

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr Aleksandry Wierzbickiej
p.t. „Naprężenia i defekty w półprzewodnikowych lateralnych strukturach
epitaksjalnych badane technikami dyfrakcji i topografii rentgenowskiej”**

UWAGI OGÓLNE

Praca doktorska mgr Aleksandry Wierzbickiej p.t. „Naprężenia i defekty w półprzewodnikowych lateralnych strukturach epitaksjalnych badane technikami dyfrakcji i topografii rentgenowskiej” została wykonana z zastosowaniem metod dyfrakcji promieni rentgenowskich, w Instytucie Fizyki PAN pod kierunkiem prof. dr hab. Zbigniewa Żytkiewicza. Praca jest poświęcona badaniom struktury defektowej układów ELO, które mogą być wykorzystane jako elementy nowoczesnych układów elektronicznych. Badania wykonano metodami dyfrakcji i topografii rentgenowskiej z wykorzystaniem odpowiednio zmodyfikowanej aparatury laboratoryjnej (zmieniono układ optyki rentgenowskiej) oraz – w mniejszym stopniu – pomiarowej aparatury w ESRF wykorzystującej rentgenowską wiązkę synchrotronową. Zrozumienie struktury defektowej badanych materiałów ma istotne znaczenie dla dalszego ich rozwoju, a zmodyfikowane dla celów pracy metody eksperymentalne mogą zostać użyte w badaniach innych materiałów nowoczesnej elektroniki.

Rozprawa składa się ze 115 stron tekstu, w tym 101 stron tekstu właściwego – pozostałe 14 stron zajmują: spis treści, spis symboli, lista publikacji, w których wyniki doktoratu przedstawiono, aneks i bibliografia. Rozprawa podzielona jest na pięć następujących rozdziałów: 1. Wstęp, 2. Opis próbek, 3. Techniki pomiarowe, 4. Wyniki doświadczalne i ich interpretacja, 5. Podsumowanie. Rozdziały są poprzedzone użytecznym chociaż nie kompletnym spisem skrótów i pojęć, po rozdziale 5 dołączono spis dokonań autorki w tematyce rozprawy ("lista doktorska"), na które składa się: siedem publikacji, gdzie część wyników rozprawy wcześniej opublikowano, jeden krótki raport z badań wykonanych w ESRF (wydany niezależnie od publikacji nr 7 na wspomnianej liście), siedem prezentacji plakatowych z konferencji naukowych i dwie konferencyjne prezentacje ustne wygłoszone przez Autorkę. Rozprawę kończą dwustronicowy aneks i składająca się z 85-ciu pozycji bibliografia. Do bibliografii nie włączono w/w siedmiu publikacji. Wśród siedmiu publikacji

pozycje 1, 2, 3 i 5 wydano w wysoko punktowanych czasopismach, a pracę Nr 6 wydano w specjalnym numerze Crystal Research and Technology dedykowanym prof. W. Neumannowi (praca "zaproszona" przez redakcję). W pięciu spośród siedmiu publikacji mgr Wierzbicka jest pierwszym autorem.

UWAGI SZCZEGÓLWE

Rozdział 1 (Wstęp, str. 5-14) przedstawia tematykę pracy: badane materiały, zagadnienia badawcze i zastosowania. Pierwsza część **Wstępu** zawiera ogólne informacje o problematyce niedopasowania sieciowego w strukturach epitaksjalnych. Następnie przedstawiona jest budowa lateralnych układów epitaksjalnych ("ELO"i możliwości ich zastosowania. Na zakończenie **Wstępu** autorka przedstawiła cele rozprawy:

- opracowanie metodyki pomiarowej dla celów pracy doktorskiej,
- analizę źródeł naprężeń w badanym materiale oraz analizę natury deformacji sieci.

Rozdział 2 "Opis próbek" (strony od 15 do 19) jest poświęcony zwięzłemu omówieniu badanych struktur ELO i omówieniu procedury wykonania próbek. Podano zestawienie próbek uporządkowanych w pięciu seriach różniących się składem chemicznym i/lub procedurą wzrostu warstw (Tabela 2.1) i wyjaśniono znaczenie domieszkowania krzemem dla formowania się struktur ELO o wymaganych parametrach.

