

Profesor dr hab. Stanisław Mitura, prof. zw. PK
tel: 943 404 406
e-mail: stanislaw.mitura@gmail.com

Koszalin, 2 grudnia 2014 roku

Recenzja pracy doktorskiej
mgr inż. Jarosława Komorowskiego:
**„Odwrócenie kierunku frontu krystalizacji w krzemie na podłożu
molibdenowym w reaktywnym procesie próżniowym”**

Promotor: prof. dr hab. inż. Piotr Kula

Promotor Pomocniczy: dr hab. inż. Łukasz Kaczmarek

**1. Ocena oryginalności problematyki i poprawności założeń
badawczych pracy**

Praca doktorska mgr inż. Jarosława Komorowskiego: **„Odwrócenie kierunku frontu krystalizacji w krzemie na podłożu molibdenowym w reaktywnym procesie próżniowym”** dotyczy ważnego zagadnienia, związanego z rafinacją krzemu metalurgicznego 2N do czystości fotowoltaicznej 6N, osiąganą w wyniku wykorzystania zjawiska odwróconego frontu krystalizacji, inicjowanego w cienkiej warstwie krzemowej.

Praca ma charakter technologiczny aczkolwiek ambicje Autora doprowadziły do drobiazgowych analiz zjawisk fizykochemicznych, zachodzących w trakcie procesu rafinacji krzemu, zgodnie z pomysłem odwróconego frontu krystalizacji. Mgr inż. Jarosław Komorowski podjął z sukcesem próbę opracowania technologii wytwarzania tego rodzaju materiału.

W rozprawie doktorskiej przedstawiono wyniki prac nad możliwością zainicjowania na górnej powierzchni cienkiej warstwy krzemowej warunków do wytworzenia frontu krystalizacji i kierowania go w stronę dolnej grzałki molibdenowej rozgrzewanej oporowo, stanowiącej jednocześnie podłoże dla obrabianego cieplnie krzemu. Wyniki te posłużą do dalszych prac mających na celu wykorzystanie zalet płaskiego frontu krystalizacji do rafinacji cienkich warstw krzemowych osiągających czystość końcową 99,9999%Si (6NSi).

Pomimo znacznej liczby publikacji w tej dziedzinie, w dostępnej literaturze brak jest informacji o przeprowadzaniu podobnych eksperymentów, dlatego też badania nad tym zagadnieniem w odczuciu recenzenta są bardzo intrygujące z punktu widzenia poznawczego podstawowych zjawisk fizykochemicznych występujących w opisanym procesie.

2. Ocena merytoryczna pracy.

Rozprawa doktorska została podzielona na dwie części; teoretyczną i badawczą. Zawiera 21 rozdziałów oraz - kilkanaście podrozdziałów. Pierwsze trzy rozdziały to wstęp, wprowadzenie (niezwykle obszerne) do tematyki krystalizacji oraz - bardzo istotne - uzasadnienie podjęcia tematu. Doktorant zamieścił w spisie literatury prace z obszaru fizyki, chemii, metalurgii oraz *stricto* inżynierii materiałowej. Dokonana przez Doktoranta analiza literatury dotycząca procesu krystalizacji, krystalografii, fotowoltaiki jak również wytwarzania warstw krzemowych o charakterze specjalnym na podłożu molibdenowym, a także wstępne wyniki badań pozwoliły na sformułowanie *Problemu badawczego* (rozdział 4). Bardzo wysoko oceniam ten rozdział.

Głównym celem badań podjętych przez Doktoranta w ramach rozprawy doktorskiej było udowodnienie założeń teoretycznych odnośnie możliwości wytworzenia i kontrolowanego przemieszczania się w określonym kierunku frontu krystalizacji w cienkiej (0.2 mm) warstwie krystalizującego krzemu (rozdział 5). Doktorant przedstawił tezę: „*Możliwe jest odwrócenie frontu krystalizacji w krzepnącym krzemie przetopionym za pomocą grzanego oporowo molibdenowego podłoża poprzez wytworzenie odpowiedniego*

gradientu temperatury inicjującego zarodkowanie homogeniczne na powierzchni roztopionego krzemu”.

Przeprowadzone przez Doktoranta badania przetapiania proszku krzemowego bezpośrednio na podłożu molibdenowym wykazały, że w wyniku znacznie szybszego odbierania ciepła z dolnej części warstwy przez podłoże molibdenowe w stosunku do odprowadzania ciepła z górnej powierzchni roztopionej warstwy krzemu, warstwa ta w pierwszej kolejności krystalizuje w miejscu, w którym krzem kontaktuje się bezpośrednio z grzałką molibdenową i dalej kontynuuje swój wzrost w kierunku przeciwnym do założonego w opisywanej metodzie. Obserwacje mikroskopowe wykazały, iż po procesach przetapiania i krystalizacji sproszkowanego krzemu jedynie za pomocą rozgrzewanego oporowo podłoża molibdenowego, w momencie wyłączeniu źródła energii i tym samym jednoczesnym rozpoczęciu inicjacji krystalizacji warstwy, w jej górnej, przypowierzchniowej części dochodzi do tworzenia się skupisk zanieczyszczeń, które są przemieszczane przez front krystalizacji. Spowodowanie zarodkowania po przeciwnej stronie cienkiej warstwy wywołujące wzrost kryształków w kierunku podłoża stanowi główny problem badawczy. Doktorant nazwał to „odwróceniem kierunku frontu krystalizacji” w cienkiej warstwie krzemowej (rozdziały 6-18).

