

Dr hab. inż. Mariusz Sochacki, prof. uczelni
Politechnika Warszawska
Instytut Mikroelektroniki i Optoelektroniki
Koszykowa 75
00-662 Warszawa

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

Recenzowana praca posiada charakter aplikacyjny o dużym potencjale wdrożeniowym. Temat rozprawy doktorskiej dotyczy charakteryzacji w czasie rzeczywistym układów wielowarstwowych złożonych z azotków metali trzeciej grupy układu okresowego (AlIIN) wytwarzanych w procesie epitaksji z fazy gazowej ze związków metaloorganicznych (MOVPE) realizowanej z wykorzystaniem metod analizy widma optycznego uzyskiwanego w trybie odbiciowym oraz transmisyjnym. Analizowane z wykorzystaniem metod zaproponowanych w rozprawie doktorskiej struktury epitaksjalne AlGaN/GaN stanowią bardzo intensywnie rozwijaną aktualnie technologię półprzewodnikową stojącą u podstaw rozwoju najnowocześniejszych tranzystorów mocy wielkiej częstotliwości stosowanych zarówno w obszarze energoelektroniki, jak również w sektorze produkcji urządzeń telekomunikacyjnych, radiokomunikacyjnych i radiolokacyjnych. Warto podkreślić, że z uwagi na konstrukcję reaktorów do realizacji procesów MOVPE oraz specyfikę samego procesu wzrostu warstw wytwarzanych z wykorzystaniem tej metody, implementacja metod charakteryzacji *in situ* o wysokiej dokładności i powtarzalności jest zagadnieniem szczególnie trudnym, co nie zostało wyraźnie zaakcentowane w rozprawie doktorskiej, chociażby poprzez odniesienie się do znacznie szerszych możliwości charakteryzacji warstw w czasie rzeczywistym w przypadku metody epitaksji z wiązek molekularnych (MBE). Charakteryzacja *in situ* jest jednocześnie elementem krytycznym optymalizacji procesów wzrostu epitaksjalnych struktur przyrządowych, co zostało przedstawione na przykładzie tranzystorów HEMT w artykule współautorstwa Doktoranta w pozycji [29] bibliografii. Artykuł ten stanowi jednocześnie najliczniej cytowaną publikację w dorobku Doktoranta. Zaproponowane w pracy wykorzystanie podstawy grzejnej reaktora jako źródła światła w implementowanych metodach charakteryzacji można uznać nie tylko za podejście innowacyjne, ale także znacznie upraszczające konstrukcję, a zarazem koszt stanowiska pomiarowego, co jest istotne w przypadku wdrażania opracowywanych metod pomiarowych. Zaproponowana w pracy optyczna metoda charakteryzacji *in situ* zapewnia przede wszystkim precyzyjny pomiar grubych warstw epitaksjalnych w połączeniu z monitorowaniem temperatury wzrostu, dzięki czemu możliwa jest optymalizacja powtarzalności struktur epitaksjalnych uzyskiwanych w kolejno następujących po sobie procesach wzrostu. Takie podejście do rozwiązania zdefiniowanego problemu wskazuje na dobrą znajomość oczekiwań rynkowych producentów urządzeń do wzrostu warstw epitaksjalnych i bardzo dobrze koreluje z aplikacyjnym charakterem rozprawy doktorskiej. Rozwijana metoda charakteryzacji ma realny potencjał zbudowania rozwiązania alternatywnego do zestandaryzowanych metod pomiarowych wykorzystujących reflektometr laserowy 635 nm, chociaż wymaga realizacji prac o charakterze rozwojowym i

przedwdrozeniowym. Uzyskane dotychczas wyniki wskazują zdaniem recenzenta, że istotny wpływ na błąd uzyskiwanej wartości grubości warstw ma pominięcie w analizie części urojonej zespolonego współczynnika załamania. Brak analizy wpływu współczynnika ekstynkcji na dokładność pomiaru grubości warstwy pozostawia największy niedosyt po lekturze całości rozprawy doktorskiej. Z całą pewnością symulacja i modelowanie wpływu tego współczynnika na wyniki pomiarowe dałyby jasny obraz kierunków dalszego rozwoju metody, w szczególności dla długości fali poniżej $\lambda = 500$ nm w odniesieniu do analizowanych w pracy struktur epitaksjalnych.

