

## Recenzja rozprawy doktorskiej

pod tytułem

„Metodyka i układy sterowania wiązkami cząstek naładowanych w mikrosystemach MEMS”

autorstwa mgr inż. Marcina Białasa

### 1. Tematyka rozprawy

Przedstawiona do oceny praca doktorska mgr inż. Marcina Białasa dotyczy opracowania sposobów sterowania wiązkami cząstek naładowanych w mikrosystemach MEMS (micro electro mechanical systems). Dotyczy także budowy układów przeznaczonych do sterowania tymi wiązkami. Przedstawiona praca została wykonana w Politechnice Wrocławskiej (P. Wr.) pod opieką promotora dr hab. inż. Tomasza Grzebyka, prof. P. Wr. oraz pod opieką promotora pomocniczego dr inż. Michała Krysztofa.

### 2. Zawartość i redakcja pracy

Praca składa się z kilku podstawowych rozdziałów. We wstępie teoretycznym przedstawiono krótkie opisy źródeł elektronów i jonów, opisano ruch cząstek naładowanych w polach elektrycznym i magnetycznym oraz w gazach, opisano soczewki elektrostatyczne i magnetyczne oraz układy odchylenia i detekcji cząstek naładowanych. Opisano też rodzaje zasilaczy napięciowych stosowanych w układach elektronowych i jonowych.

Kolejny rozdział, p.t. Miniaturowe przyrządy elektronowiązkowe, można traktować jako wstęp do zasadniczej części pracy doktorskiej. Jako punkt odniesienia pokazane są bowiem przykłady aktualnych rozwiązań urządzeń elektronowiązkowych typu MEMS. Pokazano m.in. spektrometry mas opracowane w laboratoriach: Zyvex Corporation, TX, USA, Hamburg University of Technology oraz Charles Stark Draper Laboratory, MA, USA. W tym rozdziale pokazano też pokrótce wyniki prac Katedry Mikrosystemów Wydziału Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów Politechniki Wrocławskiej dotyczące mikroźródła X, mikroskopu elektronowego MEMS oraz spektrometrów mas typu MEMS.

Zasadniczą część pracy doktorskiej stanowią rozdziały „Układy elektroniczne”, „Oprogramowanie” oraz „Badania własne”.

Rozdział „Układy elektroniczne” zawiera opis oryginalnych rozwiązań autorstwa doktoranta, różnych układów przeznaczonych do sterowania mikrosystemami MEMS. Są to zasilacz wysokonapięciowy 0 – 35 kV, 0-1 mA, sterownik układu oktopolowego, generatory impulsów, układ zasilania do kwadrupolowego spektrometru mas, moduł izolacji analogowej, przedwzmacniacze prądów



jonowych, detektor elektronów z fotodiodą p-v-n oraz manipulatory próżniowe ze sterownikami. W rozdziale tym zamieszczone zostały schematy ideowe opracowanych układów elektronicznych.

Rozdział „Oprogramowanie” przedstawia programy autorstwa doktoranta – sterownik układu oktopolowego, monitor szeregowy oraz elektroniczny system odchylający – obrazujący. Przedstawione są także oprogramowania do ośmiokanałowego zasilacza uniwersalnego, do przeglądania zdjęć oraz inne programy bardzo pomocne w opisanych dalej pracach eksperymentalnych.

Rozdział „Badania własne” stanowi eksperymentalną część rozprawy doktorskiej. Opisane są w nim prace związane z uruchomieniem mikroskopu elektronowego MEMS, miniaturowych spektrometrów mas oraz miniaturowego źródła rentgenowskiego. W opisanych pracach zastosowano opracowane oprogramowanie i sprawdzono funkcjonowanie układów elektronicznych własnej konstrukcji przy sterowaniu rzeczywistych mikrosystemów.

Prace własne dotyczące miniaturowego mikroskopu skaningowego MEMS obejmowały budowę i wykonanie testów oktopolowego układu odchylającego wiązkę elektronów pierwotnych. Pokazane są wyniki testów tego układu we współpracy z opracowanym wcześniej w laboratorium działem elektronowym z emiterym polowym. Obraz odchylanej wiązki rejestrowano na ekranie szklanym z luminoforem ZnS:Ag. Jednak niestabilność funkcjonowania zastosowanego źródła elektronów z emisją polową skłoniła doktoranta do przeprowadzenia badań układu oktopolowego w komorze próżniowej mikroskopu elektronowego firmy JEOL z wykorzystaniem stabilnej wiązki tego mikroskopu. Testy te pozwoliły lepiej ocenić działanie samego układu oktopolowego i układu detekcji elektronów oraz ocenić równocześnie funkcjonowanie oprogramowania obrazującego.

