

Warszawa, 02.06.2014 r.

dr hab. Piotr Dłużewski
Instytut Fizyki Polskiej Akademii Nauk
al Lotników 32/46
02-668 Warszawa

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Marka Wzorka
pt.: „Badanie wpływu parametrów procesu technologicznego
na mikrostrukturę krzemków niklu w kontaktach omowych do węgliku krzemu”

W przedstawionej do recenzji pracy doktorskiej Autor przedstawił w zwięzły sposób wyniki badań strukturalnych wykonanych metodami mikroskopii elektronowej kontaktów omowych do węgliku krzemu typu *n*. Praca liczy 119 stron i podzielona jest na 8 rozdziałów. W pierwszym z nich przedstawiono powody, dla których podjęto temat badania struktury kontaktów omowych do węgliku krzemu a następnie podano tezę i cel rozprawy. Tezą pracy jest stwierdzenie, że zastosowanie układu warstw Ni/Si/Zr/Si/Ni zawierających cyrkon skutkuje poprawą jakości kontaktu w stosunku do warstw Ni/Si/Ni/Si pozbawionych cyrkonu. Słuszność tezy wykazano na podstawie wyników badań czterech wielowarstw Ni/Si/Ni/Si bez udziału cyrkonu oraz jednej wielowarstwy Ni/Si/Zr/Ni/Si zastosowaniem cyrkonu. Badania wszystkich wielowarstw zostały przeprowadzone i opisane w jednolity sposób i obejmowały wykonanie i analizę obrazów elektronomikroskopowych, elektronogramów oraz widm charakterystycznego promieniowania X uzyskanych zarówno dla preparatów planarnych jak i przekroi poprzecznych. Zwraca uwagę konsekwencja z jaką zostały wykonane badania. Każdą próbkę zbadano przed i po kolejnych procesach wygrzewania. Badano morfologię powierzchni, grubości warstw Ni, Si oraz Zr, realną strukturę krystaliczną tych warstw oraz ich stechiometrię na podstawie obserwacji przekroi poprzecznych oraz preparatów planarnych. Z dużą starannością dokonana została analiza obrazów dyfrakcyjnych prowadząca do identyfikacji faz strukturalnych ziaren tworzących kontakt. Wskaźnikowano elektronogramy wykonane dla wybranego ziarna obracanego pod różnymi kierunkami. Kąty obrotu goniometru porównywano z kątami pomiędzy kierunkami pasów wyśkaźnikowanych elektronogramów. Taka metoda daje gwarancję poprawności identyfikacji struktury, gdyż w przypadku układu Ni-Si-C istnieje wiele struktur, przez co identyfikacja na

podstawie tylko jednego obrazu dyfrakcyjnego może być niejednoznaczna. Przeprowadzenie złożonej analizy elektronogramów świadczy o bardzo dużych praktycznych umiejętnościach Autora w posługiwaniu się mikroskopem elektronowym, jak i znajomości zjawiska dyfrakcji elektronowej.

Innym bardzo cennym elementem pracy doktorskiej jest ilościowa analiza składu pierwiastkowego warstw metodą EDX. W większości prac autorzy ograniczają analizę widm EDX do podania informacji jakie pierwiastki znajdują się w próbce, ewentualnie podają wyniki obliczeń uzyskane przy użyciu standardowych programów, które to wyniki obciążone są dużymi błędami. Doktorant zdecydował się wyznaczyć koncentrację Ni i Si stosując dokładniejszą metodę opartą o widma wzorcowe. Dzięki temu interpretacja strukturalna została uzupełniona o podanie stechiometrii warstw kontaktowych w skali nanometrowej. Przykładowo, w przedostatnim akapicie na stronie 48 podano, że „Ni:Si = 31,00:12,64, co jest zgodne ze stechiometrią krzemku $\text{Ni}_{31}\text{Si}_{12}$ ”, z kolei na początku strony 55 podano „Ni:Si = 3,00:2,06 co zgadza się ze stechiometrią krzemku Ni_3Si_2 ”. Tak dobra zgodność, na poziomie poniżej 1% koncentracji atomowej, jest bardzo dobrym wynikiem. Dla pełnej oceny wyniku przydałaby się dokonać analizy błędu pomiarowego, czego jednak w pracy nie znalazłem.

