

Kraków, 21.08.2023r.

Prof. dr hab. Tomasz Stapiński  
Akademia Górniczo-Hutnicza  
im. Stanisława Staszica  
w Krakowie  
Instytut Elektroniki  
al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków

## Recenzja rozprawy doktorskiej

Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak

Pt. „Badanie niejednorodności epitaksjalnych struktur  
półprzewodników wieloskładnikowych”

Promotor:

prof. dr hab. inż. Marek Tłaczała

Promotor pomocniczy:

dr hab. inż. Damian Pucicki, prof. PWr

### Problematyka rozprawy

Problematyka rozprawy związana jest z zagadnieniami z obszaru nanotechnologii. Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak zajmowała się charakteryzacją wieloskładnikowych materiałów AIII - BV. Badała ~~materiały~~ trójskładnikowe i czteroskładnikowe związki półprzewodnikowe takie jak : GaAsN, InGaAs, AlInAs, InGaAsN oraz GaAsNSb. Określała wpływ niejednorodności składu materiałowego na parametry użytkowe końcowego przyrządu optoelektronicznego. Materiały poddano badaniom strukturalnym (dyfrakcja rentgenowska wysokiej rozdzielczości HRXRD). Praca jest związana z rozwojem technologii epitaksji półprzewodników złożonych, mających zastosowanie w konstrukcji kwantowych

laserów kaskadowym QCL i stanowi część prac w ramach opracowania technologii struktur laserów kaskadowych w Katedrze Mikroelektroniki i Nanotechnologii na Wydziale Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów Politechniki Wrocławskiej. Autorka była zmotywowana przeprowadzeniem badań dotyczących technologii zaawansowanych struktur półprzewodnikowych jako materiałów dla elektroniki i fotoniki, ażeby zidentyfikować niejednorodności powstające w półprzewodnikowych strukturach epitaksjalnych oraz opracować metodykę charakteryzacji strukturalnej wieloskładnikowych związków metastabilnych osadzanych techniką MOVPE, przy zastosowaniu nowoczesnych metod pomiarowych.

Autorka wykazała się dobrą znajomością obsługi aparatury technologicznej i interpretacji wyników pomiarowych.

### **Charakterystyka rozprawy**

Rozprawa ukazała się w formie zwartej i posiada oryginalny układ. Językiem rozprawy jest język polski, jednakże zamieszczono szereg angielskojęzycznych pojęć i akronimów. Wskazano publikacje Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak stanowiące dzieła Autorki, gdzie była również pierwszym Autorem. Wykaz Publikacji Autorki z listy filadelfijskiej obejmuje 15 pozycji. Rozprawa doktorska składa się ze 165 stron i ma prawidłowy układ edytorski, a jej struktura jest przejrzysta. Przytoczona bibliografia jest w pełni wystarczająca dla naświetlenia problematyki i zawiera 103 pozycje, w większości z kilku ostatnich lat wydanych w liczących się czasopismach naukowych, z czego Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak powołuje się na 8 własnych publikacji, w których w dwóch przypadkach jest pierwszym autorem. Bibliografia świadczy o dobrym rozeznaniu literaturowym Autorki w uprawianej przez Nią dyscyplinie naukowej oraz o znacznym dorobku naukowym. Rozprawa zawiera 9 rozdziałów, spis treści, spis akronimów, spis symboli oraz streszczenie w języku polskim i angielskim, co bez wątpienia jest przydatne. Na końcu zamieszczono podsumowanie, spis literatury, spis publikacji autorki z listy filadelfijskiej oraz wykaz realizowanych grantów i projektów badawczych, w których brała udział.

Pierwszy rozdział obejmuje dość obszerny wstęp poświęcony rozwojowi technologii i inżynierii materiałowej związków półprzewodnikowych AIII – BV ukierunkowany na zastosowania optoelektroniczne materiałów gradientowych oraz struktur epitaksjalnych na bazie związków wieloskładnikowych. W rozdziale 2. omówiono motywacje i cel pracy doktorskiej Pani Mgr inż. Katarzyny Bielak. W tym też rozdziale został zdefiniowany główny cel pracy jakim jest identyfikacja niejednorodności powstających w półprzewodnikowych strukturach epitaksjalnych oraz opracowanie metodyki charakteryzacji strukturalnej wieloskładnikowych związków metastabilnych osadzanych techniką MOVPE, przy zastosowaniu nowoczesnych metod pomiarowych. Autorka wstępnie scharakteryzowała

