

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

Tytuł rozprawy: Badanie wpływu parametrów procesu technologicznego na mikrostrukturę krzemków niklu w kontaktach omowych do węgliku krzemu

Autor rozprawy: mgr inż. Marek Wzorek

Recenzowana rozprawa ma charakter eksperymentalny. Przedstawiono w niej wyniki badań nad technologią wytwarzania kontaktów omowych do węgliku krzemu na bazie niklu. Jakkolwiek kontakty tego typu są już stosowane od dłuższego czasu, to rosnące wymagania wysokiej jakości tych kontaktów wymuszają stałe doskonalenie ich technologii, a co za tym idzie, prowadzenie szeroko zakrojonych badań w tej dziedzinie. Najwyższa jakość kontaktów omowych do węgliku krzemu jest wymagana szczególnie w przyrządach elektronicznych wysokiej mocy, co często wiąże się z pracą w wysokich temperaturach. Należy też wziąć po uwagę postępującą miniaturyzację przyrządów, co powoduje wzrost wymagań doskonałości struktury submikronowych kontaktów. Tradycyjna technologia, polegająca na osadzaniu na podłożu węgliku krzemu warstwy niklu i poddaniu tych warstw wysokotemperaturowemu wygrzewaniu, jest niezadowalająca, gdyż mikrostruktura tak sformowanego kontaktu zawiera wytrącenia krzemowe, a powierzchnia graniczna kontaktu nie jest wystarczająco gładka. Tak więc tematyka rozprawy jest aktualna i ważna zarówno z poznawczego punktu widzenia, jak i ze względu na szerokie zastosowania.

Celem pracy określonym przez autora jest zbadanie i wyjaśnienie zjawisk prowadzących do powstawania defektów mikrostruktury w kontaktach, a następnie, na podstawie wyników tych badań, opracowanie sposobu wytwarzania kontaktów omowych o mikrostrukturze ulepszonej w stosunku do otrzymywanej przy pomocy tradycyjnej technologii, polegającej na wysokotemperaturowym wygrzewaniu niklu.

Praca zawiera też wyraźnie sformułowaną tezę: Według słów autora „zastosowanie odpowiedniej wielowarstwowej struktury kontaktu, zawierającej początkowo warstwy niklu, krzemu i cyrkonu oraz dwuetapowego procesu wygrzewania poprawia mikrostrukturę otrzymywanych kontaktów omowych do węgliku krzemu typu n w stosunku do typowego sposobu wytwarzania niklowych kontaktów omowych, polegającego na wysokotemperaturowym wygrzewaniu warstwy niklu (Ni/SiC)”.

Rozprawa składa się z ośmiu rozdziałów. W rozdziale 1, będącym wstępem, autor formułuje cel i tezę rozprawy. Rozdziały 2,3 i 4 mają charakter obszernego wprowadzenia do tematyki rozprawy. W rozdziale 2 doktorant przedstawia własności fizyczne węgla krzemu, w szczególności jego strukturę krystaliczną i własności transportowe oraz zastosowanie węgla krzemu w elektronice. W rozdziale 3 omawia problematykę kontaktów omowych do węgla krzemu. Jest to rozdział napisany na podstawie istniejącej literatury przedmiotu – własne opinie w tym zakresie przedstawi autor w rozdziale 5, gdzie zostaną omówione wyniki badań przeprowadzonych przez doktoranta nad klasyczną technologią formowania kontaktów. Obszerny rozdział 4 zawiera omówienie technik doświadczalnych, głównie elektronomikroskopowych, użytych przez autora. Omówione zostały kolejno: transmisyjna mikroskopia elektronowa (TEM), wysokorozdzielcza transmisyjna mikroskopia elektronowa (HRTEM), skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM), skaningowy tryb pracy transmisyjnego mikroskopu elektronowego (STEM), dyfrakcja elektronowa (ED), w tym dyfrakcja elektronowa z wybranego obszaru (SAED), dyfrakcja z nano-obszaru (NBD) oraz spektroskopia promieniowania rentgenowskiego z dyspersją energii (XEDS). Ponadto w rozdziale 4 autor przedstawia metodykę pomiaru rezystywności kontaktów.