Praca zawiera kilka stwierdzeń budzących wątpliwości. Jednym z nich jest stwierdzenie na stronie 8 „Szerokość przerwy zabronionej jest głównym czynnikiem ograniczającym maksymalną temperaturę pracy przyrządów (półprzewodnikowych). Od szerokości przerwy zabronionej zależy bowiem koncentracja nośników samoistnych w danej temperaturze [33]”. Stwierdzenie to nie jest dla mnie jasne, gdyż przykładowo zależność temperaturowa przerwy wzbronionej E w eV dla krzemku to $E = 1,2 - 2,8 \cdot 10^{-4} T$ zatem wpływ temperatury jest znikomy. Zasadniczym problemem jest stabilność struktury krystalicznej ze wzrostem temperatury.

Na drugiej połowie strony 29 znajduje się zdanie „Poniżej płaszczyzny obrazu dyfrakcyjnego, skupione wiązki elektronów ponownie ulegają rozszerzeniu i w płaszczyźnie, w której całkowicie się przekrywają, formują pierwszy obraz mikroskopowy (rysunek 4.3c).” Niefortunne jest napisanie o ponownym rozproszeniu, wiązka elektronowa nie może rozproszyć się w próżni.

W drugim akapicie na stronie 33 autor napisał: „Do formowania obrazu STEM nie wykorzystuje się soczewek ani przesłon znajdujących się poniżej obiektywu.” Nie jest to prawdą, gdyż soczewki te są używane, tak jak w trybie dyfrakcyjnym, chociażby po to, aby zmieniać stałą kamery, czyli zakres kątowy elektronów zbieranych przez detektor.

Najważniejszym wynikiem pracy jest udowodnienie, że zastosowanie cyrkonu w zasadniczy sposób polepsza strukturę warstwy i jednocześnie prowadzi do uzyskania kontaktu omowego. Autor w czytelny sposób przedstawia problemy w uzyskaniu jednolitej struktury kontaktu na

drodze manipulacji grubościami warstw Ni i Si oraz procesami wygrzewania. Przebadane różne warianty procesów doprowadziły do wniosku, że zjawiska dyfuzji oraz reakcja niklu z węglikiem krzemu powodują degradację warstwy kontaktowej polegającą na powstawaniu pustych obszarów bądź warstwy grafitowej na międzypowierzchni SiC/kontakt. Dodano zatem warstwę cyrkonową jako czynnik blokujący dyfuzję niklu. Wykonane badania potwierdzają słuszność tej tezy. Autor wykazał, że zastosowanie cyrkonu pozwala uniknąć powstających podczas drugiego etapu wygrzewania przerw w warstwie oraz zapewnić gładką powierzchnię kontaktu. Wynik ten jest bardzo cenny dla technologii produkcji urządzeń półprzewodnikowych opartych na węgliku krzemu. Jest to wynik pełni oryginalny potwierdzony złożeniem wniosku patentowego: „Struktura do wytwarzania kontaktu omowego do podłoża z węgliku krzemu typu n oraz sposób wytwarzania kontaktu omowego do podłoża z węgliku krzemu typu n”, którego twórcą jest mgr inż. Marek Wzorek.

Dorobek naukowy mgr inż. Marka Wzorka obejmuje 24 publikacje w międzynarodowych czasopismach naukowych, w 8 z tych publikacji jest On pierwszym autorem.

Jest współtwórcą jednego patentu i twórcą zgłoszenia patentowego.

W mojej opinii, przedstawiona mi do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Marka Wzorka pt: „Badanie wpływu parametrów procesu technologicznego na mikrostrukturę krzemków niklu w kontaktach omowych do węgliku krzemu” w pełni spełnia wszystkie wymagania ustawowe stawiane pracom doktorskim i wnioskuję o przedstawienie jej Radzie Naukowej Instytutu Technologii Elektronowej w celu kontynuacji procesu nadania stopnia naukowego doktora magistrowi inżynierowi Markowi Wzorkowi. Jednocześnie wnioskuję do Rady Naukowej Instytutu Technologii Elektronowej o wyróżnienie tej pracy.

Dr hab. Piotr Dłużewski