POLITECHNIKA GDAŃSKA | WYDZIAŁ FIZYKI TECHNICZNEJ I MATEMATYKI STOSOWANEJ

prof. dr hab. inż. Barbara Kościelska
Zakład Fizyki Nanomateriałów
Instytut Nanotechnologii i Inżynierii Materiałowej
Wydział Fizyki Technicznej i Matematyki Stosowanej
Politechnika Gdańska

Gdańsk, 04.11.2024

Recenzja rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Moniki Masłyk pt.

Domieszkowanie warstw GaN tlenem metodą rozpylania magnetronowego i analiza kontaktów omowych z warstwą podkontaktową n^+-GaN:O do n-GaN i tranzystorów AlGaN/GaN HEMT

wykonanej w Instytucie Mikroelektroniki i Optoelektroniki Wydziału Elektroniki i Technik Informacyjnych Politechniki Warszawskiej, pod kierunkiem Pani dr. hab. inż. Lidii Łukasiak (promotor) oraz Pana dr Pawła Prystawko (promotor pomocniczy).

Tematyka przedstawionej mi do recenzji pracy wpisuje się w poszukiwania domieszek dla cienkich warstw GaN, wykorzystywanych w szeroko pojętej elektronice wysokiej mocy i wysokiej częstotliwości, które mają na celu polepszenie ich właściwości elektrycznych, np. poprzez zwiększenie przewodnictwa elektrycznego czy ruchliwości nośników. Jednakże wysoki poziom domieszkowania, tak aby uzyskać znaczącą wartość domieszkowania większościowego, prowadzi do zdefektowania struktury domieszkowanej warstwy. Ma to właśnie miejsce w przypadku domieszkowania krzemem, najczęściej stosowaną domieszką donorową GaN, które może prowadzić do degradacji struktury krystalicznej warstw i wpływać niekorzystnie na parametry transportu elektrycznego.

Autorka przedstawionej mi do recenzji rozprawy postanowiła zająć się celowym domieszkowaniem cienkich warstw GaN tlenem, jako domieszką alternatywną do Si. Wiadomo, iż w cienkich warstwach GaN, zwłaszcza tych wytwarzanych metodą MOCVD, koncentracja tlenu może wynosić 10^{16}-10^{18} cm^{-3}. Jednakże, istnieje niewiele badań dotyczących

roli tlenu w przewodnictwie elektrycznym warstw GaN i co za tym idzie, pokazujących wpływ domieszkowania tlenem na parametry wykorzystujących takie warstwy urządzeń elektronicznych. Doktorantka postawiła tezę, iż domieszkowanie tlenem mogłoby pozwolić na otrzymanie wysokoprzewodzącej warstwy n^+- GaN:O, o koncentracji nośników powyżej $1x10^{19}$ cm^{-3}, dającej możliwość zastosowania również jako warstwa podkontaktowa kontaktu omowego do n-GaN w tranzystorach z kanałem o wysokiej ruchliwości elektronów HEMT. Autorka dla domieszkowania tlenem stosuje nazwę domieszkowanie intencjonalne, którą rozgranicza domieszki wprowadzone celowo od domieszek tlenowych istniejących naturalnie w GaN, obok węgla, żelaza i wodoru, związanych z metodą osadzania warstw. Spodziewa się, że w przypadku intencjonalnego domieszkowania tlenem nie nastąpi odkształcenie sieci krystalicznej GaN. Do osadzania warstw Doktorantka zaproponowała metodę rozpylania magnetronowego w temperaturze pokojowej, o zmiennych parametrach przeprowadzania procesu rozpylania, z analizą wpływu tych parametrów na właściwości warstw.

Celem pracy postawionym przez mgr inż. Monikę Masłyk jest zatem zbadanie możliwości intencjonalnego domieszkowania tlenem cienkich warstw GaN na typ n, zbadanie mechanizmu tego domieszkowania oraz przeprowadzenie badań strukturalnych, transportowych, optycznych i składu pierwiastkowego otrzymanych warstw wraz z ich kompleksową analizą. Co należy podkreślić, badania takie mają duży potencjał aplikacyjny.

Rozprawa doktorska została napisana na 124 stronach (wraz z wykazem najważniejszych symboli i akronimów, spisem treści, streszczeniem pracy, bibliografią oraz dorobkiem naukowym Doktorantki). Po każdym z rozdziałów znajduje się bibliografia, z której publikacje są cytowane w tekście.