Korzystając w dalszym ciągu z wiązki elektronów mikroskopu JEOL przeprowadzono też ciekawe testy obrazowania próbek przy stosowaniu cienkiej membrany  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Ideą jest koncepcja budowy miniaturowego mikroskopu elektronowego, w którym wiązka elektronów skierowana jest w kierunku cienkiej warstwy azotku krzemu, stanowiącej jednocześnie ściankę układu próżniowego. W takim mikroskopie próbka umieszczana byłaby po stronie ciśnienia atmosferycznego. W ten sposób przez tę membranę przenikałyby zarówno elektrony pierwotne – w stronę badanej próbki, jak i wtórne – z badanej próbki poprzez membranę do detektora umieszczonego wewnątrz układu próżniowego. Opisane są testy z membraną  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , z tym, że membrana ta umieszczona była w komorze próżniowej i nie stanowiła jej ścianki. Próbkami były siatka metalowa a także proszek metalowy. Obrazy siatki rejestrowano na detektorze umieszczonym za siatką – w modzie transmisyjnym, rejestrując prąd próbki, a także rejestrując prąd elektronów wtórnych (odbitych) stosując detektor umieszczony przed siatką. Obrazy próbki proszku metalowego rejestrowane były w modzie transmisyjnym. Problemem okazała się wytrzymałość membran, które po pewnym czasie pracy pękały. Jednak koncepcja stosowania tych membran w miniaturowych urządzeniach mikroskopii elektronowej została potwierdzona. Należy zauważyć, że w trakcie testów z membranami  $\text{Si}_3\text{N}_4$  stosowano wiązkę elektronów o energii 15 keV.

W rozdziale „Badania własne” pokazano też wyniki prac dotyczących miniaturowego mikroskopu skaningowego wyposażonego we własne źródło elektronów. Tym razem energia wiązki elektronów wynosiła 4 keV. Sprawdzono działanie poszczególnych elementów tego mikroskopu obrazując próbkę maskownicy kineskopu kolorowego. Uzyskane obrazy są jednak rozmyte, gdyż średnica stosowanej wiązki wynosiła 300 – 500 um. Potwierdzono jednak możliwość konstrukcji takiego mikroskopu, aczkolwiek zastosowanie źródła o lepszych parametrach jest konieczne.

W dalszej części Badań własnych opisano prace dotyczące uruchomienia trzech typów spektrometrów mas: ruchliwości jonów, czasu przelotu i kwadrupolowego.

*P. Krawiec*

Pierwsza konstrukcja składająca się ze źródła z wyładowaniem koronowym oraz strefą dryftu o długości 57 mm nie przyniosła zadowalających wyników.

Spektrometr czasu przelotu pozwolił już na zarejestrowanie czytelnego spektrum. Podstawowym problemem przy pracy tego spektrometru okazał się jednak wpływ zakłóceń generowanych przez układ przerywania strumienia jonów na funkcjonowanie układu detekcji porcji jonów docierających do kolektora. Modyfikacja stanowiska próżniowego i odpowiednie ekranowanie detektora poprawiły działanie spektrometru.

Najlepsze wyniki osiągnięto przy uruchomieniu spektrometru kwadrupolowego. Przedstawiono bardzo skrótowy opis uruchomienia oraz uzyskane spektrum mas. Część układów sterujących tego spektrometru została opracowana przez doktoranta i opisana w rozdziale Układy elektroniczne.

Ostatnim omawianym w rozprawie urządzeniem jest miniaturowe źródło rentgenowskie. Opisane prace dotyczyły wyboru odpowiedniego materiału scyntylicyjnego spośród 11 rodzajów oraz gotowych scyntylatorów. Opisano próby nanoszenia proszków na płytki szklane lub folie z tworzyw sztucznych. Przedstawiono zbudowane stanowisko przeznaczone do testowania scyntylatorów, przy czym zapewniono z nadmiarem ochronę obsługujących to stanowisko przed promieniowaniem jonizującym. W stanowisku zastosowano wysokonapięciową diodę próżniową kenotron EY-86 zasilaną napięciem 20 kV. Opisano też inne zbudowane stanowisko próżniowe przeznaczone do testowania anod do mikroźródła promieniowania X. Jako źródło elektronów zastosowano w nim wyrzutnię elektronów kineskopu kolorowego. Próbkę z warstwami metalicznymi miedzi, molibdenu, niklu, tantalum i wolframu umieszczone zostały na manipulatorze obrotowym. Powierzchnia scyntylatora Luminex była obserwowana przez kamerę przemysłową poprzez wizjer w komorze próżniowej. Wyniki pokazały, że najsilniejsza emisja promieniowania X następowała z warstw tantalowych. Przeprowadzono też badania samej wiązki promieniowania X. W tym celu zbudowano układ z nieco inną wyrzutnią elektronów, pochodzącą także z kineskopu kolorowego. Wyniki pozwoliły na zmierzenie rozbieżności powstającej wiązki promieni X. Określono też jaskrawość uzyskiwanych obrazów siatki o oczkach 300  $\mu\text{m}$ . Wykonano także zdjęcia próbki biologicznej, dobierając energię elektronów (13 keV) pobudzających anodę krzemowo-tantalową. Przeprowadzono też próby obrazowania przy energii elektronów 24 keV, przy czym próbki umieszczane były na zewnątrz układu próżniowego na powierzchni wizjera wykonanego z warstwy akrylowej PMMA o grubości 5 mm.

