

Dr inż. Michał Krysztof
Wydział Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów
Politechnika Wroclawska

Wroclaw, 27.09.2024

Zał. 3. Autoreferat

SPIS TREŚCI

1. Dane osobowe	3
2. Posiadane dyplomy i stopnie naukowe.....	3
3. Informacja o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych.....	3
4. Omówienie osiągnięć, o których mowa w art. 219 ust. 1 pkt. 2 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2021 r. poz. 478 z późn. zm.).....	3
4.1 Tytuł cyklu publikacji powiązanych tematycznie stanowiących osiągnięcia naukowe	3
4.2 Wykaz publikacji stanowiących osiągnięcia naukowe.....	4
4.3 Dane bibliometryczne.....	5
4.4 Wprowadzenie.....	6
4.5 Opis zagadnienia i sposobu jego rozwiązania.	7
4.6 Opis najważniejszych badań nad elementami skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS.....	8
4.7 Badania nad integracją wykonanych elementów w miniaturowy skaningowy mikroskop elektronowy MEMS.	32
4.8 Podsumowanie.....	40
4.9 Spis literatury.	43
5. Informacja o wykazywaniu się istotną aktywnością naukową albo artystyczną realizowaną w więcej niż jednej uczelni, instytucji naukowej lub instytucji kultury, w szczególności zagranicznej ..	49
6. Informacja o osiągnięciach dydaktycznych, organizacyjnych oraz popularyzujących naukę lub sztukę.....	50
6.1 Osiągnięcia dydaktyczne.....	50
6.2 Osiągnięcia organizacyjne i popularyzujące naukę.....	51
7. Inne ważne informacje dotyczące kariery zawodowej.....	51
7.1 Członkostwo w towarzystwach naukowych.....	51
7.2 Opieka naukowa w przewodach doktorskich	51
7.3 Recenzowanie publikacji naukowych	52
7.4 Udział w projektach badawczych.....	52
7.5 Nagrody i wyróżnienia	52

1. Dane osobowe

Imię i nazwisko: Michał Krysztof

2. Posiadane dyplomy i stopnie naukowe

2010 r. - stopień naukowy doktora nauk technicznych w dziedzinie elektronika;

W 2006 roku rozpocząłem studia doktoranckie na Wydziale Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechniki Wrocławskiej (dziedzina elektronika). Rozprawę doktorską pt. „*Detekcja sygnału i technika obrazowania w skaningowym mikroskopie elektronowym w zakresie niskiej próżni*” obroniłem z wyróżnieniem 20.10.2010 r. Promotorem pracy był prof. dr hab. inż. Witold Słówko, a recenzentami prof. dr inż. Jerzy Zdanowski (PWr) oraz prof. dr hab. Dariusz Mączka (UMCS).

2006 r. - dyplom magistra inżyniera na kierunku Inżynieria Materiałowa o specjalności Inżynieria Materiałów Elektroniki i Optoelektroniki;

Studia na Wydziale Podstawowych Problemów Techniki Politechniki Wrocławskiej, kierunek Inżynieria Materiałowa, ukończyłem z wynikiem celującym. Promotorem mojej pracy dyplomowej, pt. „*Modyfikacje technologii łączenia podłoży krzemowych ze szkłem*”, była prof. dr hab. inż. Anna Górecka-Drzazga.

3. Informacja o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych

Od 2010 roku jestem zatrudniony w Politechnice Wrocławskiej;

01.10.2010 - 31.12.2013 - na stanowisku asystenta (do 31.01.2013), a następnie na stanowisku adiunkta naukowo-dydaktycznego w Zakładzie Technologii Próżniowych i Plazmowych, na Wydziale Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki.

01.01.2014 - 31.12.2019 - na stanowisku adiunkta naukowo-dydaktycznego w Zakładzie Mikroinżynierii i Fotowoltaiki, na Wydziale Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki.

od 01.01.2020 - na stanowisku adiunkta naukowo-dydaktycznego w Katedrze Mikrosystemów, na Wydziale Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki (przemianowanego 15.09.2021 r. na Wydział Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów).

4. Omówienie osiągnięć, o których mowa w art. 219 ust. 1 pkt. 2 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2021 r. poz. 478 z późn. zm.).

4.1 Tytuł cyklu publikacji powiązanych tematycznie stanowiących osiągnięcia naukowe

Prace naukowe, będące podstawą przewodu habilitacyjnego, pt. „*Badania nad rozwojem MEMS-ów elektronowizyjnych*”, obejmują cykl publikacji w czasopismach o zasięgu międzynarodowym, opublikowanych w latach 2014-2024.

4.2 Wykaz publikacji stanowiących osiągnięcia naukowe

A1. **M. Krysztof**, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, A concept of fully integrated MEMS-type electron microscope, Technical Digest of 27th International Vacuum Nanoelectronics Conference IVNC 2014: July 6-10, 2014, Engelberg, Switzerland, 77-78. <https://doi.org/10.1109/IVNC.2014.6894767>

A2. **M. Krysztof**, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Electron beam forming in MEMS-type electron gun, Technical Digest of 28th International Vacuum Nanoelectronics Conference IVNC 2015: 13-17 July 2015, Guangzhou, China, 194-195. <https://dx.doi.org/10.1109/IVNC.2015.7225580>

A3. P. Szyszka, T. Grzebyk, **M. Krysztof**, A. Górecka Drzazga, J. Dziuban, Miniature mass spectrometer integrated on a chip, Technical Digest of 30th International Vacuum Nanoelectronics Conference IVNC 2017: 10-14 July 2017, Regensburg, Niemcy, 186-187. <https://doi.org/10.1109/IVNC.2017.8051602>

A4. **M. Krysztof**, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, K. Adamski, J. Dziuban, Electron optics column for a new MEMS-type transmission electron microscope, Bulletin of the Polish Academy of Sciences. Technical Sciences 66 (2018) 133-137. <http://journals.pan.pl/bpasts/119067>

Punktacja: MNiSW = 25, IF = 1,277

A5. **M. Krysztof**, T. Grzebyk, P. Szyszka, K. Laszczyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Technology and parameters of thin membrane-anode for MEMS transmission electron microscope, Journal of Vacuum Science and Technology B, 36 (2018) 02C107. <https://doi.org/10.1116/1.5006151>

Punktacja: MNiSW = 25, IF = 1,351

A6. T. Grzebyk, P. Szyszka, **M. Krysztof**, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, MEMS ion source for ion mobility spectrometry, Journal of Vacuum Science and Technology B, 37 (2019), nr 2, art. 022201, s. 1-6. <https://dx.doi.org/10.1116/1.5068750>

Punktacja: MNiSW = 70, IF = 1,511

A7. **M. Krysztof**, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, Preliminary research on imaging in MEMS electron microscope, Measurement Science & Technology, 31 (2020) nr 3, art. 035401, s. 1-7. <https://doi.org/10.1088/1361-6501/ab572a>

Punktacja: MNiSW = 70, IF = 2,046

A8. K. Laszczyk, **M. Krysztof**, Electron beam source for the miniaturized electron microscope on-chip, Vacuum, 189 (2021) art. 110236, s. 1-9. <https://dx.doi.org/10.1016/j.vacuum.2021.110236>

Punktacja: MNiSW = 70, IF = 4,11

A9. **M. Krysztof**, Field-emission electron gun for a MEMS electron microscope, Microsystems & Nanoengineering, vol. 7, nr 1 (2021) art. 43, s. 1-9. <https://dx.doi.org/10.1038/s41378-021-00268-9>

Punktacja: MNiSW = 140, IF = 8,006

A10. **M. Krysztof**, Design of an Einzel lens with square cross-section, Electronics, 10, nr 19 (2021) art. 2338, s. 1-15. <https://doi.org/10.3390/electronics10192338>

Punktacja: MNiSW = 100, IF = 2,69

A11. **M. Krysztof**, M. Białas, P. Szyszka, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, Fabrication and characterization of a miniaturized octupole deflection system for the MEMS electron microscope, Ultramicroscopy, vol. 225 (2021) art. 113288, s. 1-8. <https://dx.doi.org/10.1016/j.ultramic.2021.113288>

Punktacja: MNiSW = 140, IF = 2,994

A12. **M. Krysztof**, M. Białas, T. Grzebyk, A. Gorecka-Drzazga, Atmospheric pressure electron detection method for MEMS electron microscope, IEEE Electron Device Letters, vol. 43, nr 5 (2022) s. 813 - 815. <https://doi.org/10.1109/LED.2022.3162950>

Punktacja: MNiSW = 140, IF = 4,9

A13. **M. Krysztof**, P. Urbański, T. Grzebyk, M. Hausladen, R. Schreiner, MEMS X-ray source: electron emitter development, PowerMEMS 2022, Salt Lake City, Utah, USA, 12 - 15 December 2022, (2022) pp. 248–251. <https://dx.doi.org/10.1109/PowerMEMS56853.2022.10007563>

A14. P. Urbański, M. Białas, **M. Krysztof**, T. Grzebyk, Mems X-ray source: electron-radiation conversion, PowerMEMS 2022, Salt Lake City, Utah, USA, 12 - 15 December 2022, (2022) pp. 42–45. <https://doi.org/10.1109/PowerMEMS56853.2022.10007561>

A15. M. Białas, T. Grzebyk, **M. Krysztof**, A. Gorecka-Drzazga, Signal detection and imaging methods for MEMS electron microscope, Ultramicroscopy, 244 (2023) 113653. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2022.113653>

Punktacja: MNiSW = 140, IF = 2,1

A16. P. Urbański, M. Białas, **M. Krysztof**, T. Grzebyk, Transmission target for a MEMS X-ray source. Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 32, nr 4 (2023) s. 398-404. <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2023.3283536>

Punktacja: MNiSW = 100, IF = 2,5

A17. **M. Krysztof**, P. Miera, P. Urbański, T. Grzebyk, M. Hausladen, R. Schreiner, Integrated silicon electron source for high vacuum microelectromechanical system devices, Journal of Vacuum Science and Technology B, 42, (2024) 023001. <https://doi.org/10.1116/6.0003385>