Układ pracy jest właściwy i odpowiada przyjętym standardom prac doktorskich. Rozprawę rozpoczyna krótki rozdział (Rozdział 1) wprowadzający w prezentowaną w pracy tematykę badawczą, w którym Autorka opisuje znaczenie GaN w elektronice wysokich mocy i częstotliwości, a szczególnie w technologii tranzystorów AlGaN/GaN HEMT. W rozdziale tym Autorka wskazuje na konieczność poszukiwań nowych domieszek do GaN, co stało się motywacją do jej badań. Rozdział ten zamyka krótki opis struktury całej pracy.

Rozdział 2 pokazuje cele pracy, postawione hipotezy i związane z nimi ryzyka. Doktorantka rozpoczyna rozdział od opisu nieintencjonalnych domieszek tlenowych, wskazując że ich wysoka koncentracja jest przyczyną przewodnictwa elektrycznego. Wskazuje również na możliwe źródła pochodzenia tlenu w warstwach. Wysuwa tezę, że *pierwiastek ten (tlen) może być efektywną domieszką donorową wprowadzaną do warstw GaN w sposób intencjonalny i kontrolowany*. Dodatkową korzyścią z wprowadzenia tej akurat domieszki

wydaje się być jej niewielki wpływ na sieć krystaliczną GaN. Autorka formułuje cel pracy jako *zbadanie możliwości intencjonalnego domieszkowania tlenem cienkich warstw GaN na typ n i mechanizmu tego domieszkowania wraz z kompleksową analizą właściwości strukturalnych, transportowych, optycznych i składu pierwiastkowego tych warstw*. Jako metodę osadzania warstw proponuje rozpylanie magnetronowe w temperaturze pokojowej, o zmiennych parametrach przeprowadzania procesu nakładania warstw. Wskazaniem do tej metody jest według Doktorantki jej konkurencyjność w stosunku do metod MBE czy MOCVD. Cel pracy został zatem sformułowany jasno, z uwzględnieniem możliwości aplikacyjnych proponowanych do badań warstw.

W kolejnym rozdziale, Rozdziale 3, Doktorantka przedstawia aktualny stan wiedzy, związany z tematyką jej pracy. Zaczyna od kontaktów omowych do GaN, potem opisuje domieszkowanie warstw n-GaN dla kontaktu omowego, uwzględniając w tym rolę nieintencjonalnych domieszek, jak tlen, węgiel, żelazo i wodór, następnie skupia się na roli tlenu w warstwach GaN i jego wpływie na właściwości transportowe i strukturalne warstw. Uwzględnia też różne warunki osadzania warstw, co ze względu na inną (w stosunku do najczęściej wykorzystywanych metod MBE lub MOCVD) metodę osadzania proponowaną w pracy, jest bardzo pomocne w ocenie tego pomysłu. W kolejnym podrozdziale opisane są kontakty omowe źródła i drenu dla tranzystorów AlGaN/GaN HEMT, a Rozdział 3 kończy opis cienkich warstw GaN uzyskiwanych metodą rozpylania magnetronowego. Uważam, że rozdział ten w pełni odzwierciedla aktualny stan wiedzy na temat cienkich warstw GaN, ich wytwarzania, domieszkowania oraz możliwości zastosowania w tranzystorach AlGaN/GaN HEMT. Świadczy to moim zdaniem o dojrzałości naukowej Doktorantki, umiejętności doboru źródeł i wyciągania z nich wniosków pozwalających na stawianie hipotez badawczych.

Rozdział 4 poświęcony jest metodyce badawczej. Doktorantka zaczyna od przedstawienia głównych etapów prac, jakimi są:

1. badanie warstw GaN domieszkowanych intencjonalnie i nieintencjonalnie tlenem – analiza właściwości warstw GaN wytwarzanych metodą rozpylania magnetronowego trzech różnych targetów w RT i w zmiennych warunkach (m.in. ciśnienie, moc katody) oraz określenie mechanizmu domieszkowania,

2. analiza kontaktów omowych do n-GaN z wysokoprzewodzącą warstwą podkontaktową n+-GaN:O – analiza mechanizmu formowania kontaktu omowego wraz z charakteryzacją elektryczną struktur c-TLM,

3. badanie wpływu opracowanych kontaktów omowych jako kontaktów omowych źródła i drenu tranzystorów AlGaN/GaN HEMT na charakterystyki elektryczne przyrządu.