dostępne techniki wytwarzania nanostruktur oraz narzędzia do ich późniejszej charakteryzacji zarówno będące do dyspozycji na Politechnice Wrocławskiej jak i w innych Ośrodkach naukowych, z którymi miała możliwość prowadzenia wspólnych badań. Rozdział 3. zatytułowany jest „Półprzewodniki wieloskładnikowe i metody ich krystalizacji” i stanowi syntetyczną wiedzę dotyczącą podstawowych cech i właściwości tych związków i metod ich krystalizacji. Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak przytacza też istotne dane literaturowe. W rozdziale 4. omówiono dość szczegółowo stosowane przez Autorką metody i narzędzia badawcze. Były to: Wysokorozdzielcza dyfraktometria rentgenowska, Rentgenowska spektroskopia fotoelektronów, Spektrometria mas jonów wtórnych, Fotoluminescencja, Optyczne spektroskopy modulatoryjne: bezkontaktowe elektroodbicie oraz fotoodbicie. Rozdział 5. dotyczył badania właściwości półprzewodników trójskładnikowych – GaAsN, wykonania struktur testowych, badań strukturalnych (HRXRD – wysokorozdzielczej dyfrakcji rentgenowskiej), analizy chemicznej (rentgenowskiej spektroskopii fotoelektronów) oraz badań optycznych (spektroskopia fotoluminescencji i fotoodbicia). Natomiast Rozdział 6 poświęcony był badaniom właściwości półprzewodników trójskładnikowych – InGaAs z użyciem wspomnianych metod charakteryzacji. W rozdziale 7 Autorka odniosła się do badań półprzewodników cztero-składnikowych z grupy rozcieńczonych azotków dwóch związków półprzewodnikowych InGaAsN oraz GaAsNSb. Heterostrukture InGaAsN/GaAs z niejednorodnymi studniami kwantowymi zostały opisane w rozdziale 8, gdzie Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak skoncentrowała się na analizie parametrów materiałowych warstw studni kwantowych oraz wpływie niejednorodności materiałowej na rozkład potencjału studni kwantowej i sprawność detektorów zbudowanych z zastosowaniem takich studni kwantowych. W rozdziale 9 Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak podsumowała wyniki prowadzonych w ramach doktoratu badań oraz omówiła wnioski końcowe.

### **Oryginalne osiągnięcia Autorki**

Należy zauważyć, iż Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak podjęła się trudnego zadania w warstwie technologiczno-eksperymentalnej. Za silne strony badań Autorki uważam: Dobre opanowanie technologii struktur z użyciem metody AP-MOPVE (atmospheric-pressure metalorganic vapour-phase epitaxy) oraz Zdolności interpretacyjne wyników uzyskanych w zakresie: wysokorozdzielczej dyfraktometrii rentgenowskiej, rentgenowskiej spektroskopii fotoelektronów, spektrometria masowej jonów wtórnych, badań fotoluminescencja, bezkontaktowego elektroodbicia i fotoodbicia.

Autorka przeprowadziła analizę heterostruktur GaAsN/GaAs otrzymanych techniką AP-MOVPE z zawartością azotu do 3%. Heterostrukture poddano kompleksowej charakteryzacji z użyciem wymienionych w poprzedniej części recenzji metod.



Zaobserwowała obecność nieintencjonalnej warstwy przypowierzchniowej. Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak widziała konieczność kompleksowych badań strukturalnych by móc precyzyjnie zdefiniować parametry struktur epitaksjalnych oraz konfiguracji atomowych w materiale.

Zainteresowanie Autorki warstwami InGaAs wynikały z możliwości aplikacyjnych w przyrządach optoelektronicznych gdzie problemem może być niedopasowanie sieciowe do podłoża. Przeprowadzono pełną charakteryzację warstw InGaAs na podłożach GaAs o małej zawartości indu oraz na podłożach InP. Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak w heterostrukturach InGaAs/GaAs (z dużą zawartością indu) zaobserwowała dyslokacje związane z relaksacją naprężeń w stopie InGaAs. Zaobserwowała dużą zgodność wyników zawartości indu uzyskanych metodami XPS oraz HRXRD. Badania przyczyniły się do oceny procesu epitaksji pod kątem czystości warstw i jakości powierzchni po krystalizacji. Badania optyczne pozwoliły wyznaczyć przerwę energetyczną oraz obliczyć zawartość indu w stopie potrójnym InGaAs. Wyniki badań Autorka wiąże z akumulacją indu na powierzchni i gradientem składu. Wyjaśniła też mechanizm obserwowanego zjawiska. Badania wykazały też niejednorodności stopu InGaAs, tworzenie się cienkich warstw o zwiększonej zawartości indu warunkowanych przerwami w procesie wzrostu. Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak zjawisko to tłumaczyła zjawiskami migracji indu.

Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak zajmowała się również badaniami związków czteroskładnikowych z grupy tzw. rozcieńczonych azotków: warstw InGaAsN, osadzonych techniką AP-MOVPE, oraz warstw GaAsNSb, krystalizowanych techniką MBE (na Politechnice Wrocławskiej i w ramach współpracy z Uniwersytetem w Maladze), a współpraca zapewniła komplementarność metod badawczych. Z analizy uzyskanych wyników wynikało, że obecność indu blokuje wbudowywanie się azotu w sieć krystaliczną InGaAs. Badania potwierdziły przydatność zaproponowanej metodyki wyznaczania składu związków czteroskładnikowych oraz wykazały, że niejednorodności składu występują w materiałach wieloskładnikowych otrzymywanych różnymi technikami i o różnym składzie.

