

Prof. dr hab. Marek Godlewski
Instytut Fizyki Polskiej Akademii Nauk
Warszawa

Recenzja pracy doktorskiej

Mgr. inż. Mikołaja Badury

z tytułem:

**„Opracowanie technologii związków półprzewodnikowych
na bazie InP do konstrukcji kwantowego lasera kaskadowego”**

Praca doktorska Pana Mikołaja Badury wykonana została na Politechnice Wrocławskiej w Katedrze Mikroelektroniki i Nanotechnologii Wydziału Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów. Promotorem rozprawy był Profesor dr hab. inż. Marek Tłaczała, a promotorem pomocniczym dr inż. Damian Radzewicz.

Wstęp

Rozprawa doktorska dotyczy niezwykle ambitnego zadania – konstrukcji półprzewodnikowych laserów kaskadowych. Dotychczas tego typu lasery wytwarzane były z wykorzystaniem technologii MBE i to raczej w pojedynczych sztukach, a nie w wyniku masowej produkcji. Ponadto autor rozprawy podjął się niezwykle ambitnego zadania opracowania technologii MOVPE składowych elementów kwantowego lasera kaskadowego na bazie InP. Choć praca kończy się demonstracją wykonania lasera w „podejściu hybrydowym” – część w oparciu o materiały wykonane w technologii MBE i część z wykorzystaniem technologii MOVPE, to zaprezentowane w rozprawie wyniki przekonują, że analogiczny laser kaskadowy może w przyszłości być wykonywany z wykorzystaniem technologii MOVPE.

Czytając pracę doktorską, i podane na koniec doktoratu informacje o dorobku naukowym, **jestem pod dużym wrażeniem osiągnięć naukowych autora rozprawy.** Doktorant jest współautorem 12 publikacji naukowych z listy filadelfijskiej, 42 innych

publikacji, ma w dorobku 23 wystąpienia konferencyjne, oraz był wykonawcą 9 projektów badawczych. **Jest to znaczący dorobek naukowy.**

Cele rozprawy

Na stronie 25 rozprawy autor przedstawia cele pracy. Zgodnie z podanym tam tekstem celem pracy było opracowanie technologii MOVPE (w odmianie niskociśnieniowej (LP-MOVPE)) wszystkich elementów składowych lasera kaskadowego (kwantowego lasera kaskadowego (QCL)). **Było to niezwykle ambitne zadanie!**

W ramach tego podstawowego celu autor rozprawy wykonywał szereg zadań technologicznych i konstrukcyjnych, które podaję poniżej:

- 1) Opracowanie technologii wzrostu rdzenia lasera QCL
- 2) Opracowanie technologii wzrostu „warstw ograniczających” lasera QCL
- 3) Zastosowanie opracowanych warstw i struktur w konstrukcji lasera QCL

Już na tym etapie recenzji zaznaczam, że wszystkie wymienione za autorem rozprawy cele zostały zrealizowane.

Konstrukcja pracy doktorskiej

Praca jest poprzedzona krótkimi abstraktami, w po polsku i w języku angielskim, spisem symboli i użytych akronimów. Zasadnicza część pracy to 11 rozdziałów – 1. Wstęp, 2. Motywacja podjęcia badań, 3. Kwantowy laser kaskadowy – zasada działania, 4. Cel pracy, 5. Techniki epitaksjalne, 6. Stosowane techniki pomiarowe, 7. Opracowanie technologii warstw epitaksjalnych (najważniejsza część rozprawy łącznie z rozdziałami 8-10), 8. Opracowanie technologii struktur kwantowych, 9. Rdzeń kwantowego lasera kaskadowego, 10. Zastosowanie opracowanej technologii w przyrządach laserowych, 11. Podsumowanie. Na końcu rozprawy podana jest obszerna bibliografia i jako załączniki informacje o dorobku naukowym autora rozprawy.

W części mojej recenzji zatytułowanej „Uwagi” przedstawiam moją sugestię o kolejności zestawienia poszczególnych rozdziałów rozprawy. Chce także zaznaczyć, że w podsumowaniu brakowało informacji czy będą podjęte w najbliższym czasie próby skonstruowania lasera QCL ze wszystkimi elementami wykonanymi w technologii LP-MOVPE.