Wymienione rozdziały zajmują blisko połowę objętości rozprawy. Można by sądzić, że takie potraktowanie wstępnej tematyki jest zbyt obszerne. Należy jednak wziąć pod uwagę, że doktorant rzeczywiście korzysta z bardzo szerokiego zakresu metod pomiarowych i w dalszej części rozprawy powołuje się na fakty przytoczone w tych rozdziałach. Przy takim zredagowaniu pracy doktorskiej, mogłaby ona być opublikowana, praktycznie bez zmian, np. w Bibliotece Elektroniki. Byłaby to wartościowa pozycja dla młodych adeptów tej dziedziny badań.

Zasadniczymi rozdziałami rozprawy, w których doktorant przedstawia wyniki własnych badań są rozdziały 5, 6 i 7.

W rozdziale 5 pracy autor przedstawił badania mikrostruktury kontaktu Ni/Si/Ni/Si/SiC poddanego dwuetapowemu procesowi wygrzewania. Badania te dotyczyły standardowego (choć nieznacznie zmodyfikowanego) sposobu wytwarzania kontaktów omowych. Modyfikacja polegała na wprowadzeniu między SiC a Ni warstw Si, których celem było ograniczenie reakcji niklu z podłożem. Ten etap prac można by określić mianem rozpoznawczego, a celem jego było uzyskanie danych, będących punktem odniesienia dla dalszych badań, w których autor znacznie zmodyfikował zarówno strukturę kontaktu, jak i procedurę jego termicznej obróbki.

Przeprowadzone badania dotyczyły wszystkich etapów formowania kontaktów, tzn. stanu warstwy przypowierzchniowej przed wygrzewaniem, po pierwszym etapie wygrzewania w temperaturze 600 °C i, w końcu, po drugim etapie wygrzewania przeprowadzonym w dwóch

różnych temperaturach – 1050 °C i 1100 °C. Głównym celem było określenie struktury krystalicznej oraz stechiometrii badanych warstw. Do charakteryzacji warstw użyto w szerokim zakresie różnorodnych technik elektronomikroskopowych omówionych w rozdziale 4: transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM), skaningowego trybu pracy transmisyjnego mikroskopu elektronowego (STEM), wysokorozdzielczej mikroskopii elektronowej (HRTEM), skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM), oraz technik dyfrakcyjnych (ED), w tym dyfrakcji elektronowej z wybranego obszaru (SAED) i dyfrakcji z nano-obszaru (NBD). Badania elektrono mikroskopowe zostały uzupełnione spektrometrią promieniowania rentgenowskiego z dyspersją energii (XEDS), która dostarczyła informacji o składzie chemicznym badanych obszarów.

Wymienione techniki pomiarowe są komplementarne – pozwalają określić morfologię warstw na różnej głębokości i scharakteryzować je na różnych poziomach złożoności ich mikrostruktury, poczynając od struktury sieci atomowych w poszczególnych ziarnach, ich składu chemicznego, stechiometrii, poprzez wzajemną orientację ziaren, aż do morfologii i struktury krystalicznej powierzchni. Badania struktury krystalicznej w skali mikrometrowej ujawniają morfologię powierzchni i ziarnistość materiału warstw. Badania w skali nanometrowej pokazują strukturę krystaliczną poszczególnych ziaren i ich orientację a także skład chemiczny i stechiometrię. W skali atomowej wysokorozdzielcza transmisyjna mikroskopia elektronowa (HRTEM) pokazuje doskonałość, bądź zaburzenia struktury krystalicznej w obrębie poszczególnych ziaren.

Wynikiem tego etapu badań była identyfikacja defektów strukturalnych powstających w klasycznym procesie formowania kontaktów oraz propozycja wyjaśnienia mechanizmu formowania się zaobserwowanych defektów. Stwierdzono, że zastosowanie struktury Ni/Si/Ni/Si/SiC oraz dwuetapowego procesu wygrzewania pozwoliło uzyskać warstwę kontaktu omowego o równej międzypowierzchni z podłożem SiC, co stanowi istotne ulepszenie w stosunku do typowego sposobu wytwarzania kontaktów niklowych.

Wątki badań przedstawione w rozdziale 5 zostały rozwinięte w rozdziale 6, gdzie autor badał struktury Ni/Si/Ni/Si/SiC różniące się grubościami zastosowanych warstw krzemu i niklu. Badano również zależność struktury międzypowierzchni i warstwy kontaktowej od temperatur wygrzewania w pierwszym i drugim etapie formowania kontaktów. Metody charakteryzacji struktur nie różniły się od przedstawionych w poprzednim rozdziale. Pewnym niedostatkiem tego etapu badań był brak powiązania badań strukturalnych z badaniem własności elektrycznych kontaktu. Do sprawy tej doktorant przechodzi, zresztą w bardzo ograniczonym zakresie, dopiero w następnym rozdziale.