Celem **Rozdziału 3-go "Techniki pomiarowe"** (strony od 20 do 49) jest przedstawienie technik eksperymentalnych zastosowanych w rozprawie. Przedstawiono aspekty doświadczalne przeprowadzonych badań, w tym wykorzystaną dla celów rozprawy linię eksperymentalną przy synchrotronie w ESRF (Grenoble, Francja). Opisano badane próbki i sposób przygotowania każdej z nich. Przedstawiono podstawy teorii, oraz oprogramowanie stosowane w obliczeniach bazujących na danych synchrotronowych. Rozdział 3 pełni pożyteczną funkcję wprowadzającą czytelnika w tematykę rentgenowskich pomiarów wysokorozdzielczych. W prosty i logiczny sposób omówiono podstawy fizyczne bazujących na teorii dynamicznej metod uwzględniających różne rodzaje skanów (pomiarów natężenia wiązki ugiętej w funkcji kątów 2θ i/lub ω) ilustrując ten opis graficznie. Sposób przedstawienia materiału w tym rozdziale zasługuje na uznanie.

Istotnym elementem doktoratu jest opisana w **Rozdziale 3** odpowiednia modyfikacja optyki rentgenowskiej dyfraktometru laboratoryjnego prowadząca do znacznego zredukowania przekroju wiązki, co pozwoliło zbadać lokalne zmiany własności strukturalnych i defektowych układów ELO charakteryzujących się niewielkimi rozmiarami.

W **Rozdziale 4 "Wyniki i ich interpretacja"** (strony od 50 do 101) Autorka szczegółowo przedstawia i analizuje wyniki swoich badań. Jest to logicznie i przejrzysto zorganizowana, najistotniejsza część rozprawy. Rozdział ten jest podzielony na podrozdziały omawiające wyniki dla pięciu różnych rodzajów struktur ELO. Dla każdego rodzaju szczegółowo przeanalizowano strukturę warstw ELO – dzięki metodyce pomiarowej pozwalającej na analizę własności w funkcji położenia możliwe stało się wychwycenie szczegółów (np. niejednorodności deformacji) niemożliwych do zbadania przy tradycyjnym podejściu, a zwłaszcza szczegółów wygięcia skrzydeł ELO (w tym określenie kierunku i kąta wygięcia), zbadanie jakie zmiany występują w krysztale po odtrawieniu maski, jaki jest wpływ domieszkowania na kierunek i kąt wygięcia skrzydeł. Autorka nie podkreśla w pracy istotności własnych wyników na tle innych prac, istotności wynikającej z m.in. z zastosowania wspomnianej modyfikacji optyki rentgenowskiej, pozostawiając to zadanie czytelnikowi. Warto zauważyć, że wcześniejsze prace stosujące dyfraktometrię wysokorozdzielczą (w laboratorium klasycznym w badaniach układów ELO są nieliczne - nie ma wśród nich badań wykonanych z wykorzystaniem wiązek o małym przekroju w funkcji zmiennych x i y (współrzędnych śladu wiązki na powierzchni krysztalu) w celu analizy rozkładu deformacji. W zakresie pomiarów synchrotronowych (w rozprawie przedstawiono wyniki dla części materiałów: dla pojedynczych pasków GaAs i dla GaSb); metoda RCI jest propagowana od kilku lat - użyto jej wcześniej w kilku pracach dla innych układów ELO (vide przykłady takich prac w przypisach w tej recenzji); element nowości w pracy mgr Wierzbickiej polega na wykorzystaniu metody RCI dla pojedynczych pasków GaAs i dla pasków GaSb.

Rozdział 5 "Podsumowanie" zawiera podstawowe wnioski i uwagi końcowe. W rozdziale tym zwięźle i w przejrzysty sposób przedstawiono wyniki pracy w zakresie opracowania podejścia eksperymentalnego, określenia deformacji sieciowej i analizy naprężeń w układach ELO, pokazano w jakiej skali niejednorodności strukturalne można w takich materiałach wychwycić stosując dyfraktometrię wysokorozdzielczą.