Autorka przedstawiła problem niejednorodności warstwy InGaAsN w obrębie jednej studni kwantowej i rozseparowanie części wzbogaconych w azot i w ind. Zaobserwowała powiązany z metodą osadzania efekt wzmożonej powierzchniowej segregacji indu i jego obecność w barierach GaAs. Przeprowadziła analizę sprawności absorpcji spolaryzowanych struktur typu p-i-n i n-i-p, zawierających niejednorodne studnie kwantowe, których polaryzacja odpowiadała standardowym warunkom pracy fotodetektora.

Na uwagę zasługuje fakt, że wyniki pracy doktorskiej były częścią projektów realizowanych w Katedrze Mikroelektroniki i Nanotechnologii na Wydziale Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów Politechniki Wrocławskiej. Badania służyły również celom aplikacyjnym i wykonaniu struktur testowych dla konstrukcji przyrządów optoelektronicznych. Metodyka charakteryzacji metastabilnych stopów na bazie rozcieńczonych azotków została również wykorzystana w strukturach fotowoltaicznych typu p-i-n z absorberem GaAsN. Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak zajmowała się opracowaniem

technologii heterostruktur krystalizowanych na podłożach InP do konstrukcji kwantowych laserów kaskadowych. Metody charakteryzacji heterostruktur wieloskładnikowych okazały się być przydatne w procesach optymalizacji epitaksjalnego wzrostu nanostruktur o przeznaczeniu aplikacyjnym.

### **Mocne strony rozprawy**

Nie ulega wątpliwości, iż fakt uprzedniego opublikowania wyników części badań składających się na doktorat Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak w recenzowanych czasopismach ściśle związanych ze specjalizacją Doktorantki świadczy o randze prowadzonych badań. Przytoczone prace naukowe potwierdzają mocne strony doktoratu i merytoryczne przygotowanie Doktorantki. Bardzo istotny jest fakt uczestnictwa w licznych projektach finansowanych przez NCN, NCBR, MEiN jak i współpracy międzynarodowej pomiędzy Zakładem Nanotechnologii Uniwersytetu w Maladze i Katedrą Mikroelektroniki i Nanotechnologii Politechniki Wrocławskiej. Aktywny udział w opracowaniu koncepcji eksperymentów jak i ich wykonania, świadczy o przygotowaniu Doktorantki do prowadzenia badań na wysokim poziomie. Recenzent zauważył nieliczne nieścisłości natury redakcyjnej w przedstawionej do oceny pracy, lecz nie ulega wątpliwości, iż mocne strony rozprawy są dominujące.

### **Wnioski końcowe**

Recenzent wysoko ocenia przedłożoną rozprawę doktorską. Autorka w czasie realizacji swojej pracy doktorskiej wykazała się dużym wkładem w prowadzone badania i intuicją jako naukowiec oraz wiedzą teoretyczną i doświadczeniem praktycznym. Podkreśleniu zasługuje możliwość wykorzystania wyników badań dla rozwoju zaawansowanych konstrukcji struktur optoelektronicznych. Cel pracy został osiągnięty a recenzowana rozprawa doktorska posiada wysoki poziom naukowy i stanowi znaczący wkład w dyscyplinę naukową automatyka, elektronika, elektrotechnika i technologie kosmiczne. Dojrzałość naukową Autorki potwierdza fakt, iż wyniki prac były już opublikowane w recenzowanych czasopismach naukowych (Mater. Sci. Pol., J. Mater. Sci. Mater. Electron., Adv. Electr. Electron. Eng., Opt. Appl.). Podkreślić też należy, że Autorka część prac badawczych wykonała w ramach dużych projektów zarówno krajowych jak i międzynarodowych. Reasumując stwierdzam, że cel pracy został z nadmiarem osiągnięty, recenzowana rozprawa doktorska Pani Mgr inż. Katarzyny Bielak posiada wysoki poziom naukowy i spełnia warunki stawiane rozprawom doktorskim. Na podstawie stosownej Ustawy wnoszę o jej dopuszczenie do publicznej obrony.

**Równocześnie, po przyjęciu publicznej obrony pracy doktorskiej, mając na uwadze, że cel pracy został osiągnięty, a wyniki badań recenzowanej rozprawy doktorskiej Pani Mgr inż. Katarzyna Bielak mają istotne znaczenie dla rozwoju dyscypliny naukowej i jednocześnie spełniają wymagania Rady Dyscypliny automatyka, elektronika,**

elektrotechnika i technologie kosmiczne Politechniki Wrocławskiej, wnioskuje o jej wyróżnienie.



Tomasz Stapiński