W podsumowaniu tego etapu badań doktorant stwierdza, że aby uzyskać kontakt o dobrej mikrostrukturze należy opracować metodę pozwalającą jednocześnie zastosować względnie duże koncentracje niklu, umożliwiające uzyskanie ciągłej warstwy kontaktowej o równej powierzchni oraz ograniczyć intensywność reakcji z podłożem SiC, która dla dużych koncentracji niklu prowadzi do powstawania nierówności międzypowierzchni z SiC.

Metoda taka została przedstawiona w rozdziale 7 i stanowi najważniejsze osiągnięcie autora. Istotą innowacji było wprowadzenie warstwy cyrkonu między warstwy zawierające nikiel i krzem. Tak więc, ostatecznie, struktura kontaktowa ma układ warstw (Ni,Si)/Zr/(Ni,Si)/SiC. Warstwa cyrkonu łącząc się z częścią niklu obecnego w strukturze przekształca się podczas pierwszego etapu wygrzewania w amorficzną warstwę Ni-Zr. Warstwa ta ogranicza procesy dyfuzji podczas pierwszego etapu wygrzewania. Z kolei drugi, wysokotemperaturowy etap wygrzewania doprowadza do uformowania się z dwóch warstw krzemków jednej jednorodnej warstwy krzemków. Na podstawie przesłanek teoretycznych autor dobrał odpowiednie grubości warstw kontaktu i odpowiednie temperatury wygrzewania (wygrzewanie wstępne w temperaturze 300°C, wygrzewanie wysokotemperaturowe w temperaturze 1000°C). Podobnie jak w poprzednich etapach pracy strukturę scharakteryzowano pod względem morfologii i składu chemicznego na wszystkich etapach procesu technologicznego. Badania te wykazały, że struktura spełnia założenia projektowe: Po pierwsze, pozwala na uzyskanie dużych wartości stechiometrii Ni:Si w całej strukturze. Po drugie, zapewnia uzyskanie ciągłych warstw kontaktowych o równej powierzchni. I po trzecie, pozwala na uzyskanie równej międzypowierzchni z podłożem SiC. Pomiarów elektrycznych kontaktu wykazały liniową i symetryczną zależność natężenia prądu od napięcia. Wyznaczona metodą c-TLM rezystywność uzyskanego kontaktu wyniosła $5,8(\pm 1,4) \cdot 10^{-5} \Omega \text{cm}^2$ ($n \sim 1 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$). Jest to wartość umożliwiająca zastosowanie takiego kontaktu omowego w przyrządach elektronicznych. W porównaniu z bardzo wnikliwymi badaniami strukturalnymi, badania elektryczne pozostawiają jednak uczucie niedosytu. W całej rozprawie znajduje się tylko jeden wykres I-V i jedna, przykładowa wartość rezystywności. Biorąc pod uwagę, że wyniki pomiarów wielkości elektrycznych są podstawą do oceny jakości kontaktów, autor powinien poświęcić tym problemom więcej miejsca.

Przedstawione wyżej uwagi nie umniejszają mojej wysokiej oceny pracy. Podsumowując osiągnięcia mgr inż. Marka Wzorka przedstawione w rozprawie stwierdzam, że osiągnął on cele wymienione we Wstępie, a teza rozprawy została udowodniona. Przedstawiona praca ma duże walory poznawcze i aplikacyjne. Wartość pracy podnosi też fakt, że opracowane rozwiązanie technologiczne zostało zgłoszone w postaci wniosku patentowego do Urzędu

Patentowego RP. Część wyników przedstawionych w rozprawie została też opublikowana w pracach o zasięgu międzynarodowym. Przedstawiona rozprawa świadczy o tym, że doktorant opanował w stopniu bardzo dobrym szeroki zakres technik eksperymentalnych oraz umiejętność jasnego formułowania celów badań oraz konsekwentnej ich realizacji.

Mając na uwadze szeroki zakres przeprowadzonych badań oraz dużą naukową i praktyczną wartość otrzymanych wyników stwierdzam, że praca mgr inż. Marka Wzorka spełnia wymagania stawiane pracom na stopień naukowy doktora nauk technicznych i wnioskuję o dopuszczenie mgr inż. Marka Wzorka do publicznej obrony rozprawy doktorskiej.

Uważam, że recenzowana rozprawa zasługuje na wyróżnienie.