Wymienia również laboratoria badawcze, z którymi współpracowała: Instytut Mikroelektroniki i Fotoniki – Sieć Badawcza Łukasiewicz (Ł-IMiF), Instytut Wysokich Ciśnień PAN (IWC PAN), Instytutu Fizyki PAN (IF PAN) i Centrum Zaawansowanych Materiałów i Technologii (CEZAMAT). Pierwszy podrozdział poświęcony jest rozpylaniu magnetronowemu. Autorka opisuje urządzenia, z wykorzystaniem których prowadzono proces nanoszenia, dobór odpowiedniego targetu, dobór atmosfery i parametrów osadzania. Podaje następnie metody badawcze, którymi charakteryzuje (1) strukturę krystaliczną warstw GaN i GaN:O, nakładanych na różne podłoża: GaN/Al_2O_3 i szafirowe Al_2O_3; (2) mikrostrukturę przełomów i powierzchni próbek; (3) przewodnictwo elektryczne warstw; (4) obecność domieszek w warstwach. Kolejny podrozdział poświęcony jest kontaktom omowym do n-GaN z warstwą podkontaktową n^+-GaN:O. Celem opisanych tu metod badawczych było *określenie mechanizmu formowania się kontaktu omowego do n-GaN oraz wyznaczenie parametrów elektrycznych kontaktów, z uwzględnieniem właściwości warstw n^+-GaN:O i wpływu różnych temperatur wygrzewania poosadzeniowego.* W ostatnim podrozdziale (4.3) przedstawiony został schemat „modelowego" tranzystora AlGaN/GaN HEMT z optymalnym kontaktem omowym do n-GaN, opisana została metoda jego wytworzenia oraz wyznaczania parametrów opisujących charakteryzujących tranzystory. Przedstawioną metodykę badawczą oceniam wysoko, uważam że może ona prowadzić do osiągnięcia celu pracy. Niemniej pojawiają się tu pewne wątpliwości, o rozstrzygniecie których poproszę Doktorantkę w końcowej części recenzji.

W Rozdziale 5 znajdują się wyniki eksperymentów wraz z dyskusją. Składa się on z trzech głównych podrozdziałów, jednego poświęconego warstwom GaN i GaN:O, drugiego, poświęconego kontaktom omowym do n-GaN z warstwą podkontaktową n^+-GaN:O oraz trzeciego w którym autorka opisuje „modelowy" tranzystor AlGaN/GaN HEMT, w którym wykorzystała wytworzone przez siebie warstwy. Doktorantka zaczyna od opisu osadzania warstw GaN i GaN:O z różnych targetów, w różnych atmosferach (azotowej i mieszanej (Ar+N_2) i przy różnych parametrach osadzania. Otrzymane warstwy charakteryzuje metodą XRD, podaje profile głębokościowe koncentracji domieszek O, Si i Fe w warstwach o różnej grubości. Dla próbek osadzanych zawierających Fe przeprowadzone zostały badania ferromagnetyzmu i mechanizmu samokompensacji nośników w warstwach GaN wysokooporowych (metoda SQUID). Na podstawie pomiarów transmisji optycznej Autorka wyznaczyła szerokość przerwy energetycznej otrzymanych warstw oraz na tej podstawie wywnioskowała o dużych koncentracjach tlenu w warstwach. Powierzchnia próbek zobrazowana została mikroskopią SEM. Dla otrzymanych warstw Doktorantka przeprowadziła

pomiary oporności elektrycznej. Dla warstw osadzanych w wyniku rozpylania monokrystalicznej płytki objętościowej GaN przeprowadzone zostały ponadto badania powierzchni z wykorzystaniem mikroskopu AFM oraz zmierzona i obliczona została gęstość warstw w funkcji odległości od podłoża. Koncentracje elektronów w warstwach Autorka obliczyła z widm odbicia w zakresie podczerwieni uzyskanych metodą FTIR. Doktorantka dyskutuje rezultaty pojawiające się w wyniku stosowania kolejnych metod eksperymentalnych, ale zabrakło mi tu jasnego zestawienia parametrów opisujących transport elektryczny ze strukturą krystaliczną. Na przykład do Tabeli 5.5 można by było dodać parametry struktury, zwłaszcza że w tym kontekście Autorka je dyskutuje na stronie 89: *Obserwacje dotyczące morfologii i struktury krystalicznej warstw nie korelują się z ich właściwościami transportowymi wyznaczonymi za pomocą sondy mikrofalowej (Tab. 5.5). Próbki o największym stopniu uporządkowania struktury krystalicznej (osadzone w atmosferze azotowej) charakteryzują się jednymi z najwyższych wartości rezystywności ρ, tj. 0,1 Ωcm i 0,2 Ωcm (Tab. 5.5, wiersze 1 i 4). Najniższe rezystywności (tj. 0,05 Ωcm) mają warstwy GaN:O osadzone przy 100 W i 75% N2.*

