



UNIwersytet
Warszawski

Wydział Fizyki

Dr hab. Jacek Szczytko, prof. UW

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr Karoliny Kalbarczyk pt.
*Poszukiwanie funkcjonalności spintronicznych w strukturach GaN
zawierających Mn lub Fe***

Praca doktorska pani mgr Karoliny Kalbarczyk związana jest z próbą wykorzystania azotku galu domieszkowanego manganem lub żelazem do budowy działającego urządzenia spintronicznego. Praca powstała w Środowiskowym Laboratorium Badań Kriogenicznych i Spintronicznych (SL2) w Instytucie Fizyki Polskiej Akademii Nauk pod kierunkiem prof. dr hab. Macieja Sawickiego.

Zanim przejdę do recenzji pracy doktorskiej chciałbym krótko wyjaśnić powód, dla którego przyjąłem rolę recenzenta w postępowaniu o nadanie stopnia doktora mgr Karoliny Kalbarczyk. Potrzeba wyjaśnienia związana jest z faktem, że spośród czterech opublikowanych prac naukowych, których autorką jest pani mgr Kalbarczyk jestem współautorem dwóch z nich. Niemal dekadę temu promotorem pani Karoliny Kalbarczyk na studiach magisterskich na Wydziale Fizyki Uniwersytetu Warszawskiego był dr Konrad Działkowski, z którym pracowałem w tej samej grupie badawczej. Rada Naukowa Instytutu Fizyki Polskiej Akademii Nauk podjęła świadomą decyzję, żebym mimo wspólnych dwóch publikacji z czasów studiów zrecenzował pracę pani Karoliny, a ja się podjąłem tego zadania. Obie studenckie prace pani Kalbarczyk nie zostały włączone do rozprawy doktorskiej. Zgodnie z poradnikiem dobrych praktyk Rady Doskonałości Naukowej¹ konflikt interesów występuje gdy recenzent *jest współautorem prac naukowych strony postępowania*. Nie prowadziłem wspólnych badań z członkami grupy SL2, w której pani mgr Kalbarczyk robiła doktorat, nie mieliśmy wspólnych publikacji, projektów badawczych itp. Jestem nauczycielem akademickim, więc znam w zasadzie wszystkich absolwentów specjalności fizyki ciała stałego Wydziału Fizyki UW i zdarza się, że z niektórymi mam wspólne prace dzięki współpracy naukowej na UW.

Świadomość ryzyka, że mógłbym bardziej pobłażliwie potraktować znaną mi osobę, sprawiła jednak, że być może w niniejszej recenzji stałem się zbyt surowy – żeby nie można było takiego zarzutu pobłażliwości postawić. Niestety, samemu nie umiem już tego ocenić, stąd deklaruje jedynie, że niniejszą recenzję napisałem tak obiektywnie i rzetelnie jak tylko potrafiłem, a w przyszłości będę unikał podobnych sytuacji, żeby nie musieć się tłumaczyć.

Muszę przyznać, że postawione przede mną zadanie oceny rozprawy mgr Kalbarczyk było jednym z najtrudniejszych, z jakimi się do tej pory spotkałem. Powodem tym nie jest brak

¹ <https://www.rdn.gov.pl/dobre-praktyki.poradnik-recenzje-w-postepowaniach-o-awans-naukowy.html>

działającego urządzenia spintronicznego (o czym za chwilę), ale bardziej brak szerzej opublikowanych badań i nikły dorobek naukowy doktorantki. Pani Kalbarczyk włączyła w rozprawę doktorską wyniki z dwóch prac, w tym jednej będącej recenzowanymi materiałami pokonferencyjnymi. Zdaję sobie sprawę z tego, że trudno jest opublikować negatywne wyniki, ale gdy badania nie przynoszą zakładanych efektów spodziewałbym się modyfikacji początkowych założeń i zmiany celów naukowych. Nie jest to rola samej doktorantki, raczej widziałbym potrzebę wsparcia ze strony promotora, koleżanek i kolegów z grupy magnetyzmu i materiałów spintronicznych (Group of Magnetism of Spintronic Materials). Skoro pani Karolina po dwóch latach studiów magisterskich miała dwie publikacje, to oczekiwałbym po kilku latach doktoratu w doskonałej grupie badawczej, że także zostanie włączona w inne badania. Być może epidemia COVID-19 w latach 2020-2022 była czynnikiem, który położył się cieniem na wynikach zawartych w niniejszej pracy doktorskiej, ale to tylko moje domysły, gdyż w samej pracy nie ma informacji o kłopotach związanych z pandemią. Moim zadaniem też jest nie ocena publikacji doktorantki, ale ocena rozprawy doktorskiej. Zgodnie z cytowanym wcześniej dokumentem Rady Doskonałości Naukowej ¹ recenzja pracy doktorskiej powinna się skupiać na ocenie ogólnej wiedzy teoretycznej, umiejętności samodzielnego prowadzenia pracy naukowej i ocenie oryginalności rozwiązania problemu naukowego. Jednak moim zdaniem istotą prac naukowych jest także wprowadzenie wyników badań do międzynarodowego obiegu naukowego, a same prezentacje konferencyjne (5 jest związanych z treścią rozprawy) nie są w stanie zastąpić publikacji.