Punktacja: MNiSW = 70, IF = 1,5

A18. **M. Krysztof**, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Zintegrowany, miniaturowy, transmisyjny mikroskop elektronowy, Patent Polska nr PAT.225546, Opubl. 9.11.2016. <https://api-ewyszukiwarka.pue.uprp.gov.pl/api/collection/c437dce71fd8b1a8b3d9566378b2e9dc>

A19. **M. Krysztof**, W. Kubicki, T. Grzebyk, Miniaturowe urządzenie do żelowej elektroforezy kapilarnej z miniaturową wyrzutnią elektronową, Patent. Polska, nr PL 245205, opubl. 03.06.2024. <https://api-ewyszukiwarka.pue.uprp.gov.pl/api/collection/51a56d87b56e135d5b0cfd0a63513a18>

A20. P. Urbański, T. Grzebyk, **M. Krysztof**, D. Nowak, Optimization of the transmission X-ray target towards obtaining monochromatic radiation, Advanced Optical Materials, art. 2401534 (2024) s. 1-7. <https://doi.org/10.1002/adom.202401534>

Punktacja: MNiSW = 140, IF = 8,0

Oświadczenia współautorów zamieszczone są w załączniku nr 5 („Oświadczenia określające indywidualny wkład habilitanta i pozostałych współautorów w powstanie prac stanowiących osiągnięcia naukowe”), natomiast kopie publikacji stanowią załącznik nr 6 („Kopie publikacji wchodzących w skład osiągnięć naukowych”).

4.3 Dane bibliometryczne

Na mój dorobek publikacyjny po uzyskaniu stopnia naukowego doktora, prezentowany w cyklu publikacji, składają się:

- Publikacje ujęte w bazie Scopus: **13**, w tym:
 - liczba publikacji w czasopismach posiadających „Impact Factor” (IF): **13**
 - sumaryczny IF tych publikacji wynosi **42,985**,
- **2** przyznane patenty,
- **5** referatów i wystąpień konferencyjnych,

- wymienione publikacje były cytowane **107** razy (**51** bez autocytowań),
- wskaźnik Hirscha: $h = 6$,

Podsumowanie całościowego dorobku naukowego znajduje się w załączniku nr 4 „Wykaz osiągnięć naukowych, stanowiących znaczny wkład w rozwój dyscypliny automatyka, elektronika, elektrotechnika i technologie kosmiczne”.

4.4 Wprowadzenie.

Na przestrzeni ostatnich dekad rozwój technologii MEMS spowodował powstanie przemysłu mikrosystemów, którego produkty znajdują rozliczne zastosowania w praktycznie wszystkich obszarach nowoczesnej techniki. Według wielu źródeł [U1–U4]¹ głębokość rynku MEMSów zaczyna być porównywalna z rynkiem półprzewodników. Ocenia się, że masowe zastosowania MEMSów w komunikacji, systemach nadzoru, przenośnych elektronicznych urządzeniach osobistych czy w opiece zdrowotnej, spowodowały tak duży przyrost liczby MEMSów przypadających na pojedynczego obywatela, że w literaturze przedmiotu uformowało się pojęcia, tzw. tornada MEMS i rewolucji technicznej 4-tej generacji.

Większość MEMSów to funkcjonalnie proste czujniki i przetworniki wielkości nieelektrycznych, często wyposażone w układy cyfrowe i komunikacyjne. Wytwarzane są one według technik mikroelektronicznych, do których dodano szereg technik formujących trójwymiarową strukturę MEMS; nie wchodząc w detale, można wyróżnić tu najważniejsze grupy procedur: mikromechaniczną obróbkę głęboką (deep micromachining) i płytką (surface micromachining) oraz mikromechaniczne łączenie materiałów, a w tym bonding anodowy krzemu i szkła.

Praktycznie od samego początku rozwoju MEMSów, w nielicznych ośrodkach naukowych rozwijano bardziej skomplikowane formy tych urządzeń, dążąc do opracowania zminiaturyzowanych instrumentów. Na wyróżnienie zasługują tu prace nad zintegrowanym chromatografem gazowym [U5–U7], próby opracowania uniwersalnych biomedycznych laboratoriów on-a-chip [U8–U10], a w tym zintegrowanych analizatorów DNA [U11, U12]. Równolegle, prowadzono intensywne prace naukowe nad grupą MEMSów wykorzystujących balistyczny przelot elektronów emitowanych polowo. Jednym z najważniejszych forów międzynarodowych w tej dziedzinie jest coroczny światowy kongres nanoelektroniki próżniowej (IVNC – International Vacuum Nanoelectronics Conference).

Ideę budowy zintegrowanego mikroskopu elektronowego MEMS wykorzystującego emitowaną polowo wiązkę elektronów przedstawiłem na ww. kongresie w roku 2014 [A1], jak również kolejne etapy prac tam były przeze mnie relacjonowane. Koncepcja ta nie spotkała się początkowo z akceptacją gremium światowego, co mogło wynikać z tego, że na Świecie już wcześniej prowadzone były badania w tym kierunku, badania które nie zakończyły się opracowaniem działającego instrumentu, mimo że powstały w ich wyniku różnorodne podzespoły częściowo zintegrowane [U13–U16].

¹ Sposób oznaczenia publikacji wykorzystanych do przygotowania niniejszego autoreferatu jest następujący:

- A – dorobek habilitanta, dotyczy cyklu publikacji powiązanych tematycznie, będących podstawą postępowania habilitacyjnego (lista zaprezentowana w punkcie 4.2),
- B – dorobek habilitanta, dotyczy publikacji powiązanych tematycznie z cyklem, nie będących podstawą postępowania habilitacyjnego (lista zaprezentowana w punkcie 4.9),
- U – dotyczy literatury uzupełniającej (lista zaprezentowana w punkcie 4.9).

Reasumując, postawienie tezy naukowej, że jest możliwe opracowanie zintegrowanego mikroskopu MEMS, w świetle stanu rzeczy było dość ryzykowne, a w trakcie wieloletniej realizacji tego projektu, wymagało przeprowadzenia badań naukowych nad poszczególnymi elementami mikroskopu (istniejące nie nadawały się do bezpośredniej implementacji), opracowaniem koncepcji technologiczno-konstrukcyjnej integracji mikroskopu MEMS, jak również rozwiązania zagadnienia generacji i utrzymania wysokiej próżni w tym mikroskopie.

4.5 Opis zagadnienia i sposobu jego rozwiązania.

W latach 80. ubiegłego wieku pracowano nad miniaturowymi źródłami elektronów [U17, U18] oraz miniaturowymi kolumnami elektronooptycznymi [U13, U14]. W literaturze przedmiotu prezentowano miniaturowe rozwiązania, które wytwarzano za pomocą technik mikroelektronicznych.

Z literatury przedmiotu znane są również miniaturowe urządzenia elektronooptyczne, do wykonania których zastosowano technologię MEMS. Jednym z nich jest kolumna zawierająca wiele krzemowych elektrod ze współosiowymi otworami w centralnej ich części, w tym soczewkę elektrostatyczną [U15]. Innym elementem był miniaturowy krzemowy deflektor składający się z 8 elektrod ułożonych wokół osi elektronooptycznej [U16, U19, U20], służący do odchylenia i skanowania wiązki elektronowej.

Wynikiem przedstawionych prac było wytworzenie miniaturowych urządzeń z wiązką elektronową, które mogły znaleźć zastosowanie w budowie miniaturowych źródeł promieniowania rentgenowskiego [U21–U23], bądź jako jonizatory dla spektrometrów mas [U24] lub spektrometrów ruchliwości jonów [U25–U27]. Takie urządzenia, zaopatrzone dodatkowo w układ skanowania wiązką elektronową, próbowano zastosować w elektronolitografii [U28–U31], bądź do szybkiej diagnostyki struktur mikroelektronicznych [U13, U14, U32–U36].

Prezentowane rozwiązania skupiały się na opracowaniu poszczególnych elementów z możliwie najlepszymi parametrami, tj. wyrzutni elektronowych z bardzo małą średnicą wiązki elektronowej (<50 nm) i stabilnym prądem [U13, U17, U37], deflektorów o dużej precyzji skanowania wiązki [U16, U20, U38], kolumn elektronooptycznych z możliwością skupienia wiązki elektronowej na obszarze <10 nm [U14, U32, U34, U35].

Stan techniki wskazywał na duże światowe zainteresowanie opracowaniem miniaturowych urządzeń wykorzystujących wiązkę elektronową, jednak mimo bardzo dobrych wyników prezentowanych rozwiązań, nie powstało wiele w pełni działających mikrokolumn elektronowych, umożliwiających obrazowanie za pomocą wiązki elektronowej. Taki stan rzeczy związany może być z tym, że nie istniała jednolita koncepcja łączenia wykonywanych elementów.