Rozważania interdyscyplinarne z dziedziny inżynierii materiałowej prowadzone są z dużym rozeznanieniem i krytycyzmem, co świadczy o umiejętności Doktoranta do syntetyzowania wiedzy i jej dojrzałości naukowej. Wnioski (rozdział 19) są logiczną konsekwencją przytoczonych wyników badań.

W przypadku pozytywnych rezultatów prowadzenia bezpośredniej rafinacji krzemu metalurgicznego 2N do postaci krzemu 6N SOG-Si metoda stosowana przez Doktoranta pozwoli na obniżenie kosztów wykonania ogniw słonecznych do poziomu ich pełnej opłacalności. W takim przypadku sukcesem okaże się zgłoszenie patentowe, w którym współtwórcą jest Doktorant: „*Sposób rafinacji krzemu metalurgicznego do postaci krzemu fotowoltaicznego*”, nr zgłoszenia P.401015, 2. 10. 2012 (Piotr Kula, Piotr Niedzielski, Jarosław Komorowski, Łukasz Kaczmarek, Mariusz Dudek, Jacek Sawicki, Karol Dybowski, Małgorzata Czerniak-Reczulska, Adam Krasieński).

Pan mgr inż. Jarosław Komorowski udowodnił tezę, wykorzystując najnowsze techniki badań materiałów, szczególnie ważną okazała się analiza dokonana za pomocą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (Electron Backscatter Diffraction (EBSD), metoda znana również jako Backscatter Kikuchi Diffraction (BKD)). Doktorant zrealizował cały, niezwykle obszerny zakres postulowanych badań. Cele zostały osiągnięte.

Praca (może również ze względu na interdyscyplinarność i zakres) zawiera sporo błędów i pomyłek. Przytoczę niektóre z nich:

- Str 21 cytuję: „metoda Bridgman’a”, „Otrzymywanie krzemu polikrystalicznego metodą Brighmana”, „Rys. 7. Metoda Brigman’a”. Pozwolę sobie na stwierdzenie, że metoda opisywana w pracy doktorskiej jest twórczym rozwinięciem tej metody, dziwi więc niechlujstwo i to na jednej stronie...
- Proszę o wyjaśnienie liczby zanieczyszczeń 28 806, występującej w kilku miejscach pracy, np. cytuję: „zmniejszenie ilości zanieczyszczeń z wartości 28806 atomów przy 1000000 atomów krzemu na wartość poniżej 1000 atomów zanieczyszczeń”
- Proszę o wyjaśnienie sposobu cytowania, np.: “Ciszek T.F. Page M.R., Wang T.H., Casey J.A. *Float-zone and czochralski crystal growth and diagnostic solar cell evaluation of a new solar-grade feedstock source. brak miejsca: Proceedings of the 29th IEEE PV Specialists Conference, 2002.*” – podkreślenia moje.
- J. Komorowski, P. Kula, Ł. Kaczmarek, M. Dudek, K. Dybowski: „Metoda niskociśnieniowej rafinacji krzemu“, Czasopismo pt. Inżynieria Materiałowa, nr 5/2013.
- Mam wątpliwości dotyczące sensu rozdziału 22. *Pozostałe wykresy i tabele.*
- Inne uwagi przekażę bezpośrednio zainteresowanemu.

Te i inne błędy i przeoczenia nie obniżają mojej wysokiej oceny merytorycznej pracy.

3. Wnioski i uwagi końcowe.

Doktorant wykazał dobrą znajomość tematu i formułowania tez naukowych. Na podkreślenie zasługuje użyteczny aspekt zrealizowanej pracy. Istnieje możliwość wykorzystania wyników badań i analiz w praktyce.

Wykonane przez Niego badania teoretyczne i doświadczalne nie budzą większych wątpliwości oraz zastrzeżeń merytorycznych. Poziom naukowy opracowania jest dobry, chociaż praca jest zdecydowanie zbyt obszerna.

Praca napisana jest w sposób zrozumiały, posiada cechy oryginalności oraz wnosi nowe wartości poznawcze w stosunku do dotychczasowego stanu wiedzy w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

Biorąc powyższe pod uwagę, wyrażam opinię, że praca mgr inż. Jarosława Komorowskiego: „***Odwrócenie kierunku frontu krystalizacji w krzemie na podłożu molibdenowym w reaktywnym procesie próżniowym***”

odpowiada warunkom ustalonym w Ustawie o stopniach i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14 marca 2003 roku wraz z uzupełnieniami.

Na tej podstawie, stawiam wniosek o dopuszczenie pracy doktorskiej mgr inż. Jarosława Komorowskiego do jej publicznej obrony.