Konspekt i układ liczącej 127 stron pracy są czytelne, przejrzyste, można je uznać za wzorcowe. Autor nie ustrzegł się drobnych literówek i drobnych błędów językowych, a używana nomenklatura naukowa jest poprawna poza drobnymi przeoczeniami, które wynikają ze skrótów myślowych, co nie wpływa w jakikolwiek sposób na zrozumiałość tekstu. Przykłady:

- str. 10, 14: „azotki trzeciej grupy układu okresowego” zamiast azotki metali trzeciej grupy układu okresowego,
- str. 10: „strukturze krystalizującej warstw” zamiast strukturze krystalicznej warstw,
- str. 15, 30: „dyskretnych wartości fal elektromagnetycznych” zamiast dyskretnych wartości długości fali elektromagnetycznej,
- str. 18: „...osadzanej wielowarstwowy” zamiast osadzanej wielowarstwy,
- str. 23: „pomiaru umożliwiły oceny parametrów” zamiast pomiaru umożliwiły ocenę parametrów,
- str. 25: „ograniczona przez dynamiką” zamiast ograniczona przez dynamikę.

Bibliografię stanowią 123 pozycje literaturowe, które zostały prawidłowo dobrane i w pełni ilustrują tematykę opisywanych technologii oraz metod charakteryzacji, stanowią bardzo dobry materiał źródłowy. Na podstawie dokonanego przeglądu literatury Doktorant poprawnie zdefiniował hipotezę badawczą, główne cele i zakres pracy. Rozprawa doktorska zawiera spis ilustracji, spis tabel, spis oznaczeń, skrótów i akronimów, które porządkują przedstawione w pracy treści i często ułatwiają jej lekturę. Główna część rozprawy składa się ze streszczenia oraz dziewięciu kolejnych rozdziałów stanowiących kolejno:

- wstęp do technologii, charakteryzacji i zastosowań azotków metali trzeciej grupy układu okresowego wraz z zasadnością stosowania tych materiałów w konstrukcji nowej generacji przyrządów półprzewodnikowych oraz stosowania charakteryzacji *in situ* w optymalizacji procesów wzrostu struktur epitaksjalnych (rozdział 1),
- opis motywacji i celu pracy zawierający porównanie parametrów przyrządów wykonanych w różnych technologiach półprzewodnikowych, określenie parametrów procesu MOVPE możliwych do monitorowania w czasie rzeczywistym i przede wszystkim definicję hipotezy badawczej (rozdział 2),
- omówienie szczegółów procesu wzrostu z wykorzystaniem techniki MOVPE (rozdział 3),
- opis właściwości elektro-fizycznych azotków metali trzeciej grupy układu okresowego z naciskiem na modele temperaturowych zależności współczynnika załamania światła oraz optycznej przerwy energetycznej (rozdział 4),
- opis stosowanych metod charakteryzacji *in situ* parametrów warstw epitaksjalnych i procesu wzrostu z podziałem na techniki wykorzystujące promieniowanie monochromatyczne oraz analizę widmową (rozdział 5),
- wykorzystaną w pracy metodykę pomiarów *in situ* oraz omówienie zastosowanych elementów składowych toru pomiarowego wraz z opisem autorskiej sondy pomiarowej (rozdział 6),

- opis badanej w pracy struktury epitaksjalnej wraz z wynikami charakteryzacji *in situ* mającej na celu wyznaczenie szybkości wzrostu, grubości warstwy oraz temperatury z wykorzystaniem pomiaru w trybie odbiciowym oraz transmisyjnym (rozdział 7),
- podsumowanie i wnioski (rozdział 8),
- bibliografię (rozdział 9).

Na ostatnich stronach przedłożonej rozprawy Doktorant zamieścił wykaz publikacji, których jest współautorem oraz projektów badawczych, których był wykonawcą.

Główny cel pracy został precyzyjnie określony na stronie 17: „Autor rozprawy postawił sobie za cel opracowanie metody oceny *in situ* parametrów warstw osadzanych techniką MOVPE przy zastosowaniu promieniowania odbitego oraz transmitowanego pochodzącego od źródeł zewnętrznych i z grzejnej podstawy grafitowej”. W tym samym rozdziale na stronie 21 została zdefiniowana hipoteza badawcza: „Istnieje możliwość oceny parametrów osadzanych warstw metodami optycznymi z wykorzystaniem podstawy grzejnej jako źródła światła”. Zarówno główny cel pracy, jak i hipoteza badawcza zostały sformułowane w sposób obejmujący w pełni oryginalny i innowacyjny dorobek Doktoranta. Wykorzystanie wyników pomiarowych uzyskanych w trybie odbiciowym z wykorzystaniem komercyjnego interferometru laserowego stanowiło najlepszą z dostępnych referencji dla oceny rezultatów charakteryzacji *in situ* uzyskiwanych w trybie transmisyjnym z wykorzystaniem podstawy grzejnej jako źródła światła. Na stronach 22-23 przedstawiony zostały pełny zakres prowadzonych prac badawczych i elementów składających się na całość ocenianej rozprawy doktorskiej.