Według habilitanta, pełne zintegrowanie elementów urządzeń elektronowiązkowych w jednolite, działające urządzenie, może zapewnić technologia MEMS [A1, B1]. Pomimo doniesień literaturowych o wykorzystaniu techniki mikrosystemów do opracowania poszczególnych elementów mikroskopu elektronowego [U20], bądź nawet całych mikrokolumn [U15, U31, U32], nie istniała jednolita metodologia określająca sposoby wykorzystania technologii MEMS w celu miniaturyzacji urządzeń elektronowiązkowych. Dlatego należało opracować plan badań prowadzących do rozwoju techniki mikrosystemów w kierunku opracowania miniaturowych urządzeń elektronowiązkowych. Plan ten zakładał zbadanie możliwości wytworzenia i przetestowanie poszczególnych elementów skaningowego

mikroskopu elektronowego, a następnie wytworzenie takiego urządzenia w postaci jednolitej struktury MEMS. Prace badawcze podzielono na następujące etapy²:

- Badania nad źródłami elektronów, w ramach których należało opracować metodę wytwarzania źródła elektronów z wykorzystaniem techniki mikrosystemów. Konstrukcja źródła miała zapewnić możliwość jego integracji z innymi elementami projektowanego mikroskopu oraz szczelność próżniową. Działające źródło powinno charakteryzować się stabilnym prądem emisji oraz niewielkim przekrojem wiązki elektronowej.
- Badania nad układem ogniskowania wiązki elektronów, w ramach których należało opracować sposób ogniskowania wiązki elektronowej w mikroskali. Konstrukcja soczewki elektrostatycznej powinna zapewnić odpowiednią izolację poszczególnych elektrod oraz umożliwić jak najlepsze skupienie wiązki elektronowej w niewielkiej odległości od soczewki.
- Badania nad układem komory przedmiotowej w mikroskopie elektronowym MEMS, w ramach których należało opracować sposób kontaktu wiązki elektronowej wytworzonej w szczelnie zamkniętym mikrosystemie z badanym preparatem jednocześnie zapewniając szczelność próżniową całego urządzenia.
- Badania nad układami skanowania i obrazowania w mikroskopie elektronowym MEMS, w ramach których należało opracować krzemowy deflektor ośmioelektrodowy (oktopol) umożliwiający skanowanie wiązki elektronowej z jak najmniejszym krokiem oraz sposób detekcji sygnału elektronów, umożliwiającego obrazowanie preparatów w miniaturowym mikroskopie elektronowym.
- Badania nad integracją opracowanych elementów w jednolitą strukturę MEMS, w ramach których należało opracować metodę łączenia opracowanych wcześniej elementów w jednolite, szczelne próżniowo urządzenie elektronowięzkowe oraz metodę wytwarzania i stabilizacji wysokiej próżni wewnątrz takiego mikrosystemu.

Dopiero realizacja powyższych zagadnień, mogła otworzyć drogę do realizacji pierwszego w świecie miniaturowego skaningowego mikroskopu MEMS, co ukoronowało wieloletnie prace naukowe habilitanta.

4.6 Opis najważniejszych badań nad elementami skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS.

Badania nad źródłami elektronów.

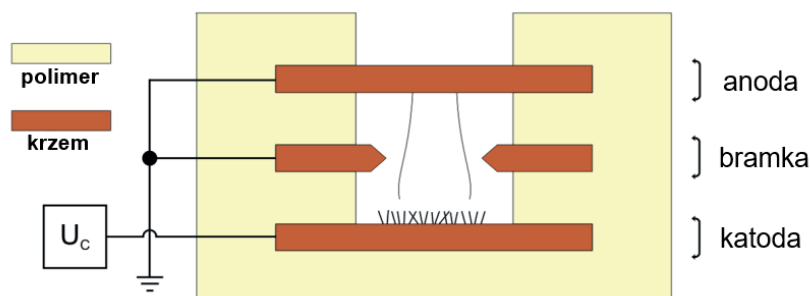
Źródła elektronów, w postaci emiterów polowych, stosowane w rozwiązaniach miniaturowych wytwarzane są na wiele sposobów [U39], np. jako: elektrochemicznie uformowane ostrza wolframowe [U40], stożki molibdenowe [U41], krzemowe struktury ostrzowe [U42, U43]. Od roku 2000, coraz częściej w procesie wytwarzania emiterów polowych wykorzystywano nanorurki węglowe [U18, U44], jako wolnostojące, pojedyncze emitery [U37, U45] lub jako planarne źródła w postaci warstw nanoszonych elektroforetycznie [U46], bądź uformowane z warstw nanorurek wytworzonych w procesie CVD [U47]. Badania nad emiterami polowymi prowadzone są przez wiele ośrodków naukowych na Świecie, a liczba publikacji dotyczących tematu wzrasta systematycznie.

² Źródło finansowania: NCN no. 2016/21/B/ST7/02216, kierownik projektu: prof. dr hab. inż. Anna Górecka-Drzazga oraz fundusze statutowe Wydziału Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki.

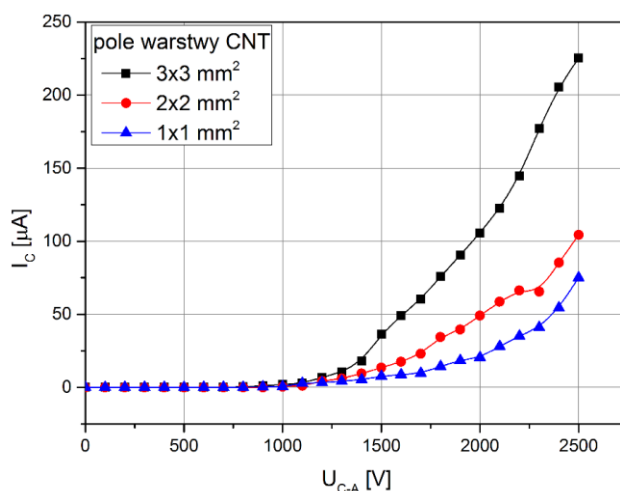
W pracach własnych, do budowy źródła elektronów postanowiono wykorzystać krzem i nanorurki węglowe. W trakcie badań opracowano i przetestowano zarówno emityry planarne, jak i punktowe.

Planarne źródła elektronów.

W pierwszej kolejności zbadano możliwość wykorzystania zmodyfikowanego procesu elektroforetycznego nanoszenia nanorurek na podłoże krzemowe [U48]. Tą metodą wykonano emityry planarne o trzech polach powierzchni (1×1 , 2×2 , 3×3 mm²) i zmierzono, w układzie geometrycznym jak na rys. 1, charakterystyki emisji (rys. 2). Wyniki były zgodne z literaturą przedmiotu [U49, U50], tj. wraz ze wzrostem pola powierzchni emisyjnej uzyskano coraz wyższe prądy wiązki elektronowej [A2, A4], jednak wiązka w przekroju była niejednorodna.



Rys. 1. Schemat układu pomiarowego emisji polowej z katod planarnych [A4].



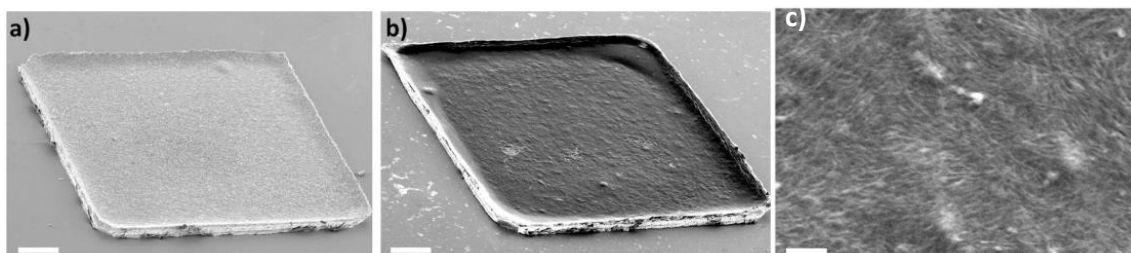
Rys. 2. Charakterystyki prądowo-napięciowe katod polowych CNT o różnej powierzchni warstwy emisyjnej [A4].

Dlatego w następnych pracach zastosowałem moją nowatorską technikę wykonania emiterów o zwiększonej jednorodności. Technika ta (rys. 3) polegała na określeniu na podłożu krzemowym pola emisji za pomocą warstwy adhezyjnej, w postaci pasty srebrnej (Silver Paste Plus, SPI Supplies, USA), nakładanej na powierzchnię krzemu przez otwór w folii adhezyjnej (Black tape, Avery Dennison, USA). Naniesiona warstwa, po wysuszeniu i wygrzaniu, miała grubość 100 μm (rys. 4a). Na tak przygotowaną warstwę srebra nanoszono roztwór nanorurek węglowych TUBALL INK³ (OCSiAl, Luksemburg) (rys. 4b,c) i formowano w temp. 120 °C [A8, B5, B7].

³ TUBALL INK – wagowy udział składników w roztworze: 0,2% jednościenne nanorurki węglowe (SWCNT – Single Wall CNT), 2% surfaktant, 97,8% woda dejonizowana



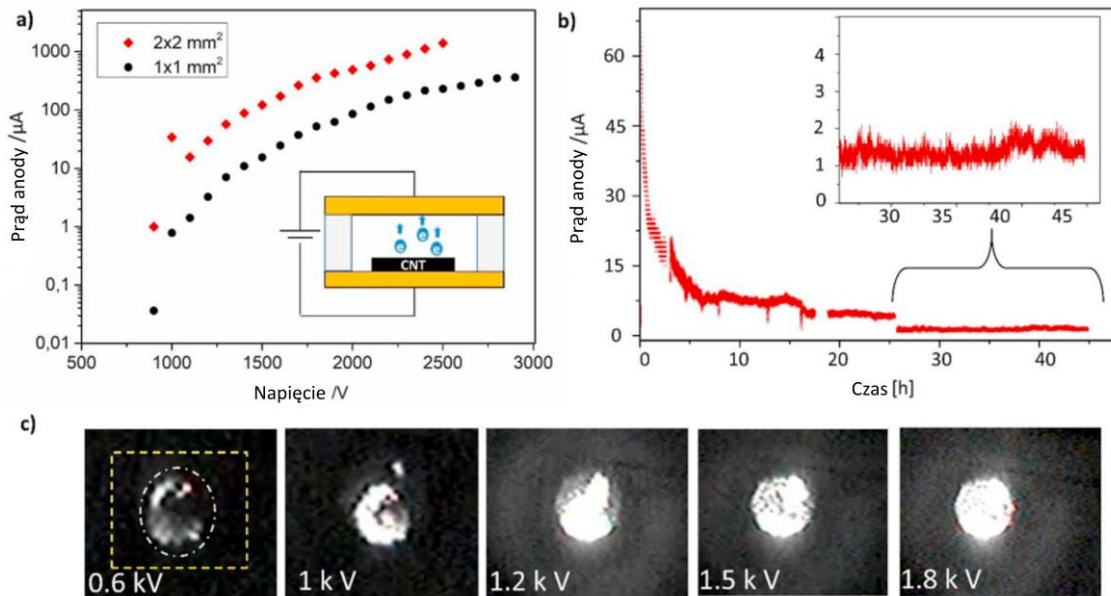
Rys. 3. Schemat procesu technologicznego wykonywania katod polowych CNT z adhezyjną warstwą srebra [A8].