UWAGI KRYTYCZNE

Jak powszechnie wiadomo, i jak wspomniano na początku rozprawy, w układach cienkich warstw i w pojedynczych warstwach występują naprężenia i związane z nimi poprzez stałe elastyczne odkształcenia (deformacje) sieci. Tytuł mówi o naprężeniach, jednak w pracy położono nacisk na analizę odkształceń, a obserwacje dotyczące naprężeń są raczej jakościowe (natomiast w tytułach publikacji "doktorskich", występuje „strain” czyli

odkształcenie, a nie "stress" czyli naprężenie). Wśród celów pracy wymieniono analizę źródeł naprężeń w badanym materiale oraz analizę natury deformacji sieci. Cele te są ściśle ze sobą powiązane, co moim zdaniem należało jaśniej przedstawić tak we **Wstępie** jak i w całej rozprawie. Jak widać jest tu pewna niekonsekwencja, jednak merytorycznie nie ma ona zasadniczego znaczenia, gdyż analizy naprężeń dokonuje się metodami rentgenowskimi poprzez badanie deformacji sieci.

Zakres opisu układów ELO w **Rozdziale 1** jest wystarczający, jednak dla czytelników pragnących pogłębić wiedzę o układach ELO korzystne byłoby, dodatkowo, odesłanie ich w tym miejscu do (nielicznych) prac przeglądowych w tej dziedzinie. W opisie Rys. 1.1 jest mowa o zmianach składu półprzewodnikowych, jednak ten opis byłby jaśniejszy, gdyby użyć tu pojęcia roztworu stałego. Stosunkowo zwięzła jest informacja o potencjalnych zastosowaniach układów ELO. Na str. 6 jest mowa o relaksacji na ściankach "pin-holi". Defekty takie (ang.: *pinhole*) powinny zostać na wcześniejszych stronach zwięźle opisane, gdyż są to defekty występujące w wąskiej grupie materiałów i nie są szeroko znane.

W **Rozdziale 2** brakuje, moim zdaniem, porównania metodyki pomiarowej (układy pomiarowe, parametry wzrostu warstw) ze stosowaną w innych laboratoriach dla GaAs, GaAlAs i GaSb lub materiałów pokrewnych – takie uzupełnienie pozwoliłoby umieścić własne badania w szerszym kontekście i wykazać ich wartość. Metodę ELO stosowano w innych publikacjach [¹] i rozprawach doktorskich, np. w rozprawie Y.-T. Suna [²] użyto ją dla wzrostu warstw InP: w cytowanej pracy również wykorzystano jako narzędzie dyfraktometrię wysokorozdzielczą i zajmowano się m.in. analizą odkształceń sieci.

W **Rozdziale 3** znalazłem następujące usterki. Na str. 18 w rys.2.2 oś x ma nieprawidłowy opis osi – powinno być 2θ (na osi jest typ skanu zamiast nazwy zmiennej). Na str. 20 w wyjaśnieniu równania Bragga pominięto definicję zmiennej „ n ”, natomiast w wersji równania podanej na str 24 zmienną "n" w równaniu pominięto bez wyjaśnienia powodu. Na str. 22 nie wyjaśniono roli asymetrycznego cięcia monochromatora. Na str. 23 posłużono się wyrażeniem „każdy obrót oraz przesuw” w sytuacji, w której precyzyjniej można by treść wyrazić mówiąc np. "każdy rodzaj obrotu i przesuwu". Na tejże stronie brak wyjaśnienia, że

¹ ref. 55 (X-ray microdiffraction imaging investigations of wing tilt in epitaxially overgrown GaN) , ref. 65 (Local wing tilt analysis of laterally overgrown GaN by x-ray rocking curve imaging) w niniejszej rozprawie oraz ref. A1 [P. Mikulik, D. Lübbert, P. Pernot, L. Helfen, T. Baumbach, Crystallite misorientation analysis in semiconductor wafers and ELO samples by rocking curve imaging, Applied Surface Science 253, 2006, 188-193].

² ref. A2 [Yan-Ting Sun, Epitaxial Lateral Overgrowth of Indium Phosphide and Its Application in Heteroepitaxy, Doctoral Thesis, Royal Institute of Technology (KTH), Stockholm 2003] oraz ref. 22 (Thermal strain in indium phosphide on silicon obtained by epitaxial lateral overgrowth) w niniejszej rozprawie.

zastosowany analizator to jeden kryształ, z którego uzyskuje się dzięki odpowiedniemu cięciu dwa odbicia.