### 3. Uwagi ogólne

Ocenę ogólną pracy doktorskiej ułatwia jej ostatni rozdział pt. Podsumowanie, w którym wyszczególniony jest opis prac doktoranta wykonanych w ramach szerszych prac prowadzonych przez zespół badawczy.

Główną rolą autora tej pracy było opracowanie i wykonanie elektronicznych układów zasilania, sterowania i zbierania danych przeznaczonych do miniaturowych urządzeń: skaningowego mikroskopu elektronowego, spektrometrów mas oraz źródła rentgenowskiego. Te autorskie opracowania umożliwiły pierwsze uruchomienie niektórych urządzeń lub poprawę funkcjonowania innych. Układy te były dostosowywane do konkretnych wymogów urządzeń MEMS, różnych od ich pełnowymiarowych odpowiedników.

Trzeba zauważyć, że temat rozprawy odpowiada jej treści. Można stwierdzić, że przedstawiony został zestaw zasad dotyczących sposobów sterowania wybranymi układami MEMS. Przedstawione też zostały opracowane układy sterowania wiązkami elektronów i jonów w układach MEMS.

Warto też zauważyć, że opracowane układy elektroniczne są oddzielone w pewnym sensie od mikrosystemów MEMS, gdyż same nie spełniają warunków wymiarowych. Spełniają jednak zasadniczą rolę, gdyż bez nich badane układy MEMS nie mogą funkcjonować. Uzyskane dane dotyczące ich stosowania mogą być bardzo pomocne przy konstrukcji przyszłych zasilaczy spełniających już warunki wymiarowe MEMS.

Na początku tekstu pracy pokazano przegląd aktualnych rozwiązań urządzeń elektronowiążkowych i spektrometrów typu MEMS. W tym kontekście nieco brakuje aktualnego przeglądu zasilaczy elektronicznych i układów sterowania stosowanych w mikrosystemach MEMS.

Opisy eksperymentów dotyczących zastosowania układów elektronicznych do sterowania mikrosystemami MEMS nie są siłą rzeczy tak szczegółowe jak opisy samych konstrukcji zasilaczy i układów sterowania opracowanych przez autora pracy. Jednak, w rozdziale „Prace własne”, w niektórych przypadkach brakuje ważnych istotnych informacji. Najciekawsze wyniki tego rozdziału dotyczą uruchomienia kwadrupolowego spektrometru mas. Pokazano spektrum mas w zakresie od 0 do ok. 50 D. Nie podano jednak czasu rejestracji tego spektrum. Nie podano także jaką średnicę mają pręty tego spektrometru.

#### 4. Uwagi szczegółowe

Praca jest starannie napisana i zredagowana. Nie zawiera postawionych tez rozprawy, jednak jej osiągnięcia są jasno przedstawione w rozdziale Podsumowanie. Pokazana jest rola, jaką pełnił doktorant w zespole badawczym, jakie osiągnął wyniki oraz jak istotne były te wyniki dla uruchomienia poszczególnych układów typu MEMS.

Tekst pracy jest starannie zredagowany. Recenzent pracy ma pewne uwagi dotyczące sformułowania „spektrometr masowy”, które występuje w kilku miejscach. Sformułowanie to ma charakter żargonowy, lepszym rozwiązaniem jest „spektrometr mas”. Z resztą, sam autor używa tej właściwej formy w tytule jednego z rozdziałów.

Niektóre napisy na rysunkach są słabo czytelne a niektóre podpisy pod rysunkami zbyt skąpe. Te drobne uchybienia nie umniejszają dobrej oceny pracy.

#### 5. Uwagi końcowe

W podsumowaniu recenzji należy stwierdzić, że przeprowadzone i opisane przez doktoranta prace są bardzo istotne dla rozwoju w dziedzinie budowy mikrosystemów MEMS. Doktorant opracował szereg układów sterowania, które z powodzeniem zostały zastosowane do uruchomienia bądź poprawy funkcjonowania takich mikrosystemów MEMS jak: skaningowy mikroskop elektronowy, spektrometry mas oraz źródło promieniowania X.

Na zakończenie recenzji wysoko oceniam pracę i stwierdzam, że spełnia ona wymogi stawiane rozprawom doktorskim przez obowiązujące przepisy i wnioskuję o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