Rys. 4. Katoda polowa CNT z warstwą adhezyjną: a) warstwa adhezyjna wykonana z pasty srebrnej, b) ta sama warstwa z warstwą nanorurek węglowych, c) powiększenie obrazu warstwy emisyjnej [A8].

Emitery wytworzone nowo opracowaną metodą charakteryzowały się bardzo dobrymi parametrami. Prąd emisji dla emitera o powierzchni $2 \times 2 \text{ mm}^2$, osiągnął 1 mA, natomiast dla emitera o powierzchni $1 \times 1 \text{ mm}^2$ – 120 μA (rys. 5a). Parametry te były lepsze w stosunku do prezentowanych w literaturze katod wykonanych metodą elektroforetyczną [U49, U50]. Dodatkowo emisja z tak wykonanych katod charakteryzowała się dużą jednorodnością dla $U > 1500 \text{ V}$ (rys. 5c), w porównaniu do rozwiązań literaturowych [U49, U51]. Badania emisji w funkcji czasu pokazały charakterystyczny dla emitatorów zbudowanych z nanorurek węglowych [U52, U53] mocny spadek prądu (rys. 5b), od początkowej wartości 65 μA , do ok. $1 \div 2 \mu\text{A}$ po kilku godzinach pracy [A8]. Zjawisko to polega na stopniowej eliminacji najbardziej aktywnych centrów emisyjnych przez bombardowanie ich jonami powstałymi w procesie elektrono-jonizacji gazów resztkowych znajdujących się w komorze pomiarowej [U18]. Po pewnym czasie otrzymuje się planarny emiter elektronów z fluktuacjami prądu poniżej 5% oraz równomierną emisją elektronów z całej powierzchni emisyjnej.

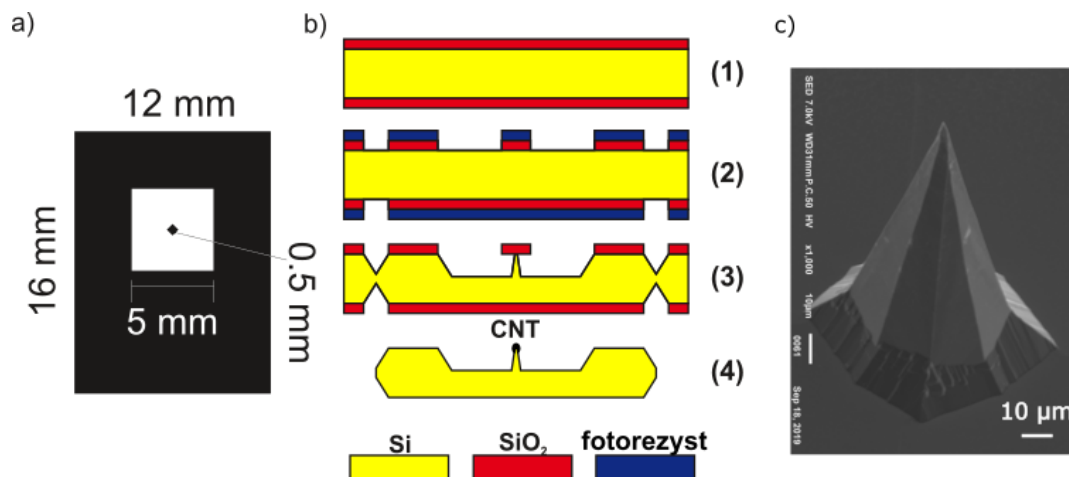
Opracowana metoda wytwarzania planarnych emitatorów polowych jest prosta i daje bardzo dobre wyniki, w tym powtarzalność prądu emisji, jednorodność emisji z powierzchni katody. Dzięki temu możliwe jest zastosowanie tych planarnych emitatorów polowych w różnych mikrosystemach wykorzystujących wiązkę elektronową, np. w nowych źródłach światła podobnych do przedstawionych w pracach [U51, U54, U55].



Rys. 5. Wybrane cechy emiterów planarnych CNT z warstwą adhezyjną: a) charakterystyka prądowo- napięciowa dla katod o powierzchni 1 i 4 mm², b) prąd emisji w czasie (emiter 1 mm², U = 2000 V), c) obrazy wiązki elektronowej na ekranie z luminoforem – widoczna duża jednorodność emisji dla polaryzacji pow. 1,2 kV [A8].

Punktowe źródła elektronów.

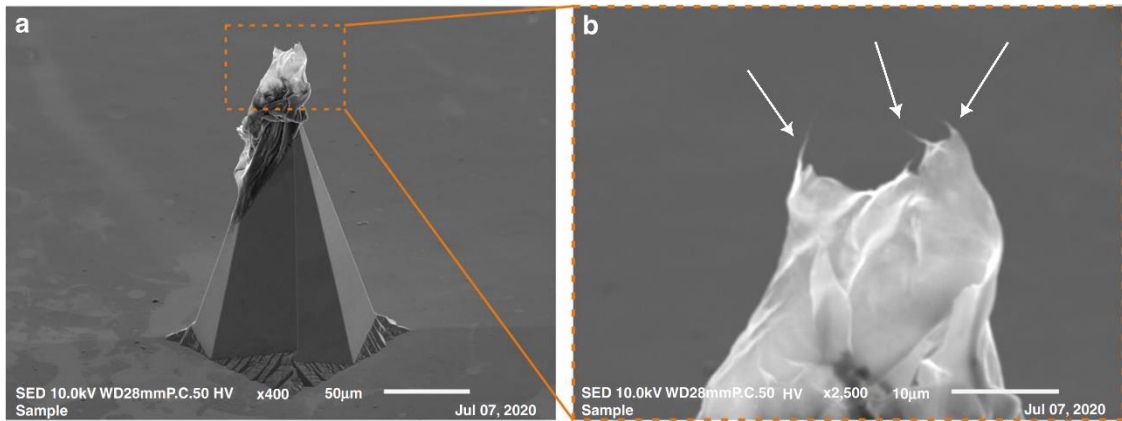
W badaniach nad punktowymi emiterami polowymi, do wytworzenia ostrzy krzemowych wykorzystano technikę mokrego anizotropowego trawienia krzemu [U39, U56], w 10 M wodnym roztworze KOH, w 80 °C. W celu zwiększenia stosunku wysokości do szerokości ostrza, maskę do trawienia ostrza wykonano jako kwadrat obrócony o 45 stopni względem ścienia bazującego <110> dla podłoża krzemowego (100) (rys. 6a,b) [U57]. Wykonane emitery miały wysokość ok. 200 μm i średnicę ostrza ok. 1 μm (rys. 6c) [A9].



Rys. 6. Krzemowe katody ostrzowe: a) maska do fotolitografii, b) schemat procesu technologicznego: (1) – utlenianie podłoża, (2) – fotolitografia, (3) – mokre anizotropowe trawienie krzemu, (4) – podział katod, usunięcie tlenku oraz nałożenie warstwy CNT, c) obraz katody ostrzowej o średnicy czubka ostrza <1 μm, przed naniesieniem nanorurek węglowych [A9].

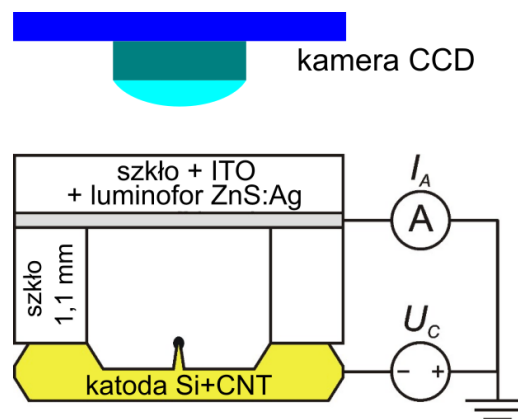
W opracowywanych emiterach, jako materiał emitujący elektrony, wykorzystałem nanorurki węglowe nakładane na ostrze krzemowe [A9]. Do nakładania nanorurek węglowych na ostrze

opracowałem nową metodę polegającą na nakładaniu nanorurek węglowych na czubek gorącego ostrza (ok. 200 °C) za pomocą nitki nylonowej [A9]. Woda, znajdująca się w kropli tuszu na końcu nitki, przy kontakcie z rozgrzanym ostrzem gwałtownie parowała, pozostawiając na szczycie ostrza niewielkie skupisko nanorurek (rys. 7a), w którym można było wyróżnić pojedyncze nitki nanorurek wystające ponad powierzchnię ostrza (rys. 7b).



Rys. 7. Katoda ostrzowa z naniesioną warstwą CNT: a) obraz SEM, b) powiększenie obrazu czubka ostrza, widać pojedyncze włókna nanorurek węglowych (przykładowe wskazane strzałkami) [A9].

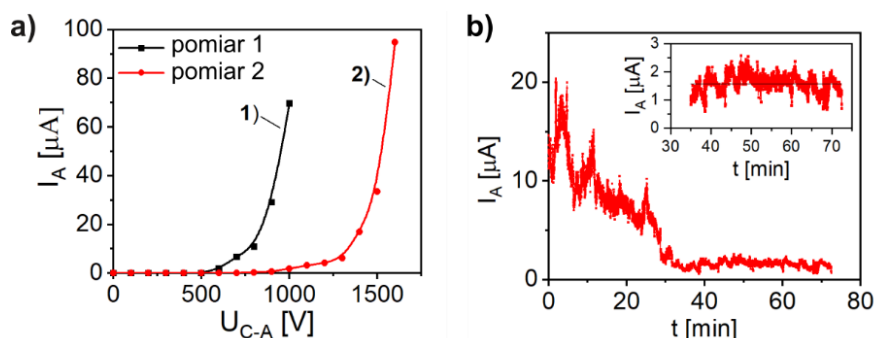
Takie ułożenie nanorurek umożliwiło emisję wiązki elektronowej, w układzie z rys. 8, przy napięciu 500 V [A9]. Charakterystyki emisji przedstawiono na rys. 9. Podobne emitery wykorzystujące nanorurki węglowe prezentują zbliżone parametry [U37, U58, U59], jednak prezentowane w literaturze rozwiązania cechują się niewielkimi odległościami między katodą a anodą [U37, U45]. W wypadku, w którym opracowywane emitery mają być integralną częścią urządzeń elektronowiązkowych MEMS, należało opracować emitery, które zapewnią emisję wiązki elektronów przy zastosowaniu dystanownika szklanego o grubości 1,1 mm, umożliwiającego zapewnienie dobrej izolacji elektrycznej. Otrzymane wyniki, tj. wysoki prąd wiązki elektronowej i niskie napięcie sterujące <1500 V spełniają te warunki.