Z wykazu publikacji Doktoranta wynika, że zajmował się tematyką charakteryzacji *in situ* materiałów półprzewodnikowych co najmniej od 2019 roku. Niezwykle istotnym elementem dorobku Doktoranta podkreślającym jeszcze mocniej aplikacyjny charakter prowadzonych badań oraz dynamikę prowadzonych w tym zakresie prac jest złożone w dniu 08.05.2020 roku zgłoszenie patentowe o numerze P.433833 w Urzędzie Patentowym Rzeczypospolitej Polskiej autorstwa Doktoranta oraz obojga Promotorów (Piotr Pokryszka, Mateusz Wośko, Regina Paszkiewicz) pod nazwą „Sposób i urządzenie do pomiaru właściwości fizycznych warstw półprzewodnikowych”. Poza patentem w wykazie publikacji Autora znajdują się 4 komunikaty na konferencjach o zasięgu międzynarodowym oraz 3 komunikaty zaprezentowane na Krajowej Konferencji Elektroniki. Wszystkie komunikaty znalazły się w wydawnictwach pokonferencyjnych (5 komunikatów) lub zostały opublikowane w Przeglądzie Elektrotechnicznym (2 komunikaty). Tematyka prezentowanych komunikatów jednoznacznie wskazuje na bardzo aktywny udział Doktoranta w projektach badawczych realizowanych w Katedrze Mikroelektroniki i Nanotechnologii Politechniki Wrocławskiej, których tematyka jest w przeważającej mierze skupiona na wytwarzaniu struktur epitaksjalnych materiałów półprzewodnikowych grupy AIIIN pod kątem konstrukcji przyrządów półprzewodnikowych dużej mocy oraz/lub wielkiej częstotliwości. Funkcjonowanie w zespole bezpośrednio związanym z technologią wzrostu warstw epitaksjalnych z całą pewnością przyczyniło się do biegłego opanowania warsztatu młodego pracownika nauki w zakresie rozwoju innowacyjnych technik charakteryzacji *in situ*, które były niezbędne w procesach optymalizacji technologii. Doktorant jest współautorem 4 artykułów naukowych indeksowanych na liście JCR oraz w wykazie czasopism Ministerstwa Edukacji i Nauki o sumarycznym wskaźniku $IF=9,37$, 370 pkt. MEiN. Uzyskany dorobek naukowy uznaję za wystarczający i oceniam pozytywnie, mając na uwadze aplikacyjny charakter ocenianej rozprawy doktorskiej.