Pani mgr Karolina Kalbarczyk podjęła się bardzo ambitnego zadania. I muszę przyznać, że cel naukowy, jaki został postawiony przed panią Karoliną, był jak najbardziej zasadny, ciekawy i istotny:

- Zasadny, ponieważ chodziło o wykorzystanie intensywnie badanego materiału jakim był GaN domieszkowany jonami magnetycznymi, do budowy prototypowego urządzenia spintronicznego, demonstratora możliwości i testu przewidywań teoretycznych.
- Ciekawy, bo wcześniej udało się na innym materiale – GaAs z Mn pokazać w niskich temperaturach działające prototypowe urządzenia oparte o półprzewodniki magnetyczne, więc interesujące było porównanie parametrów i możliwości różnych półprzewodników magnetycznych.
- Istotny, bo uzasadniałby wysiłek grup badawczych na świecie skupionych na dopracowaniu technologii spintronicznych materiałów bazujących na GaN.

Praca prof. Tomasza Dietla, prof. Hideo Ohno i in. w Science z 2000 r. zainspirowała badania związane z poszukiwaniem ferromagnetyzmu w półprzewodnikach III-V. Wyniki teoretyczne wskazywały na GaN jako idealny materiał do budowy urządzeń spintronicznych działających w temperaturze pokojowej. Projekt badawczy pani Karoliny był więc jak najbardziej racjonalny, chociaż przez kilkanaście lat po opublikowaniu pracy w Science nie udawało się wytworzyć materiału o zadanych właściwościach (chodzi o koncentrację jonów magnetycznych i nośników – dziur). Niemniej od 2000 r. technologia wzrostu warstw GaN poczyniła znaczące postępy, więc wydawało się wykonalne zbudowanie urządzenia, które

choć trochę, choćby w temperaturze kriogenicznej wykazywałoby czułość na zewnętrzne pole magnetyczne, choćby te największe. Był to więc bardzo ambitny projekt „wysokiego ryzyka i wysokiego zysku” (high-risk high-gain). Jednak moim zdaniem to ryzyko powinno być w zespole lepiej zarządzane, bo co innego jeśli ponosi je osoba mająca równolegle kilka różnych projektów, a co innego jeśli ponosi je doktorantka, dla której porażka może zdecydować o całej jej przyszłej karierze.

Pani mgr. Karolina Kalbarczyk Postawiła na jedną kartę i próbowała razem z promotorem i z zespołem koleżanek i kolegów z IF PAN, z naukowcami z Uniwersytetu Wrocławskiego i prof. Detlefa Hommela z Centrum Badań EIT+ (obecnie Sieć Badawcza Łukasiewicz – Polski Ośrodek Rozwoju technologii PORT) oraz przy współpracy międzynarodowej z grupą prof. Alberty Bonnani z Uniwersytetu Johannesesa Keplera w Linzu, wytworzyć odpowiednie struktury.