Rys. 8. Schemat układu pomiarowego w układzie dwuelektrodowym [A9].

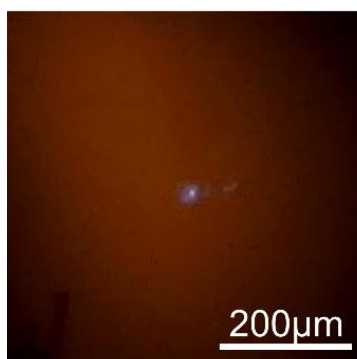
W omawianych tu emiterach punktowych, podobnie jak w emiterach planarnych [A8], obserwowany jest efekt degradacji nanorurek węglowych w funkcji czasu pracy (rys. 9b) [A9]. Jednak ze względu na

mniejsze pole warstwy nanorurek proces starzenia jest szybszy i po ok. 30 min ciągłej pracy wartość mierzonego prądu stabilizuje się. Jest to wynik porównywalny z prezentowanymi w literaturze [U60].



Rys. 9. Wyniki pomiarów katod ostrzowych CNT w układzie dwuelektrodowym: a) charakterystyka prądowo-napięciowa: (1) – pomiar pierwszy, (2) – pomiar po godzinie ciągłej pracy; b) charakterystyka czasowa emisji: napięcie pracy $U_{C-A} = 900 \text{ V}$ [A9].

Co więcej, obraz przekroju wiązki elektronowej (rys. 10) generowany na ekranie z luminoforem dla umiarkowanych prądów miał wielkość zbliżoną do wielkości pola emisyjnego ($\sim 10 \mu\text{m}$), co jest zgodne z literaturą przedmiotu [U37, U45, U58] i pozwala wnioskować, że opracowane emitery punktowe mogą być wykorzystane w przyszłości jako element składowy MEMS’owych urządzeń elektronowiązkowych.

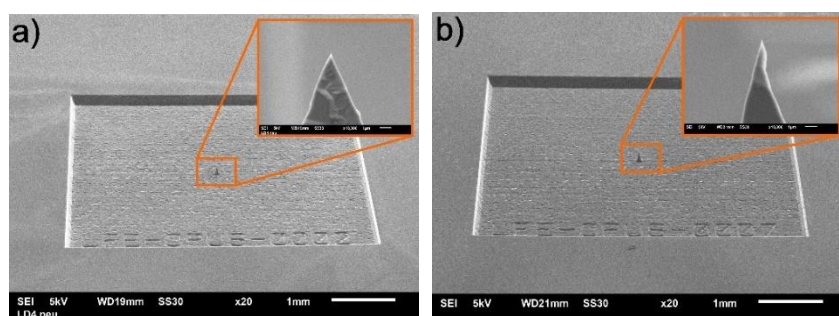


Rys. 10. Obraz wiązki elektronowej na ekranie przy napięciu 1100 V [A9].

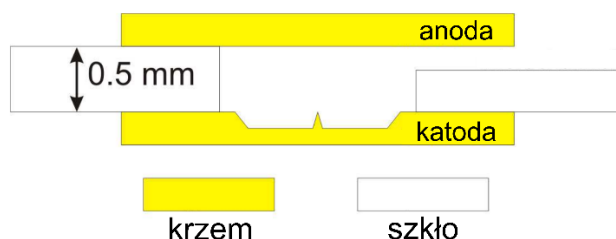
Przedstawione powyżej emitery punktowe z nanorurkami węglowymi, posiadają bardzo dobre parametry, tj. wysoki prąd emisji, niskie napięcie startu, równomierny rozkład emisji, oraz niewielki rozmiar wiązki. Jednak ze względu na degradację nanorurek w trakcie pracy, ich czas życia jest ograniczony. Wyznaczono, że dla katod punktowych, przy założeniu ciągłej emisji prądu o wartości $1 \mu\text{A}$, emiter może działać ok. 21 h [A9]. Co wydaje się wystarczające w wielu zastosowaniach przyszłego mikroskopu MEMS. Niemniej jednak, podjęto dalsze prace nad emiterni polowymi

W dalszych pracach badawczych nad rozwojem emiterni MEMS, skupiłem się na możliwości wytworzenia emiterni krzemowych, bez dodatkowej warstwy emisyjnej z nanorurek węglowych. Zastosowana dotychczas technologia mokrego anizotropowego trawienia krzemu, wymaga bardzo dokładnego kontrolowania procesu w celu niedopuszczenia do nadmiernego wytrawienia otrzymanego emiterni. Zatem otrzymanie ostrza krzemowego o niewielkim promieniu krzywizny jest bardzo trudne.

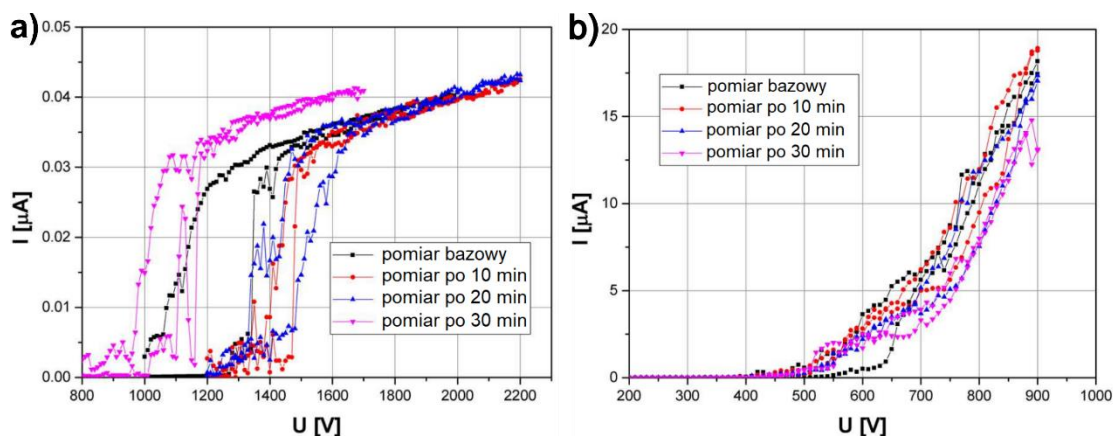
W badaniach nad nowymi emiterami postanowiłem wykorzystać metodę mikroobróbki laserowej [U61]. Emitery według mojego projektu zostały wykonane w OTH Regensburg w Niemczech, na podłożach krzemowych typu p i typu n (rys. 11). W trakcie badań okazało się, że emisja elektronów z wytworzonych emiterów była możliwa dopiero po zmniejszeniu odległości między emiterem a anodą do 0,5 mm (rys. 12) [A13, A17]. Zmierzony prąd emisji dla emiterów z krzemu typu p (rys. 13a) był dużo mniejszy niż dla emiterów z krzemu typu n (rys. 13b). Było to spowodowane innym charakterem przewodnictwa w obu typach półprzewodników. Podobne rezultaty znane są z literatury [U62] i pokazują, że emitery wytworzone z krzemu typu p charakteryzują się dużo większą stabilnością emitowanej wiązki, co może być ważne w zastosowaniu takiego emitera w konstrukcji urządzeń elektronowiązkowych MEMS.



Rys. 11. Obrazy SEM ostrzowych emiterów krzemowych wykonanych techniką ablacji laserowej: a) w krzemie typu p, b) w krzemie typu n [A17].

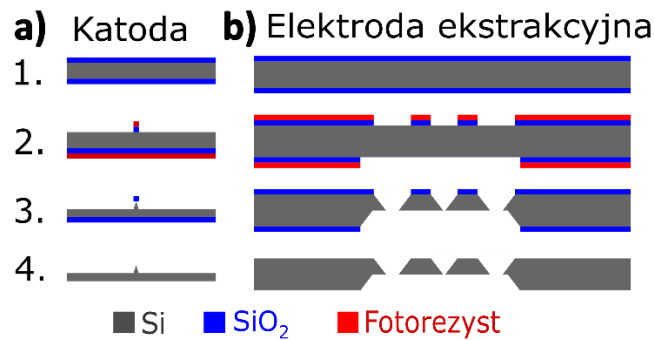


Rys. 12. Schemat struktury pomiarowej z emiterami krzemowymi [A13].

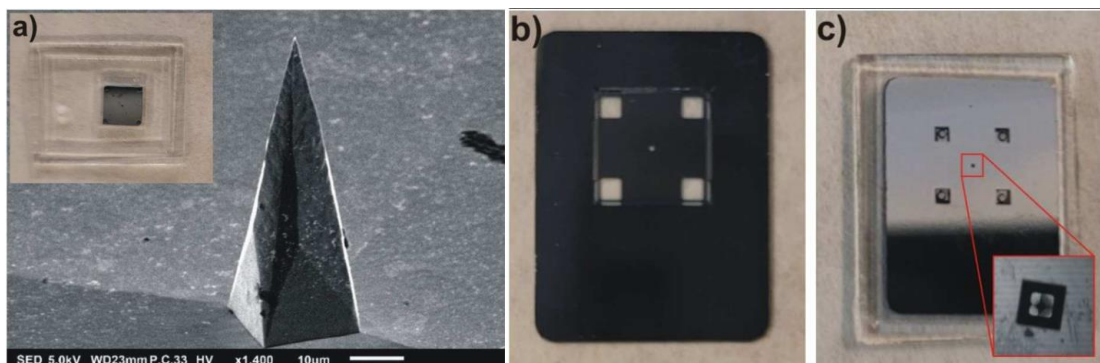


Rys. 13. Charakterystyki prądowo-napięciowe „ablacyjnych” emiterów krzemowych w wybranych punktach czasu podczas 30 minutowej pracy ciągłej: a) wyniki dla emitera typu p, b) wyniki dla emitera typu n [A13].