Podsumowanie najważniejszych wyników rozprawy

Jestem pod wrażeniem wiedzy autora rozprawy na temat podjętych zadań. Rozdziały drugi i trzeci rozprawy to znakomite wprowadzenie do tematyki laserów QCL – ich historii, konstrukcji, zasad działania i używanych materiałów. W tej części autor rozprawy wyjaśnia dlaczego podjęte zadanie rozwoju technologii MOVPE warstw InP i InP:Fe jest tak istotne dla konstrukcji laserów QCL.

Szczegółowy opis laserów QCL podany jest w rozdziale trzecim. Autor w podrozdziałach 3.1 – 3.3 opisuje kluczowe elementy konstrukcji lasera. Są to: 3.1 obszar aktywny, 3.2 obszar wstrzykiwania, 3.3 warstwy ograniczające. Na tym etapie prac okazało się, że prace autora doktoratu dotyczące warstw ograniczających doprowadziły do bardzo ciekawych wyników praktycznych. Może warto wykorzystać napisany tekst do wydania monografii na temat laserów QCL? Przygotowany materiał jest bardzo fachowy i warty publikacji.

W rozdziale piątym autor opisuje dwie współczesne technologie cienkich warstw (MBE i MOVPE) stosowane przy konstrukcji laserów półprzewodnikowych. Opisując technologię MBE autor wyjaśnia jej trudności przy osadzaniu warstw zawierających fosfor – InP czy InGaAsP. W tym przypadku zalety technologii MOVPE są oczywiste.

Rozdział szósty rozprawy to obszerny opis technik pomiarowych użytych do charakteryzacji wytwarzanych warstw i struktur kwantowych. Są to fotoluminescencja, dyfrakcja rentgenowska wysokiej rozdzielności, elektrochemiczne profilowanie pojemnościowo-napięciowe, mikroskopia sił atomowych. W pracy dodatkowo pokazane są wyniki badań SEM i TEM, ale badania TEM te nie były wykonane w grupie autora rozprawy. Być może dlatego brak jest opisu tych dwóch (SEM i TEM) technik pomiarowych.

Kolejne trzy rozdziały zawierają wyniki prac technologicznych. Pierwszym zadaniem (później okazało się że wykorzystanym w konstrukcji lasera hybrydowego QCL (MOVPE-MBE-MOVPE) było opanowanie technologii MOVPE warstw InP niedomieszkowanych. Prace dotyczące tego zadania zebrane są w podrozdziale 7.1.1. Uzyskane wyniki są doskonałe. Osiągnięto bardzo niski poziom domieszkowania samoistnego (rzędu 10^{14} cm^{-3}) oraz chropowatość warstw rzędu 0.1 nm. **Te warstwy doskonale nadają się do zastosowań w laserach QCL!**

W kolejnych krokach opracowano metodę domieszkowania warstw InP krzemem na typ n i wytwarzanie warstw izolujących o dużym przewodnictwie cieplnym – InP:Fe. Odpowiednie wyniki zestawiono w podrozdziałach 7.1.2 i 7.1.3. **W moim odczuciu prace dotyczące domieszkowania na typ n są niezwykle ciekawe.** Krzem w materiałach III-V jest domieszką amfoteryczną i może wbudowywać się zarówno jako donor jak i akceptor. Doktorantowi udało się wyeliminować ten problem, a dodatkowo poprzez użycie disilanu uzyskano efektywne domieszkowanie na typ n. Następnie, dla zastosowań w laserach QCL, opracowano technologię warstw okładkowych (cladding) z profilem domieszkowania. Te warstwy zastosowano później z bardzo dużym sukcesem w konstrukcji hybrydowych laserów QCL wytwarzanych z użyciem zarówno LP-MOVPE jak i MBE.

W podrozdziale 7.1.3 Omówiono prace dotyczące odprowadzania ciepła z rdzenia lasera kaskadowego. Kompensację samoistnego domieszkowania warstw InP na typ n uzyskano poprzez wprowadzenie do warstw domieszki żelaza. Ciekawa część tej części pracy dotyczy wpływu wytrąceń Fe-P na morfologię powierzchni i jakość krystaliczną warstw InP. Uzyskana w pracy rezystywność warstw InP:Fe jest rzędu kilka razy 10^8 Ohmcm co jest znakomitym wynikiem.