Szczegółowy opis kolejnych kroków technologicznych, podejmowanych prób wraz z uzasadnieniem wprowadzonych zmian jest treścią rozdziału 5 rozprawy doktorskiej pani mgr Kalbarczyk. Rozdział ten jest kluczowy dla całej rozprawy, gdyż demonstrowa opanowanie różnorodnych narzędzi badawczych przez Doktorantkę i umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Są w nim zawarte wyniki technik charakteryzacji elektrycznych i magnetycznych dostępnych warstw, kolejne kroki procesów litograficznych otrzymywania struktur budujących końcowe urządzenia i ich późniejsze badania. W szczególności opracowanie skutecznych procedur procesów litograficznych prowadzących do budowy dość skomplikowanych struktur półprzewodnikowych zawierających warstwy różnych materiałów, kontakty, połączenia elektryczne, wykonana przy okazji szczegółowa charakteryzacja mikroskopowa i elektryczna potwierdzają moim zdaniem dojrzałość naukową pani Kalbarczyk i oryginalne podejście do rozwiązania problemu naukowego.

Wytworzono trzy generację filtra spinowego (Ga,Mn)N – każda kolejna generacja bazowała na doświadczeniach uzyskanych z wykonania poprzedniej. Niestety, modyfikacje nie przyniosły zakładanych rezultatów. W rozprawie doktorskiej przyczyny porażki zostały wnikliwie omówione, podano także argumenty stojące za kolejnymi modyfikacjami struktur. W rozprawie doktorskiej wielokrotnie pojawiają się sformułowania wskazujące na konieczność przeprowadzenia wielu procesów testowych koniecznych do uzyskania końcowego urządzenia. Każda badana próbka wymagała takich wstępnych etapów, które są czasochłonne i wymagają specjalistycznej wiedzy. Na podstawie prezentowanych wyników mogę ocenić, że pani Karolina przeprowadziła procesy technologiczne i badania w sposób prawidłowy. Bardzo uczciwie został opisany brak sukcesu. Przedyskutowane zostały powody, dla których nie można było uzyskać wymaganych parametrów, oraz źródła obserwowanych (lub nie) efektów (np. braku czułości na pole magnetyczne). Autorka pracy nie stara się na siłę pokazywać działanie urządzenia, które nie działa.

W ostateczności podjęto próbę wykorzystania nanokryształów żelaza i azotków żelaza do uzyskania „funkcjonalności” spintronicznej, czyli jakiegokolwiek zależności pomiędzy namagnesowaniem próbki, a jej właściwościami elektrycznymi. Na Uniwersytecie Johannesesa

Keplera wytworzono próbki oznaczone jako $\text{Ga}\delta\text{FeN}$ zawierające bogate w żelazo fazy $\varepsilon\text{-Fe}_3\text{N}$ oraz $\gamma'\text{-Ga}_y\text{Fe}_{4-y}\text{N}$. Zaplanowano pomiary wpływu napięcia przyłożonego do warstwy $\text{Ga}\delta\text{FeN}$ na jej właściwości magnetyczne jak i pomiary odwrotnej zależności – czułości magnetooporu na przyłożone zewnętrzne pole magnetyczne. Co prawda udało się zaobserwować zmianę histerezy namagnesowania w polu elektrycznym, jednak tylko w temperaturze pokojowej i tylko raz: próba powtórzenia wyników tego doświadczalnej się nie powiodła. Tutaj muszę wyrazić uznanie, że zarówno Doktorantka jak i jej Promotor nie ulegli pokusie pokazania jako tzw. „typowego wyniku” tej pojedynczej i jak się okazuje niepowtarzalnej obserwacji. Doktorantka wykorzystywała bardzo czułe urządzenie pomiarowe – tak czułe, że musiała poprosić o wymianę wszystkich starterów świetlówek w okolicach laboratorium. Gdy pomiary magnetyczne nie przyniosły oczekiwanych rezultatów wykonano próbkę do pomiarów elektrycznych, jednak i w tych pomiarach nie zaobserwowano znaczącej czułości na pole magnetyczne.

Rozprawa doktorska zawiera wiarygodne wyniki, a niepowodzenie eksperymentu, jak już wspomniałem, jest wpisane w ryzyko prac badawczych.

Wcześniejsze rozdziały rozprawy doktorskiej pani mgr Kalbarczyk prezentują jej umiejętność umieszczenia swoich badań w szerszym kontekście badań magnetotransportowych z naciskiem na badania półprzewodników. Pierwszy rozdział poświęcony jest spintronice, drugi badanym materiałom, a trzeci technikom i narzędziom badawczym. Te trzy pierwsze rozdziały prezentują ogólną wiedzę teoretyczną pani mgr Karoliny Kalbarczyk. W trakcie obrony doktorskiej chciałbym jednak zapytać panią mgr Kalbarczyk o inne konkurencyjne rozwiązania spintroniczne niekoniecznie bazujące na półprzewodniku GaN, a nawet w ogóle nie bazujące na półprzewodnikach. Jaka miałyby być teraz, w 2023 r. przewaga półprzewodników nad innymi materiałami?