W kolejnych pracach badawczych nad rozwojem emiterów polowych w strukturach MEMS, postanowiłem całkowicie przebudować źródło elektronowe, tak, aby maksymalnie zbliżyć elektrodę ekstrakcyjną do ostrza krzemowego. W tym rozwiązaniu katodę w postaci ostrza krzemowego wykonano z krzemu o grubości 200 μm (rys. 14a), natomiast elektrodę ekstrakcyjną z krzemu o grubości 400 μm (rys. 14b). W tej ostatniej wykonano wnękę o głębokości 200 μm , w której mieści się wcześniej wykonany emiter [B9]. Obie elektrody zintegrowane są na wspólnym podłożu szklanym (rys. 15) za pomocą bondingu anodowego, co w przyszłości zapewnić może szczelność próżniową emitera.

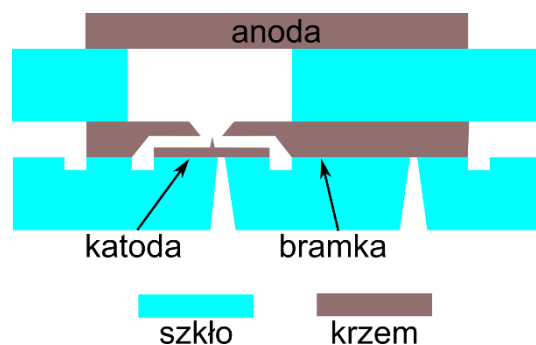


Rys. 14. Ilustracja procesu technologicznego zintegrowanego źródła elektronów: a) etapy wytwarzania katody; b) etapy wytwarzania elektrody ekstrakcyjnej: 1) utlenianie, 2) fotolitografia, trawienie SiO₂, 3) mokre trawienie Si w KOH, 4) usuwanie SiO₂ [B9].

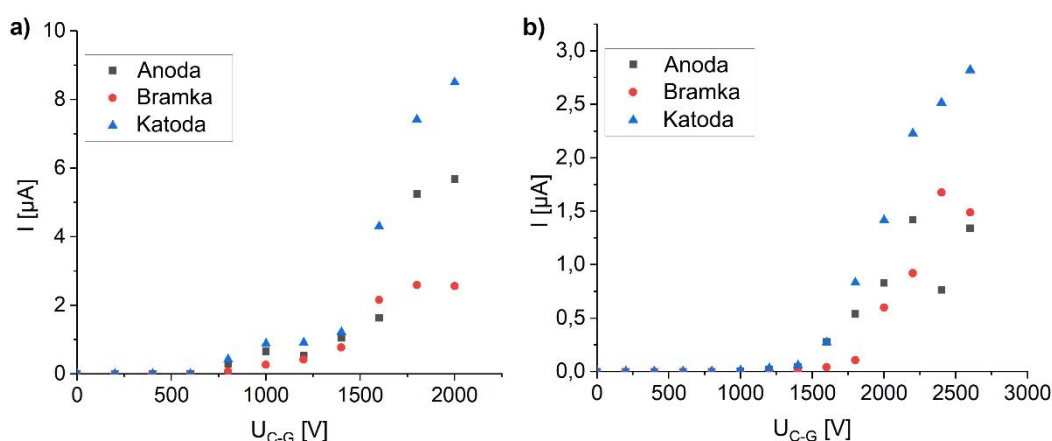


Rys. 15. Zintegrowane źródło elektronów: a) katoda połączona z podłożem szklanym i obraz SEM ostrza krzemowego; b) elektroda ekstrakcyjna z widoczną wnęką oraz otworem ekstrakcyjnym i otworami dodatkowymi; c) gotowe, zintegrowane na podłożu szklanym źródło elektronów, na powiększeniu widoczne ostrze zgrane z otworem ekstrakcyjnym o szerokości 200 μm [B9, A17].

Pomiary wykonano w trybie trójelektrodowym, dodając do zintegrowanego źródła elektronów anodę krzemową (rys. 16). Zmierzono charakterystyki prądowo-napięciowe dwóch emiterów różniących się wymiarem otworu w elektrodzie ekstrakcyjnej (100 i 200 μm). W obu przypadkach prąd emisji wzrósł ponad 1 μA i osiągnął odpowiednio 8,5 μA i 2,82 μA (rys. 17). Są to spodziewane wyniki, biorąc pod uwagę niższe natężenie pola elektrycznego generowane na ostrzu krzemowym w wypadku źródła z szerszym otworem ekstrakcyjnym [A17].



Rys. 16. Schemat struktury pomiarowej emitera zintegrowanego [B9].



Rys. 17. Charakterystyki prądowo-napięciowe zintegrowanych źródeł elektronów: a) otwór w elektrodzie ekstrakcyjnej 100 μm; b) otwór w elektrodzie ekstrakcyjnej 200 μm [A17].

Źródła elektronów – podsumowanie.

Prace badawcze, nad rozwojem emiterek polowych MEMS, zaowocowały opracowaniem kilku nowatorskich konstrukcji. **Planarny emiter** zbudowany na płaskiej elektrodzie krzemowej z wykorzystaniem warstwy adhezyjnej i nanorurek węglowych [A8] charakteryzuje się dużo większymi prądami emisji niż zbliżone rozwiązania prezentowane w literaturze [U49, U50], długim czasem życia oraz dużą jednorodnością emisji elektronów. **Emiter punktowy zbudowany z ostrza krzemowego z warstwą nanorurek węglowych** [A9], umożliwia emisję elektronów przy napięciu 500 V, mimo odległości katoda-anoda 1,1 mm.⁴ Wartość ta jest zgodna z doniesieniami literaturowymi [U37, U45, U58] uwzględniając różnice w wymiarach emiterek. **Emiter punktowy wykonany techniką ablacji laserowej** o średnicy ostrza <100 nm, wykonany z krzemu typu p, daje bardzo stabilny prąd emisji [A13]. **Zintegrowane źródło elektronów** wykorzystujące ostrze krzemowe umieszczone we wnęce krzemowej elektrody ekstrakcyjnej [B9, A17] połączone na wspólnym podłożu szklanym, umożliwia zminimalizowanie odległości między emiterek a bramką, jednocześnie zapewniając szczelność konstrukcji w przyszłej realizacji urządzeń elektronowiązkowych MEMS.

W przeciwieństwie do dotychczasowych rozwiązań literaturowych, w których często brakuje odniesienia do możliwego ich zastosowania, zaprezentowane emitery są wykonane w pełni w technologii MEMS, z uwzględnieniem ich przyszłego zastosowania w autonomicznych urządzeniach

⁴ Grubość dystansownika szklanego, która została wybrana do zapewnienia odpowiedniej izolacji elektrycznej w projektowanych urządzeniach elektronowiązkowych.

elektronowiazkowych. Projektując je, należało zaplanować sposób późniejszej ich integracji z kolejnymi elementami urządzeń elektronowiazkowych w taki sposób, aby całość była szczelna próżniowo, możliwe było zasilenie poszczególnych elektrod oraz całość zabezpieczona była przed wyładowaniem elektrycznym.

Badania nad układem ogniskowania wiązki elektronowej.

W znanych z literatury rozwiązaniach [U15, U63] do skupiania wiązki elektronowej stosuje się unipotencjałową soczewkę elektrostatyczną. Soczewka ta składa się z 3 elektrod ze współosiowymi otworami. Zwykle, środkowa z nich jest spolaryzowana napięciem, które umożliwia skupienie wiązki elektronowej, podczas gdy napięcie na dwóch pozostałych wynosi 0 V. Wartość napięcia skupiania zależy od energii wiązki elektronowej i konstrukcji soczewki.

W literaturze prezentowanych jest wiele konstrukcji miniaturowych soczewek elektrostatycznych [U14, U15, U19, U64] różniących się między sobą wymiarami, technologią, zastosowaniem. Dyskutowanymi w literaturze problemami są: minimalizacja aberracji w soczewce, przebicie elektryczne w strukturze soczewki, czy kompatybilność technologiczna soczewki z emiterym. Zmniejszenie aberracji możliwe jest przez minimalizację średnicy otworów w elektrodach oraz odległości między elektrodami. Wpływa to jednak na wytrzymałość na przebicie elektryczne między poszczególnymi elektrodami. Autorzy zmniejszając odległości między elektrodami, stosowali wiązki elektronów o energii nie większej niż 1 keV, aby nie dopuścić do przebicia elektrycznego elementów izolacyjnych. Problem kompatybilności technologicznej emitery i soczewki polega na tym, że niezbędne jest ułożenie emitery w osi soczewki, zatem gdy emiter i soczewka wykonywane są w osobnych procesach, bardzo trudno je zgrać ze sobą.