W tekście na str. 28 występują pojęcia pasma dynamicznego i pasm aparaturowych – brakuje w tekście pełniejszej informacji o tych efektach – informacja mówiąca o tym skąd się one biorą jest zbyt lakoniczna. W opisach map sieci odwrotnej na dalszych stronach pracy nie ma informacji czy na tych mapach takie pasma występują czy nie, i dlaczego.

W **Rozdziale 4** Autorka pisze głównie o własnych wynikach. Jak wiadomo, pewne wyniki dla układów EOLO w podobnej tematyce wcześniej otrzymywano. Dla czytelnika byłoby interesujące zapoznanie się wcześniejszymi wynikami dla pokrewnych układów. na str. 74: "Różne orientacje" – z kontekstu wynika, że chodzi raczej o makromozaikę (czyli lekko zdeorientowane bloki a nie mocno zdeorientowane ziarna jak sugeruje omawiane zdanie). Na str. 79 mowa jest o występowaniu "pewnej struktury defektowej". Czy nie było możliwości bliższego określenia tej struktury?

Autorka wykazała się dużą starannością w redakcyjnym opracowaniu rozprawy, tak tekstu jak i rysunków i tabel. Warto zauważyć, że rozprawa pisana jest ładnym językiem. Co prawda można spotkać w tekście nieliczne drobne niedociągnięcia (przykłady podano poniżej), zauważyłem zaledwie kilka istotniejszych usterek językowych utrudniających zrozumienie i nieco więcej drobnych błędów, w tym literówek. Użyte składnia i styl poza takimi nieistotnymi wyjątkami, wynikającymi zapewne z pośpiechu przy redagowaniu wersji ostatecznej, mogą być wzorem dla innych.

| <i>lokalizacja lub przykład lokalizacji</i> | <i>Treść uwagi</i> |
|---|--|
| spis treści | W spisie treści nie uwzględniono "listy doktorskiej" ze stron 105-108 |
| str. 6 Rys 1.1, str. 60 rys. 4.7, str. 61 rys. 4.8, str. 100 rys 4.3.5 | Wersja angielska opisu osi powinna być zastąpiona polską |
| str. 12 | "metodologia" – lepiej: "metodyka" |
| str. 13 w.5 | „hipotetyczne ELO” – zapewne chodzi o "modelowe układy ELO" |
| str. 44 | Niefortunne wyrażenia: Poszerzenie szerokości, Szerokość sygnału dyfrakcyjnego |
| str. 53 (pod rysunkiem) | Nieprecyzyjne wyrażenie: "Mapa z analizatorem" |
| str. 59 | Brak przecinka zmienia sens zdania: "Tak jak poprzednio...." |
| str. 79, legenda, (problem w wielu | "wiązka o wymiarach" – chodzi o "wiązkę o przekroju" |

| | |
|--------------------------------------|---|
| miejscach rozprawy) | |
| str 60, też w innych miejscach pracy | Niefortunne wyrażenie: "Wydłużenie wiązki" (chodzi o przekrój) |
| str. 61 | Niefortunne wyrażenie: "Najszybsze zmiany kąta" (to nie jest funkcja czasowa) |
| str. 66 | „facetka” to element żargonu laboratoryjnego (kalka z angielskiego) używany niekiedy dla opisu naturalnej powierzchni wzrostu |
| str. 68 | Niefortunne wyrażenie: "Zawężenie krzywej odbić", lepiej "zmniejszenie szerokości krzywej odbić" |
| str. 70 | Niefortunne wyrażenie: "Płaski rozkład płaszczyzn" |
| str. 72 | "aspect ratio" - brak na liście skrótów (to pojęcie jest w pracy zdefiniowane kilkakrotnie) |
| str. 74 | Nieprecyzyjne wyrażenie: "gorsza jakość krystalograficzna" (lepiej: "Niski poziom zdefektowania") |
| str. 98 | Niefortunne wyrażenie: "W końcu warto...", lepiej: "Na koniec warto..." |
| ref. 67 | Ta referencja zamiast pojawić się w tekście po ref. 66, występuje dopiero na str. 75 po ref. 70) |
| ref. 82 | Nie podano, że ta referencja to jest praca doktorska |