Podrozdział drugi rozpoczyna się analizą wpływu technologii na charakterystyki I-V i parametry elektryczne kontaktów. Następnie Autorka analizuje wpływ właściwości warstwy podkontaktowej n+-GaN:O na charakterystyki I-V i parametry elektryczne kontaktów. Część eksperymentalną kończy opis budowy wytworzonego przez Doktorantkę tranzystora wraz z jego charakterystykami wyjściowymi $I_{DS}=f(U_{DS})$, przejściowymi $I_{DS}=f(U_{GS})$, transkonduktancji $g_m=f(U_{GS})$ oraz analizą składowych rezystancji (podrozdział trzeci). Podrozdział ten Doktorantka kończy stwierdzeniem, iż *mikrostruktura i właściwości transportowe warstwy podkontaktowej n^+-GaN:O oraz parametry elektryczne kontaktu z warstwą podkontaktową n^+-GaN:O do n-GaN mają bezpośrednie przełożenie na parametry i pracę tranzystora HEMT.* Oceniając część eksperymentalną rozprawy chciałabym zauważyć, że wszystkie eksperymenty, które Doktorantka przeprowadziła (sama lub w laboratoriach, z którymi współpracuje) zostały zaplanowane i przeprowadzone prawidłowo, w sposób systematyczny, zgodnie z obowiązującymi standardami. Zabrakło mi tu jednak pewnego podsumowania części eksperymentalnej, odpowiadającego podsumowaniu umieszczonemu po rozdziale opisującym aktualny stan wiedzy.

Pracę zamyka Rozdział 6, w którym doktorantka zamieściła podsumowanie i wnioski końcowe.

Do najważniejszych wyników uzyskanych w ramach realizacji pracy doktorskiej zaliczam:

- kompleksową charakterystykę struktury i właściwości elektrycznych warstw;
- zaproponowanie kontaktów omowych do n-GaN z warstwą podkontaktową n^+-GaN:O;
- zbudowanie i zbadanie modelowego tranzystora AlGaN/GaN HEMT, wykorzystującego proponowane materiały.

Z przedstawionego dorobku wynika, iż tematyka niniejszej rozprawy związana jest z projektem naukowym pt.: *Mechanizm domieszkowania tlenem cienkich warstw GaN za pomocą rozpylania magnetronowego i analiza formowania kontaktu omowego z wysokodomieszkowaną warstwą podkontaktową n-GaN:O do n-GaN i tranzystorów AlGaN/GaN HEMT* Preludium 16 finansowanym przez NCN, którego Doktorantka była kierownikiem. Doktorantka jest również współautorką ośmiu publikacji naukowych, z czego w dwóch z nich jest pierwszym autorem. Wprawdzie tylko jedna z publikacji jest ściśle związana z rozprawą, niemniej jednak uważam, iż pozostałe prace są w pewnym stopniu związane z tematyką badawczą niniejszej rozprawy i pomogły one Doktorantce opanować odpowiedni warsztat badawczy. Wyniki badań związanych z rozprawą były też prezentowane przez Doktorantkę na konferencjach naukowych (dwie prezentacje ustne i jedna plakatowa) oraz na seminarium wygłoszonym w Instytucie Technologii Elektronowej - Sieć Badawcza Łukasiewicz. Ponadto z tematyką rozprawy związane jest zgłoszenie patentowe.

Lektura recenzowanej rozprawy doktorskiej nasuwa mi jednakże kilka pytań i uwag, raczej polemicznych niż krytycznych.

1. W pracy wielokrotnie w nawiasach pojawiają się tłumaczenia na język angielski. Nie zawsze jest to potrzebne, skoro Autorka zdecydowała się umieścić w pracy wykaz ważniejszych akronimów.

2. Prezentowane w pracy obrazy mikroskopowe SEM i AFM, zarówno w części będącej przeglądem literatury jak i dotyczącej badań własnych (np. rysunki 3.15, 5.13, 5.17) mają nieczytelną skalę, co utrudnia szacowanie wielkości znajdujących się na nich obiektów.

3. Doktorantka zdecydowała się na wykorzystanie do osadzania warstw metody rozpylania magnetronowego w temperaturze pokojowej. Czy porównała strukturę GaN z nieintencjonalnie wprowadzonym tlenem, wytworzonego metodami MBE, MOCVD i rozpylania magnetronowego?