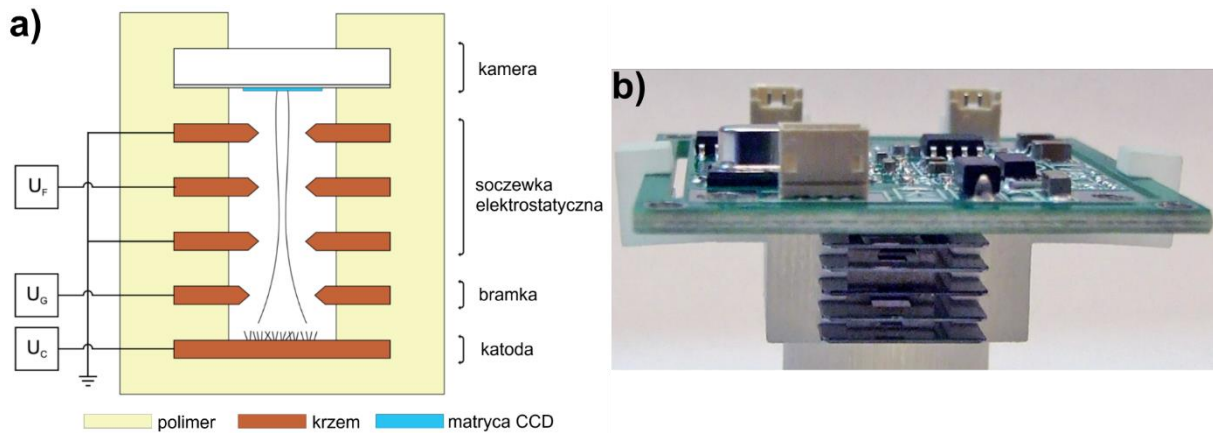
Istnieje możliwość, że soczewka elektrostatyczna wykonana w technice MEMS, umożliwi dużo łatwiejsze zgranie emitery i soczewki, ponadto zastosowane materiały (krzem i szkło) zapewnią wystarczającą izolację elektryczną, aby możliwe było wytwarzanie mikrosystemów elektronowiazkowych wykorzystujących wiązki elektronowe o energiach większych niż 1 keV.

W pracach badawczych dotyczących skupiania wiązki elektronowej w strukturach MEMS sprawdziłem działanie soczewki elektrostatycznej wykonanej techniką mokrego anizotropowego trawienia krzemu. Otwory w elektrodach krzemowych wykonane tą techniką mają przekrój kwadratowy, natomiast w soczewki elektrostatyczne opisywane wykorzystują elektrody z otworami o przekroju kołowym [U14, U15, U19, U64]. Były to zatem pierwsze w swoim rodzaju badania, w których należało dokonać opisu działania i wyznaczyć parametry użytkowe tak skonstruowanych soczewek elektrostatycznych.

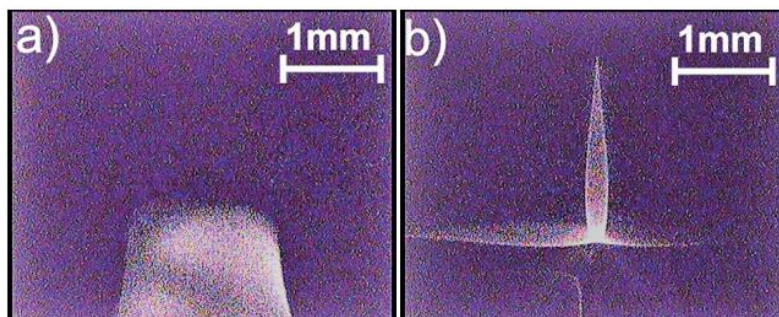
W ramach badań wykonano eksperymenty oraz symulacje komputerowe soczewek elektrostatycznych z różnymi wielkościami otworów w elektrodach (wymiar boku od 1 do 3 mm, co 0,5 mm). Dla wszystkich konfiguracji wyznaczono napięcia, przy których następuje najlepsze skupienie wiązki elektronowej na ekranie oraz wielkość plamki wiązki elektronowej. Zbadano wpływ wielkości otworu w soczewce elektrostatycznej na wyznaczone parametry.

W eksperymencie [A4] oprócz soczewki elektrostatycznej, składającej się z 3 elektrod, zastosowano opracowany planarny emiter polowy o powierzchni $1 \times 1 \text{ mm}^2$, wyposażony w elektrodę ekstrakcyjną z otworem o wymiarach $3 \times 3 \text{ mm}^2$. Do rejestracji plamki wiązki elektronowej wykorzystano kamerę CCD LC-1/4 Sony 480TVL Ex-view (rys. 18). Katodę spolaryzowano napięciem $U_C = -2500 \text{ V}$, natomiast elektrodę ekstrakcyjną napięciem $U_G = -500 \text{ V}$, a napięcie na elektrodzie ogniskującej

U_F zmieniano. Przykładowo, dla otworu w elektrodzie ogniskującej 3 mm, wyznaczono napięcie ogniskowania $U_F = -2500$ V (rys. 19), natomiast biorąc pod uwagę wymiary zastosowanej matrycy CCD (3,68 mm × 2,77 mm) oszacowano, że obszar największego skupienia wiązki (najjaśniejszy obszar na rysunku 19b) wynosi 0,163×0,163 mm², co przekłada się na zmniejszenie liniowego wymiaru obszaru emisji (1×1 mm²) o 83%.



Rys. 18. Kolumna elektronooptyczna z soczewką elektrostatyczną: a) schemat układu; b) wygląd rzeczywisty [A4].

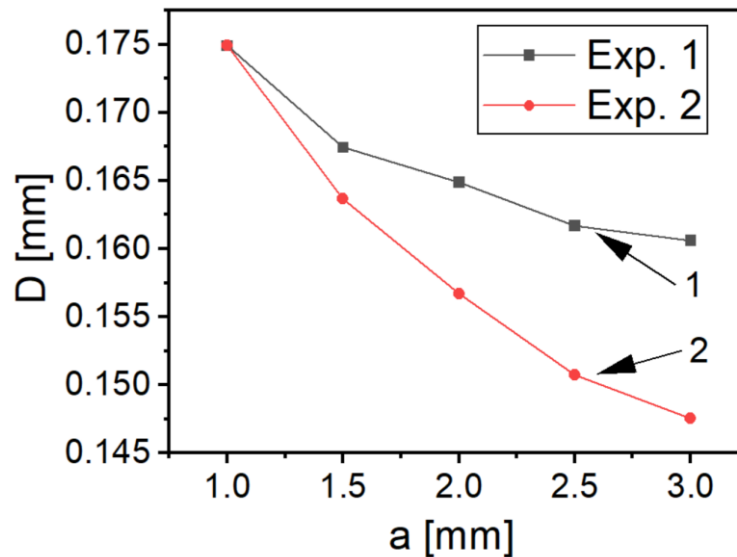


Rys. 19. Obrazy plamki wiązki elektronowej otrzymane za pomocą matrycy CCD: a) wiązka niezogniskowana ($U_F = 0$ V); b) wiązka zogniskowana ($U_F = -2500$ V) [A4].

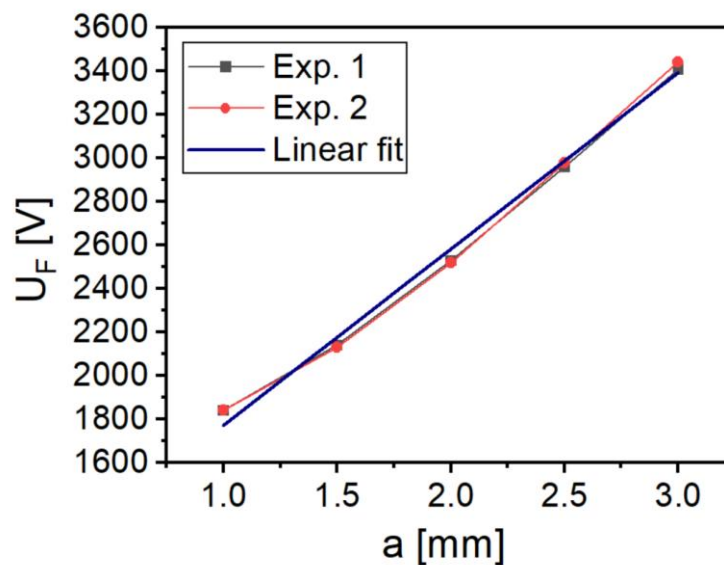
Działanie soczewki elektrostatycznej z kwadratowymi otworami zamodelowano w programie SIMION 3D v.7.0 [A10]. W pierwszej kolejności w programie zbadano modele soczewki i elektrody ekstrakcyjnej, jak w przeprowadzonym eksperymencie, tj. wielkość otworów w soczewce i elektrodzie ekstrakcyjnej były takie same, a emitorem była powierzchnia 1×1 mm², z której założono, że startowało 50000 elektronów z losowymi kierunkami emisji oraz z losowymi energiami początkowymi z zakresu od 1 do 5 eV. Wyznaczony wymiar plamki wiązki elektronowej na membranie malał wraz ze wzrostem wielkości otworu w soczewce elektrostatycznej (rys. 20 (Exp. 1)). Dla soczewki z otworem o boku 3 mm, wymiar plamki wyniósł 161 μm [A10]. Wyniki symulacji zgadzają się z danymi eksperymentalnymi, w których uzyskano wymiar wiązki 163 μm [A4].

Lepsze wyniki skupiania wiązki uzyskano przez ograniczenie wstępnego rozmiaru emisji przy zastosowaniu w eksperymencie stałego otworu w elektrodzie ekstrakcyjnej 1 mm (rys. 20 (Exp. 2)). Tutaj dla soczewki z otworem o boku 3 mm osiągnięto wymiar plamki wiązki elektronowej 147 μm.

Zmniejszenie wymiaru plamki wiązki elektronowej ze wzrostem wielkości otworu związane jest z potrzebą zastosowania coraz wyższych napięć na elektrodzie ogniskującej (rys. 21), co w mikrosystemach elektronowiązkowych MEMS może stanowić duże wyzwanie. Napięcia ogniskujące zostały wyznaczone dla energii wiązki elektronowej 2 keV ($U_C = -2$ kV), i wartość ta dla soczewki 3 mm wynosi $U_F = -3,4$ kV. W wypadku zastosowania w mikrosystemie elektronowiązkowym MEMS wiązki o energii 5 keV, do pełnego jej skupienia potrzebne byłoby napięcie $U_F = -8,5$ kV, co może prowadzić do przebicia elektrycznego między elektrodami w soczewce elektrostatycznej. Dlatego ostateczne rozwiązanie techniczne będzie zależało od parametrów projektowanego mikrosystemu.