Krytyczne elementy konstrukcyjne stanowiska pomiarowego zostały dobrane w sposób poprawny. Wybór lampy ksenonowej jako źródła światła stosowanego w trybie pomiaru odbiciowego jest całkowicie uzasadniony poprzez użyteczną maksymalną moc optyczną generowaną w zakresie spektralnym 340 – 600 nm. Zakres pracy widmowej zastosowanych światłowodów nie wpływa na analizowany sygnał pomiarowy. Wykorzystywana w pracy kapilara pomiarowa jest autorskim rozwiązaniem Doktoranta. Wysoka temperatura procesów epitaksji wymusiła konieczność modyfikacji światłowodów na odcinku znajdującym się bezpośrednio ponad powierzchnią analizowanych próbek. Szczegóły związane z procesem modyfikacji światłowodu zostały przedstawione na stronach 72-73. Doktorant proponuje zmianę w ramach przyszłych prac apertury numerycznej światłowodu od wartości $NA = 0,22$ do wartości $NA = 0,10$ w celu zwiększenia gęstości mocy optycznej. Po zapoznaniu się z prezentowanymi wynikami pomiarów, modyfikacja taka nie wpłynie w znaczący sposób na uzyskanie większej dokładności pomiarowej, a przyczyni się z całą pewnością do znaczącej komplikacji procesu justowania układu optycznego i zwiększenia kosztów docelowego rozwiązania. Nie uważam proponowanej zmiany za szczególnie istotną z punktu widzenia rozwoju prezentowanej metody pomiarowej. Uzyskiwany obszar pomiarowy na poziomie 30 mm^2 wydaje się być całkowicie wystarczający z punktu widzenia przewidywanych zastosowań głowicy pomiarowej. Istotnym elementem jest zaprojektowany i wykonany przełącznik optyczny, który pozwala z jednej strony bardzo ograniczyć koszty całego toru optycznego, a z drugiej strony jest ważnym elementem układu pomiarowego, pozwalającym zmniejszyć szумы spowodowane efektami termicznymi, co w oczywisty sposób będzie się przekładało na dokładność efektywnego sygnału różniczkowego. Wyłączenie tego obszaru badawczego z ogólnego nurtu rozważań i opublikowanie w postaci odrębnego artykułu wymienionego w pozycji [119] załączonej bibliografii uważam za wartościowy element dorobku Doktoranta, kolejny raz wskazujący, że docelowa aplikacja była głównym celem rozprawy doktorskiej. Wybór używanych w trakcie analizy spektrometrów optycznych jest poprawny, ale nie zwrócono należytej uwagi na ich ograniczenia. Rozdzielczość widmowa używanych w pracy spektrometrów optycznych zaczyna wpływać w znaczący już sposób na dokładność określenia zawartości glinu w warstwie epitaksjalnej, co w efekcie nie pozwala na wyznaczenie poziomu zawartości glinu z dokładnością większą niż 2%. Na opisywany efekt z całą pewnością nakłada się również błąd algorytmu filtracji sygnału, co dodatkowo zwiększa niepewność pomiarową opracowywanej metody. Nie jest to istotna wada opracowanego rozwiązania, ale z całą pewnością warto na ten efekt zwrócić uwagę przy dalszym doskonaleniu i rozwoju metody pomiarowej.

Tematyka rozprawy jest szczególnie aktualna za sprawą dynamicznego rozwoju technologii wytwarzania azotkowych struktur epitaksjalnych do zastosowań w przyrządach elektronicznych i optoelektronicznych, które w sposób nieunikniony wymagają precyzyjnej kontroli grubości warstw, temperatury procesu oraz analizy składu materiałów wieloskładnikowych. Biorąc jednak pod uwagę użyteczne zakresy pomiaru grubości warstwy, charakterystyczne dla proponowanej metody, dominującym rynkiem będą struktury epitaksjalne wytwarzane do zastosowań w elektronice. Nie umniejsza to znaczenia opracowanej metody pomiarowej z uwagi na bogatą różnorodność struktur epitaksjalnych wytwarzanych do zastosowań elektronicznych. Przyrządy półprzewodnikowe w technologii azotku galu wykorzystywane w energoelektronice są konstruowane, nie wchodząc w szczególności, w oparciu o odmienne struktury epitaksjalne niż przyrządy mocy pracujące w zakresie wielkich częstotliwości. Uniwersalny w tym obszarze charakter zaproponowanej metody monitorowania *in situ* wzrostu struktur epitaksjalnych na różnych podłożach

sprawia, że metoda ta z powodzeniem sprawdzi się w analizie procesów wzrostu struktur epitaksjalnych dla przyrządów stosowanych w przekształtnikach energoelektronicznych, jak również przyrządów wykorzystywanych w konstrukcji układów nadawczych sieci 5G i urządzeń radiolokacyjnych.

Najmocniejszą stroną recenzowanej rozprawy jest porównanie metod charakteryzacji *in situ* wykorzystujących tryb odbiciowy i transmisyjny, które udało się zaimplementować pomimo poważnych ograniczeń związanych z konstrukcją reaktorów MOVPE. Wykorzystanie podstawy grzejnej jako źródła światła upraszcza w znacznym stopniu układ pomiarowy i przede wszystkim nie wymaga rejestrowania w sposób ciągły widm spektralnych. Grubość warstwy jest w tej metodzie wyznaczana na podstawie różnicy pomiędzy widmem zmierzonym w temperaturze procesu przed osadzaniem warstwy epitaksjalnej i widmem uzyskiwanym w trakcie trwania procesu, co jest bez wątpienia dużą zaletą rozwijanej metody pomiarowej. Prezentowane w tabeli 7.7 wyniki wyznaczania grubości warstwy przy wykorzystaniu opracowanej metody transmisyjnej są w pełni zbieżne z wynikami uzyskanymi przy wykorzystaniu komercyjnego reflektometru laserowego 635 nm, co pozwoliło na udowodnienie postawionej hipotezy badawczej. Podstawa grzejna może być bez wątpienia wykorzystywana bardzo skutecznie jako źródło światła przy ocenie parametrów osadzanych warstw epitaksjalnych z wykorzystaniem metod optycznych. Temperatura procesów epitaksji związków grupy AlIIIIN, przekraczająca często 1000°C, daje efektywną możliwość oceny *in situ* parametrów osadzanych warstw półprzewodnikowych, co zostało skrupulatnie zweryfikowane przez Doktoranta z wykorzystaniem innych metod pomiarowych *in situ* oraz *ex situ*. Dokładność pomiaru temperatury *in situ* w zakresie 950°C – 1050°C określona na lepszą niż 1% błędu względnego stanowi bardzo dobry wynik w przypadku prezentowanej technologii wzrostu struktur epitaksjalnych do zastosowań elektronicznych.