UWAGI KOŃCOWE

W rozprawie przedstawiono metodykę pomiarową i wyniki badań dyfrakcyjnych (w tym topograficznych) struktur ELO mających zastosowanie w układach elektronicznych. Struktury takie cechują się niskim stopniem zdefektowania, jednak tzw. skrzydła układów ELO cechują się pewnym wygięciem, zależnym od warunków wzrostu. Szczegółowa analiza, zwłaszcza nie mająca charakteru niszczącego analiza rentgenowska, pozwala na optymalizację warunków wzrostu takich warstw i poprzez to na poprawę warunków pracy układów bazujących na ELO. Rentgenowskie instrumenty pomiarowe nie są ukierunkowane na prowadzenie badań w skali mikrona czy kilkudziesięciu mikronów, jak to jest konieczne w przypadku układów ELO ze względu na ich niewielkie rozmiary. W pracy opanowano technikę pomiarową dającą możliwość pomiarów w laboratorium w skali dziesiątek mikronów, oraz zastosowano wiązkę synchrotronową pozwalającą prowadzić badania w skali bliskiej jednego mikrona. Opis metodyki zajmuje dużą część pracy – przedstawienie sposobu prowadzenia pomiarów jedno i dwuwymiarowych w różnych trybach jest wyczerpujący i należy oczekiwać, że będzie przydatne w przyszłości w badaniach innych układów warstwowych w skali submilimetrowej. Warto tu nadmienić, że dzięki rozwojowi optyki rentgenowskiej wiązki synchrotronowe mogą już obecnie mieć przekroje submikronowe.

Autorka wykonała zaplanowany kompleksowy program badawczy, obejmujący szczegółowe określenie własności struktur ELO pięciu różnych typów. Pomiarów zostały

wykonane w nowoczesnym laboratorium IFPAN i na linii synchrotronowej w ESRF w Grenoble. Pomiary synchrotronowe charakteryzują się dostępem do wiązki promieniowania ograniczonym do kilku czy (rzadko) kilkunastu dni. Aby osiągnąć sukces pomiarowy wykorzystując skomplikowaną, wcześniej nie znaną aparaturę, należy dobrze przygotować daną sesję pomiarową, bo możliwości korekty czy uzupełnienia praktycznie nie istnieją. Proces pomiarowy jest bardzo "intensywny" (24 godziny na dobę) w wyniku narzuconego zobowiązania pełnego wykorzystania wiązki w trybie całodobowym.

Program badań został przez mgr Aleksandrę Wierzbicką wykonany wzorowo i cele pomiarowe, postawione na początku rozprawy, zostały osiągnięte z nawiązką. Sukcesem doktorantki jest:

- pokazanie, we współpracy m.in. z drem Jarosławem Domagałą, że techniki laboratoryjne dyfrakcji wysokorozdzielczej można stosować do badań małych obiektów (np. ELO) w skali dziesiątek mikronów (naturalnie kosztem znacznie wydłużonego czasu pomiarowego,

- szczegółowe scharakteryzowanie pięciu różnych typów układów ELO pod względem ich jednorodności, pola naprężeń i odkształceń.

Niezależnie od drobnych uchybień w tekście, mgr Aleksandra Wierzbicka we właściwy sposób zrealizowała szeroki program badawczy, umiejętnie planując i prowadząc eksperymenty laboratoryjne i synchrotronowe, i dokonując starannej interpretacji danych eksperymentalnych. Wyniki uzyskane przez doktorantkę na temat defektowej struktury układów ELO mogą mieć istotne znaczenie dla dalszego rozwoju takich układów.

PODSUMOWANIE RECENZJI

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska prezentuje wysoki poziom merytoryczny. Autorka przedstawiła szeroki materiał, w którym wykorzystwała starannie dobraną metodykę pomiarową i otrzymane dane eksperymentalne, wnikliwie przeanalizowane w oparciu o dostępną wiedzę literaturową. Rozprawa napisana jest poprawnym i zrozumiałym językiem, a usterki są nieliczne i mają drugorzędne znaczenie. Stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr Aleksandry Wierzbickiej spełnia bez zastrzeżeń warunki stawiane pracom doktorskim i wnoszę o dopuszczenie Autorki rozprawy do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Dodatkowo, wnioskuję o wyróżnienie tej rozprawy, uzasadniając ten wniosek wysokim, udokumentowanym wyżej poziomem naukowym tej pracy i krótkim czasem (4 lata) jej przygotowania.