Kolejna część rozprawy dotyczy warstw InGaAs zarówno niedomieszkowanych jak i domieszkowanych na typ n, w obu przypadkach wytwarzanych w technologii MOVPE. To są warstwy stanowiące rdzeń lasera QCL. Rozumiem, że w dalszych planach grupy w której pracuje autor doktoratu takie warstwy będą stosowane w laserach QCL wykonanych w pełni w technologii MOVPE. Na tym etapie prac skupiono się na wykonaniu wysokiej jakości warstw dopasowanych sieciowo do InP. Zgadzam się z autorem rozprawy, że po optymalizacji procesu technologicznego otrzymane warstwy spełniają wymagania do stosowania ich w konstrukcji laserów QCL. Rozwiązano także problem efektywnego

domieszkowania tych warstw na typ n. Takie warstwy także wymagane są przy konstrukcji laserów QCL. Podobnie jak w przypadku InP sukces osiągnięto używając nowy prekursor krzemu – disilan. Opanowano problem niedopasowania do podłoża InP warstw po domieszkowaniu. Wyeliminowano także problemy wynikające z amfoterycznego charakteru domieszki krzemu.

Kolejnym zadaniem było opracowanie technologii MOVPE warstw AlInAs dopasowanych sieciowo do InP. Również w tym przypadku pracowano nad warstwami niedomieszkowanymi i domieszkowanymi na typ n. W tym drugim wypadku ponownie użycie disilanu okazało się kluczowe. Przy okazji zaznaczam, że w każdym momencie recenzji kiedy piszę o technologii MOVPE mam na myśli jej wersję LP-MOVPE stosowaną przez autora rozprawy.

„Sercem/rdzeniem” lasera QCL nie są pojedyncze warstwy, nie są odpowiednie struktury studni kwantowych, ale są to skomplikowane układy studni i supersieci. **W rozdziałach ósmym i dziewiątym rozprawy autor wykazuje mistrzostwo w opanowaniu technologii wzrostu.** Zaczyna od opracowania technologii studni kwantowych InGaAs/AlInAs. Następnie wzrastane są supersieci, aby finalnie (rozdział dziewiąty) zademonstrować skomplikowane struktury lasera QCL. Docelowo wykonano 20 kaskad po 22 warstwy każda warstw epitaksjalnych InGaAs-AlInAs. **Obraz TEM takiej struktury pokazany na Rys. 79 w pełni dokumentuje mistrzostwo osiągnięte przez doktoranta.**

Wpływ wygrzewania na wykonane struktury rdzenia lasera opisano w podrozdziale 9.1. Mnie zainteresowało wykazanie jak czułe są metody optyczne (fotoluminescencja) na wszelkiego rodzaju rozdyfundowania struktur kwantowych. W tej części pracy wykazano, że nawet minimalne rozdyfundowanie struktur (nie wykrywane w pomiarach TEM i HR-XRD) prowadzi do zmian widm luminescencji. To bardzo ciekawy wynik eksperymentalny.

„Nothing is perfect” i dlatego w kolejnej części rozdziału 9 autor analizuje defekty wynikające z osadzania rdzenia lasera QCL. Najpierw wykryto przyczynę powstawania obserwowanych defektów, a następnie modyfikowano procesy technologiczne aby te defekty eliminować. Opracowano skuteczne procedury wygrzewania podłoży dwóch dostawców aby minimalizować proces zdefektowania.

Zawartość rozdziału dziesiątego trochę mnie zaskoczyła. W tym rozdziale omówione są hybrydowe struktury laserowe z wykorzystaniem rdzenia wykonanego w technologii MBE. Autor rozprawy wykonał do tych laserów podłoże InP, warstwę pokrywającą (cladding) i warstwy InP:Fe. Brakowało mi tutaj stwierdzenia czego brakuje aby takie struktury w pełni wykonać w procesie MOVPE. Nie zmienia to faktu, że użycie warstw opracowanych przez autora rozprawy znacząco poprawiło parametry pracy dwóch opracowanych struktur laserów QCL. **Jest to duży sukces doktoranta!**

W dalszej części rozdziału dziesiątego autor omawia wkład jego wyników w opracowanie innego typu lasera – QC VCSEL. Również te wyniki wpływają na moją bardzo wysoką ocenę uzyskanych w doktoracie wyników.