4. Na stronie 53 znalazło się zdanie, iż: *Obrazowanie mikrostruktury przełomów i powierzchni wybranych próbek wykonano metodą skaningowej mikroskopii elektronowej SEM za pomocą mikroskopu firmy ZEISS. Dzięki wykorzystaniu w tej metodzie falowej natury elektronu możliwe jest obrazowanie w bardzo wysokiej rozdzielczości, rzędu nanometrów.* Stwierdzenie, iż w

mikroskopii SEM wykorzystana zostaje falowa natura elektronów, jest bardzo niefortunne i może zostać źle zrozumiane. Prosiłabym zatem o wyjaśnienie.

5. Szczegółową analizę powierzchni przeprowadzono dla jednej wybranej próbki GaN:O za pomocą AFM na urządzeniu Veeco Dimension 3100. Uzyskano topografię powierzchni za pomocą skanowania obszarów o wymiarach 1×1 μm o bardzo wysokiej rozdzielczości w kierunku prostopadłym do powierzchni. Wykorzystany do badań powierzchni mikroskop AFM nie jest mikroskopem pracującym w warunkach wysokiej próżni. Zatem analiza powierzchni, zwłaszcza gdy badana warstwa charakteryzuje się intencjonalną domieszką tlenu, nie może być w pełni wiarygodna. Powierzchnia próbki w tym przypadku jest zanieczyszczona zarówno tlenem, jak i atomami innych pierwiastków. Aby analizować zmiany powierzchni warstw zachodzące pod wpływem domieszkowania tlenem, należałoby przeprowadzić pomiar w warunkach wysokiej próżni (poniżej 1.1×10^{-8} mbar) i dokonać porównania powierzchni warstwy domieszkowanej i niedomieszkowanej intencjonalnie tlenem.

6. Na stronie 89 Doktorantka analizuje wyniki gęstości otrzymanych próbek, która jest mniejsza niż dla objętościowego GaN. Według niej może to oznaczać np. obecność pustych przestrzeni w objętości warstw. Jaka jest przyczyna powstawania takich pustych przestrzeni, w warstwach wytwarzanych metodą rozpylania magnetronowego?

7. Na stronie 100 Autorka pisze, iż: *Biorąc pod uwagę strukturę warstw n^+-GaN:O – polikrystaliczna o bardzo małych rozmiarach ziaren w osnowie amorficznej – oraz osadzanie w RT, można wysnuć wniosek, że zawierają one duże gęstości defektów*. Uważam, że na stwierdzenie, iż w warstwie ziarna krystaliczne są otoczone fazą amorficzną jest zbyt mało dowodów. Oczywiście w strukturze polikrystalicznej domieszki maja bardzo nierównowagowy rozkład, ze zdecydowanie większym stężeniem na granicach międzyziarnowych. Może to prowadzić do tworzenia kanałów wysokiego przewodnictwa czy amorfizacji dużych przestrzeni międzyziarnowych. Ale brak refleksów (wspomniany na str. 84) czy wyższe tło w zakresie małych kątów (str. 85) w metodzie XRD nie jest według mnie wystarczającym dowodem na istnienie fazy amorficznej. Wyższe tło może również pochodzić od np. nanokryształów.

Wskazane w recenzji uwagi, poczynione zarówno z obowiązku recenzenta, jak i z ciekawości badawczej, w najmniejszym stopniu nie umniejszają wartości rozprawy, którą oceniam bardzo pozytywnie. Mogę śmiało stwierdzić, że założone cele pracy zostały zrealizowane, stwierdzenia i wnioski zostały sformułowane prawidłowo i w pełni wynikają z uzyskanych wyników badań. Praca stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, dowodzi gruntownej wiedzy teoretycznej i praktycznej Doktorantki w zakresie elektroniki, a

także umiejętności samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Ponadto uważam, że uzyskane wyniki badań wnoszą istotny wkład w rozwój nauk inżynieryjno-technicznych. Podsumowując stwierdzam, że rozprawa doktorska Pani mgr inż. Moniki Masłyk pt. *Domieszkowanie warstw GaN tlenem metodą rozpylania magnetronowego i analiza kontaktów omowych z warstwą podkontaktową n+-GaN:O do n-GaN i tranzystorów AlGaN/GaN HEMT* z wyraźnym nadmiarem spełnia prawne wymogi stawiane pracom doktorskim zgodnie z art. 187 ust. 1, 2 i 3 *ustawy prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* z dnia 20 lipca 2018 r. (z późn. zm.) i wnioskuję do Rady Naukowej dyscypliny Automatyka, Elektronika i Elektrotechnika Politechniki Warszawskiej o dopuszczenie Doktorantki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Barbara Kościelska