Za najłabszą stroną rozprawy postrzegam pominięcie analizy wpływu urojonej części współczynnika załamania światła dla różnych energii fotonów przynajmniej od strony modelowania i oceny wpływu na uzyskiwane wyniki pomiarowe, w szczególności dla będącej w pewnym sensie referencyjną, metody odbiciowej, gdzie analizowane były elementy widma optycznego z zakresu 450 – 510 nm. Dla analizowanych w pracy materiałów półprzewodnikowych zakres ten będzie wrażliwy na występowanie różnego rodzaju defektów o charakterystycznej energii w przerwie energetycznej, które będą z całą pewnością wpływały na dokładność pomiaru grubości warstwy. Uwzględnienie, zawartej w planach Doktoranta na przyszłość, analizy zespolonego współczynnika załamania światła dla różnych energii fotonów w funkcji temperatury z całą pewnością wpłynęłoby na poprawę dokładności wyników uzyskiwanych w metodzie odbiciowej, która szczęśliwie nie znalazła się w głównym obszarze badawczym realizowanej rozprawy doktorskiej. Analiza widma optycznego z zakresu 560 nm – 635 nm w przypadku metody transmisyjnej miała w oczywisty sposób znacznie mniejszy wpływ na dokładność wyników pomiarowych z uwagi na typowy rozkład energetyczny defektów występujących w strukturach epitaksjalnych AlGaIn/GaN HEMT. Za innowacyjną postrzegam w tym miejscu podjętą próbę analizy wyników dla widma odbiciowego z zakresu 450 – 510 nm z powodu wielu dodatkowych informacji, które można uzyskać w ten sposób poza pomiarem grubości warstwy oraz jej temperatury. Uważam to zagadnienie za bardzo wartościowe w przypadku kontynuacji planowanych prac rozwojowych i przedwdrożeniowych.

Podsumowując, sposób prezentacji nie tylko koncepcji układu pomiarowego, ale także uzyskanych wyników nie pozostawia żadnych wątpliwości, że planowany do realizacji zakres prac został wykonany, główny cel pracy został osiągnięty, a hipoteza badawcza została

udowodniona. Powstał przebadany w warunkach rzeczywistych system z pełnym opisem teoretycznym analizy uzyskiwanych na wyjściu danych pomiarowych w kierunku oceny grubości warstw oraz temperatury prowadzonych procesów. Zaprezentowane w pracy wyniki świadczą o dużym nakładzie pracy Doktoranta związanym z konstrukcją stanowiska pomiarowego w trudnym otoczeniu laboratorium klasy *clean-room* oraz przy ograniczeniach związanych z konstrukcją reaktorów MOVPE, co z całą pewnością nie ułatwiało rozwiązania zdefiniowanego problemu. Nie do przecenienia jest typowo aplikacyjne podejście Doktoranta do analizowanej problematyki, ponieważ bardzo skomplikowane i kosztowne układy pomiarowe są trudne w implementacji, nawet w tak kosztownych urządzeniach technologicznych jak reaktory do wzrostu warstw epitaksjalnych, pomimo dużej dokładności pomiarowej. Przedstawiona w pracy interpretacja uzyskanych wyników jest zdaniem recenzenta w pełni poprawna pod względem merytorycznym.

Po zapoznaniu się z pełną treścią przedłożonej do oceny rozprawy doktorskiej oceniam ją pozytywnie, jako spełniającą w sposób wyróżniający wymagania, stwierdzam, że mgr inż. Piotr Pokryszka spełnia wszelkie kryteria stawiane kandydatom do stopnia naukowego doktora nauk technicznych i wnioskuję o dopuszczenie do publicznej obrony recenzowanej rozprawy.

