ale biorąc pod uwagę, że opis ten jest ukierunkowany na wskazanie różnic w parametrach uzyskanych warstw przy zmianach temperatury i ciśnienia w takich samych granicach jak w eksperymentach z propanem, można przyjąć, że te parametry były w obu przypadkach takie same. Opis przedstawionych wyników pomiarów SEM i AFM jest dość ogólny, a czasami można odnieść wrażenie, że Doktoranta wie więcej niż postronny czytelnik może zauważyć (np. stwierdzenie na podstawie obrazu AFM obecności inkluzji węgla i krzemu). Wynika to zapewne z faktu, że dysponowała ona większym materiałem pomiarowym niż przedstawiony w pracy. Generalnie wpływ temperatury i ciśnienia na jakość uzyskanych warstw był podobny, ale ich parametry gorsze niż w przypadku użycia propanu, co doprowadziło Autorkę do konkluzji, że metan nie jest odpowiednim prekursorem dla wzrostu nawęglonych warstw.

Badania z użyciem trzeciego prekursora, acetylenu, są zebrane w podrozdziale 5.2.4. Są one także prezentowane w kontekście procesu wykorzystującego propan jako prekursor, przy założeniu tych samych podstawowych parametrów procesu technologicznego. Obszar zmiennych parametrów został jednak powiększony i obok temperatury i ciśnienia zawiera także szybkość przepływu acetylenu. Przedstawione wyniki bazują na ocenie morfologii procesowanych powierzchni z wykorzystaniem SEM oraz AFM. Doprowadziły one Autorkę do zdefiniowania optymalnego jej zdaniem zestawu parametrów zapewniających uzyskanej warstwie ciągłość oraz minimalną chropowatość i zawartość inkluzji węglowych. To ostatnie zostało potwierdzone dodatkowymi pomiarami z użyciem spektroskopii Ramana. Końcowym wnioskiem podsumowującym ten fragment jest wskazanie acetylenu jako najbardziej odpowiedniego prekursora z pośród użytych w przeprowadzonych w pracy badaniach eksperymentalnych.

W ostatnim podrozdziale 5.3 Doktorantka prezentuje podjęte przez nią działania w obszarze dalszego wykorzystania hetero-podłoży posiadających wytworzoną na podłożach Si warstwę nawęgloną 3C:SiC. Jako pierwsze, przedstawiła ona próby osadzenia na takim hetero-podłożu warstwy 3C:SiC o grubości ok. 2,6 μm. Otrzymane warstwy, pokazane na obrazach SEM, miały strukturę polikrystaliczną, ale Autorka sygnalizuje, że podała proces wzrostu optymalizacji w celu polepszenia tej struktury. Jest to przedstawione w formie informacji sygnalnej i wymagałaby rozwinięcia, jeżeli te wyniki byłyby prezentowane podczas obrony. Jako drugie działanie przedstawiła Doktorantka próby osadzenie na hetero-podłożu warstwy grafenowej. Uzyskane wyniki mogą posłużyć jako punkt wyjścia do dalszych badań.

Uwagi szczegółowe:

Podczas lektury pracy nasunęło mi się szereg uwag szczegółowych dotyczących głównie formy prezentacji materiału, a w niektórych przypadkach także poprawności formułowanych stwierdzeń. Część z nich, jak np. znikomą ilość odniesień do wcześniejszych prac w obszarze tematycznym pracy, wskazałem omawiając poszczególne rozdziały. Dostrzeżone mankamenty nie mają jednak istotnego wpływu na poprawność prezentacji wyników i ich wartość merytoryczną. W samej recenzji chciałbym przytoczyć tylko kilka z nich:

- Przygotowując bibliografię Autorka przyjęła koncepcję numerowania pozycji w kolejności ich cytowania w rozprawie, co jest rozwiązaniem nie powszechnym ale często stosowanym. Przeniosła ona jednak także manierę występującą w niektórych czasopismach ograniczania się do nazwisk autorów i danych dotyczących miejsca publikacji. W pracach

promocyjnych, do których należy także rozprawa doktorska, powinno się jednak podawać także tytuł cytowanej pracy, co pozwala na łatwą ocenę istotności publikacji dla treści pracy promocyjnej.

- Prezentując stosowane metody pomiarowe wykorzystano na Fig.17 do ich zilustrowania przykładowe wyniki badań nie podając ich źródła. Można domyślać się, że zostały one zaczerpnięte z wyników badań przedstawionych w rozdz.5.2.1, przeprowadzonych dla propanu jako prekursora. Należało to jednak wskazać.
- Autorka nadużywa pojęcia „analiza termodynamiczna" dla omawiania uzyskanych wyników. Pod tym pojęciem rozumie się raczej rozważania teoretyczne wykorzystujące aparat pojęciowy działu nauki nazywanego Termodynamiką lub Fizyką statystyczną.
- Autorka przyjęła metodę łączenia na wykresie punktów pomiarowych dla prezentacji trendów badanych wielkości wynikających ze zmian wartości niezależnych. Jest to metoda stosowana w pracach badawczych, aczkolwiek preferuje się wprowadzanie interpolacji wynikowej zależności. Niepokój budzą małe ilości punktów pomiarowych użytych do tworzenia wykresów będących podstawą dla wyciągania wniosków, co czyni je w wielu przypadkach mniej wiarygodnymi. Ma np. to miejsce gdy w przypadku Fig.29 zawierającym 4 punkty pomiarowe, z których jeden wyraźnie odbiega od pozostałych, stawia się tezę, że jest to punkt osobliwy dla badanego procesu. Stwierdzenie takie wymagałoby chociażby jeszcze jednego punktu w jego sąsiedztwie, który wykazywałby podobne odchylenie od pozostałych. Podobna sytuacja występuje w przypadku gdy tworzy się zależności krzywoliniowe na podstawie 3 punktów pomiarowych jak to ma np. miejsce na Fig.44 czy Fig.50.
- Opisując wyniki przedstawione na Fig.32, Autorka omawia obraz AFM dla próbki wykonanej przy ciśnieniu 40 mbar, którego na wskazanym rysunku (Fig,32d) nie ma
- W rozdz.5.3.1, Fig.60 i Fig.61, o podstawowym znaczeniu dla omawianych treści, zawierają szereg zależności przedstawionych liniami o różnych kolorach, które zarówno w podpisie pod rysunkami jak i towarzyszącym tekście nie są ani nazwane ani omówione.

Wniosek końcowy:

Przedstawione powyżej pewne uwagi krytyczne nie obniżają wartości merytorycznej rozprawy doktorskiej przygotowanej przez mgr inż. Dominikę Teklińską. W konkluzji mojej recenzji chciałbym stwierdzić, że spełnia ona wszystkie wymogi stawiane przed tego typu pracami w myśl Ustawy z dnia 14 marca 2003 r. z późniejszymi zmianami o tytule i stopniach naukowych i wnioskuję o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