Praca jest dość starannie zredagowana. Mam kilka uwag redakcyjnych². Na str. 102 Doktorantka wspomniała o wartościach θ poszczególnych kondensatorów, ale nie wyjaśniła o co chodzi. Prezentowane rysunki, schematy, zdjęcia są dość czytelne. Co się tyczy prezentacji danych, to na rysunkach 36, 38, 41, 42, 62, 63, 64 brakuje mi zaznaczenia niepewności pomiarowych albo chociaż próby ich oszacowania w tekście. O te niepewności będę chciał zapytać panią mgr. Kalbarczyk w trakcie publicznej obrony. Jeśli chodzi o odniesienia literaturowe zawarte w rozprawie, to praca zawiera 16 stron odnośników. Nie policzyłem dokładnie wszystkich pozycji, bo autorka rozprawy zdecydowała się na konwencję sortowania alfabetycznego prac po nazwiskach pierwszych autorów. Dostrzegłem jednak kilka referencji bez numerów stron oraz kilka zaznaczonych wyraźnie innym odcieniem szarości. Trzy prace zostały wyróżnione adresem DOI. Jeśli ta praca miałyby być dostępna w formie cyfrowej to dobrze by było móc skorzystać z odnośników DOI do pozostałych pozycji.

² Str 23: nie słyszałem o „wędrownych” nośnikach; pisownia nazwiska Brillouin w dopełniaczu (Brillouin’a lub Brillouina) powinna być w pracy ujednolicona; str 36 „krótkozasięgowe” piszemy razem; Rys. 15 str. 42 „model 110”, a zdjęcie 210; Rys. 33 Str. 66 – nie dostrzegam bariery; w opisach procesów technologicznych na str. 88-91 pojawia się w nowej linii wyróżnione „na 5 minut”; na str. 103 górny akapit jest wyrównany do lewej.

Do istotnych wyników naukowych recenzowanej pracy doktorskiej zaliczyłbym wyznaczenie parametrów fizycznych bariery Schottky'ego (Ga,Mn)N/metal opublikowana w czasopiśmie *Journal of Alloys and Compounds* oraz wykorzystanie techniki ALD do tworzenia warstw izolujących w pewnych etapach produkcji kontaktów elektrycznych. Ponadto Doktorantka pokazała, że obecność dyslokacji przenikających uniemożliwia wykorzystanie (Ga,Mn)N do budowy działającego filtra spinowego. Pozostaje otwarte pytanie, czy materiał o lepszej jakości krystalicznej mógłby zostać wykorzystany w spintronice. Tym bardziej uważam, że te negatywne wyniki i wnioski z nich płynące nie powinny być „schowane do szuflady”, czyli należało je opublikować, choćby w Scientific Reports albo ACS Omega.

Zgodnie z Art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. *Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* stwierdzam, że rozprawa doktorska pani mgr Karoliny Kalbarczyk prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną w naukach fizycznych oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Przedmiotem rozprawy doktorskiej jest próba oryginalnego rozwiązania problemu naukowego i zademonstrowanie koncepcji działania urządzenia spintronicznego opartego o azotek galu domieszkowany Mn lub Fe. Recenzowana przeze mnie rozprawa doktorska zawiera wartościowe wyniki badań i mogę jedynie utyskiwać, że część z nich nie będzie dostępna w szerokim obiegu naukowym. Na tej podstawie stwierdzam, że rozprawa doktorska spełnia wszystkie wymagania ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. *Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* i zwracam się do Rady Naukowej Instytutu Fizyki Polskiej Akademii Nauk z wnioskiem o dopuszczenie mgr Karoliny Kalbarczyk do dalszych etapów przewodu doktorskiego.



Dr hab. Jacek Szczytko, prof. UW
Wydział Fizyki Uniwersytetu Warszawskiego
ul. Pasteura 5, 02-093 Warszawa
jacek.szczytko@fuw.edu.pl

Warszawa 20.11.2023 r.