Pracę kończy krótkie podsumowanie uzyskanych wyników – rozdział jedenasty, obszerny spis bibliografii i załączniki o dorobku autora.

Uwagi

Biorąc pod uwagę rozmiar rozprawy to muszę zaznaczyć, że jest ona napisana bardzo dobrze. Ilość usterek jest znikomo mała (na przykład „literówka na stronie 24, czy też brak nawiasów we wzorze (14) na stronie 68).

Mam tylko dwie uwagi krytyczne. Po pierwsze, opisując możliwe procesy rekombinacji promienistej autor wymienia ekscytony związane (związane, a nie zlokalizowane jak spotkałem w tekście) na donorach i akceptorach. W pierwszym przypadku jest to ekscyton związany na neutralny donorze, a także w wybranych materiałach (decyduje stosunek mas efektywnych elektronów i dziur) na zjonizowanym donorze. W przypadku akceptorów możliwa jest tylko pierwsza opcja – ekscyton związany na neutralnym akceptorze. Nie istnieje ekscyton związany na zjonizowanym akceptorze. Błędna jest więc informacja podana w doktoracie.

Druga uwaga krytyczna dotyczy konstrukcji rozprawy. Opisując sukcesy w opracowaniu poszczególnych elementów lasera QCL autor przekonuje nas, że laser taki może być wykonany w technologii LP-MOVPE. Następnie, w rozdziale dziesiątym, opisuje konstrukcje laserów QCL (na dwie częstości/długości fali) z wykorzystaniem tylko części

elementów opracowanych w ramach rozprawy. „Serce” lasera wykonane było w technologii MBE w grupie profesora Macieja Bugajskiego. Według mnie logiczniej było opisanie tych laserów w części rozprawy dotyczącej warstw InP i InP:Fe jako podsumowanie osiągnięć technologicznych dotyczących tych materiałów. Jest to wyłącznie moje odczucie i nie jest to istotny zarzut. Ponadto brakowało mi napisania czy w najbliższym czasie (już po doktoracie) autor rozprawy będzie próbował wytworzyć lasery QCL ze wszystkimi elementami składowymi wytwarzanymi w technologii LP-MOVPE. A jeśli nie, to jakie problemy technologiczne należy nadal rozwiązać.

Podsumowanie recenzji

Podsumowując, uważam że uzyskane w rozprawie wyniki są **bardzo wartościowe. Stwierdzam więc, że praca doktorska mgr. inż. Mikołaja Badury spełnia (z dużym nadmiarem) wszystkie wymagania formalne stawiane pracom doktorskim w odpowiednich ustawach (art. 13 ustawy z dnia 14.03.2003) i rozporządzeniach Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 30.01.2018. Wnioskuje dopuszczenie doktoranta do dalszych etapów postępowania. Jednocześnie będąc pod dużym wrażeniem rezultatów zaprezentowanych w doktoracie składam wniosek o wyróżnienie doktoratu.**

Uzasadnienie wniosku o wyróżnienie

Uzasadnienie zacznę od żartu. Polacy często dyskutują czy Słowacki, czy Mickiewicz zamiast przyznać, że obaj byli wybitnymi twórcami. Analogicznie trwa dyskusja czy MBE, czy MOVPE. W zasadzie często mówi się, że MBE to technologia stosowana dla badań, a MOVPE to technologia używana w produkcji. Nawet dla laserów i diod azotkowych zalety technologii MBE (brak wodoru w procesie wzrostu) nie okazały się decydujące. Generalnie tylko w przypadku laserów QCL wydawało się, że MBE nie ma konkurencji. Przedstawione w rozprawie wyniki przekonująco wykazują, że nawet w tej dziedzinie optoelektroniki technologia MOVPE może wkrótce odegrać kluczową rolę. **Doktorant podjął się niezwykle ambitnego zadania i w moim odczuciu uzyskał znaczące wyniki.** Należy więc docenić osiągnięte wyniki. **Raportowane wyniki dla laserów hybrydowych są wielkim osiągnięciem. Te wyniki mogą przelożyć się na podjęcie produkcji takich laserów z całą gamą możliwych zastosowań.**