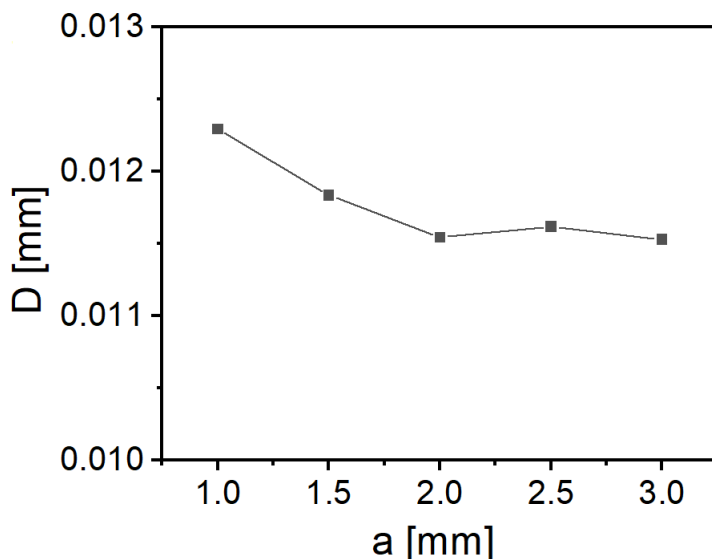


Rys. 20. Wielkość plamki wiązki elektronowej „D” w zależności od wielkości otworu w soczewce elektrostatycznej „a”, dla katody polowej CNT o wymiarach 1×1 mm² (Exp. 1 – wyniki dla otworu bramki zgodnej z wielkością otworu w soczewce; Exp. 2 – wyniki dla otworu w bramce 1×1 mm²) [A10].



Rys. 21. Napięcie na elektrodzie skupiającej „ U_F ” w zależności od wielkości otworu w soczewce elektrostatycznej „a”, dla katody polowej CNT o wymiarach 1×1 mm² (Exp. 1 – wyniki dla otworu bramki zgodnej z wielkością otworu w soczewce; Exp. 2 – wyniki dla otworu w bramce 1×1 mm²) [A10].

W symulacjach działania soczewki elektrostatycznej, zbadano również w jaki sposób soczewka będzie współpracowała z opracowanymi emiterami punktowymi [A9]. W tym wypadku powierzchnię emisji ograniczono do kwadratu o boku $40\ \mu\text{m}$, co związane było z ograniczeniami programu SIMION. Reszta modelu pozostała niezmienną. Dla tych parametrów uzyskałem wymiar plamki wiązki wynoszący ok. $11,5\ \mu\text{m}$ (rys. 22) dla soczewki o boku $2\ \text{mm}$, co przekłada się na zmniejszenie wymiaru plamki ok. 3,5 razy.

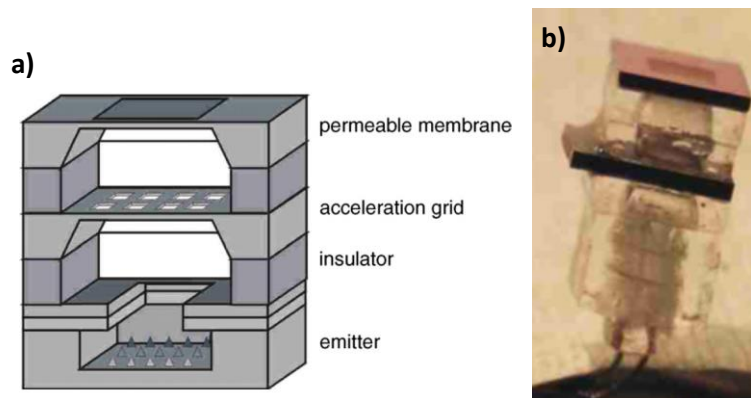


Rys. 22. Wielkość plamki wiązki elektronowej „D” w zależności od wielkości otworu w soczewce elektrostatycznej „a” dla ostrzowej katody połowej o wymiarach czubka $40\times 40\ \mu\text{m}^2$; otwór w elektrodzie ekstrakcyjnej $1\times 1\ \text{mm}^2$ [A10].

Podsumowując, przedstawione wyniki badań nad skupianiem wiązki elektronowej w strukturach MEMS, potwierdzają, że możliwe jest wykonanie soczewki elektrostatycznej i integracja jej z emiterem elektronów. Ponadto, zbadana struktura soczewki z otworami o przekroju kwadratowym jest unikatowa. Prezentowane w literaturze soczewki elektrostatyczne wykonywane są z otworami o przekroju kołowym [U4, U5, U7, U54], co w mikroskali jest bardzo trudne technologicznie, a wykorzystywane procesy (np. DRIE), kosztowne. Opracowane w badaniach struktury są prostsze technologicznie i prezentują bardzo dobre wyniki.

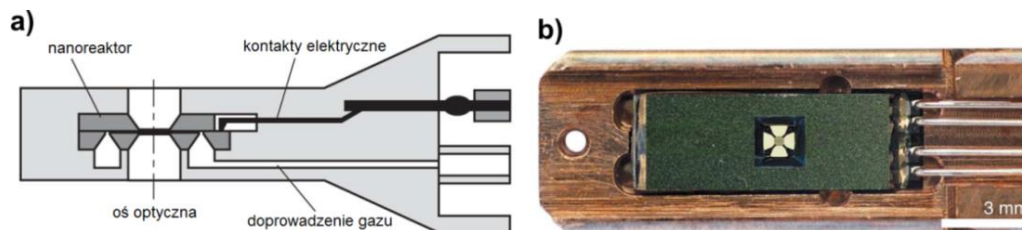
Badania nad układem komory przedmiotowej w mikroskopie elektronowym MEMS.

Prezentowane w literaturze miniaturowe urządzenia elektronowiązkowe, bądź ich elementy testowane są najczęściej w komorach próżniowych i nie przywiązuje się wagi do ich próżniowego uszczelnienia [U13, U14, U16, U32]. Można jednak spotkać przykłady (rys. 23) rozwiązań, które umożliwiają wykorzystanie wygenerowanej we wnętrzu wiązki elektronowej [U65–U67]. W tych rozwiązaniach do transmisji wiązki elektronowej do atmosfery służy cienka membrana zbudowana z lekkich materiałów, np. SiN, Si₃N₄, SiO₂, grafen, itp.



Rys. 23. Schemat mikroźródła elektronowego (a) oraz jego realizacja z emiterym termicznym (b) [U65].

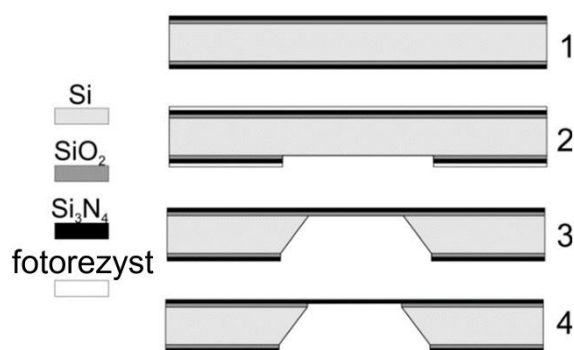
Cienkie membrany z azotku krzemu są wykorzystywane jako podłoża dla preparatów w klasycznej transmisyjnej mikroskopii elektronowej. W nowszych rozwiązaniach membrany stosuje się w miniaturowych urządzeniach (uchwytach MEMS) (rys. 24), które umożliwiają obrazowanie uwodnionych preparatów [U68–U72], oraz prowadzenie badań w podwyższonym ciśnieniu [U73].



Rys. 24. Uchwyt z ciekłą membraną do badania przebiegu reakcji katalitycznej w TEM: a) przekrój struktury, b) fotografia końcowej części uchwytu [U73].

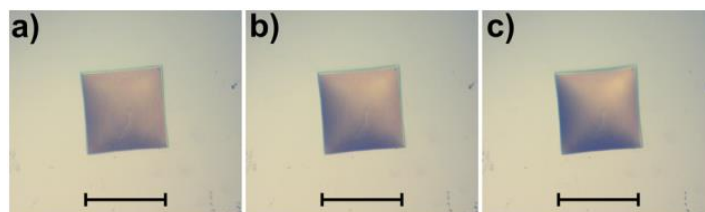
W badaniach nad wykorzystaniem membrany przepuszczającej elektrony w zastosowaniu do mikrosystemów próżniowych należało opracować bardzo ciekłą membranę z Si_3N_4 . Materiał ten charakteryzuje się dużą wytrzymałością mechaniczną, wysoką transmisyjnością dla elektronów oraz jest kompatybilny z technologią MEMS [U65–U73], co zapewni kompatybilność technologiczną z resztą elementów urządzenia MEMS. W ramach badań zaplanowano określenie wpływu membrany na wiązkę elektronów, m.in. wyznaczenie współczynnika tłumienia, czy kąta rozpraszania wiązki.

Do wytworzenia membrany wykorzystano 3-calowe podłoża krzemowe o grubości $\sim 400 \mu\text{m}$, na których naniesione zostały warstwy tlenku krzemu o grubości $1 \mu\text{m}$ oraz azotku krzemu o grubościach 50 i 100 nm [A5]. W procesie wykonywania membrany skorzystano z typowych procesów znanych z technologii MEMS (rys. 25), kolejno fotolitografię, reaktywne trawienie jonowe Si_3N_4 (RIE – Reactive Ion Etching), głębokie anizotropowe trawienie krzemu oraz trawienie dwutlenku krzemu za pomocą roztworu BHF (buforowanego, wodnego roztworu kwasu fluorowodorowego). W ostatnim procesie wykorzystano autorski proces usuwania tlenku krzemu za pomocą roztworu BHF (stosunek objętościowy 50% HF i wody DI wynosił 1:3), który wkrapiano do wytrawionej wnęki. Takie rozwiązanie przyspieszało proces usuwania tlenku, a wykorzystanie niewielkiej ilości roztworu umożliwiło szybkie jego usunięcie, minimalizując możliwość mechanicznego uszkodzenia membrany w czasie jej płukania w wodzie DI.



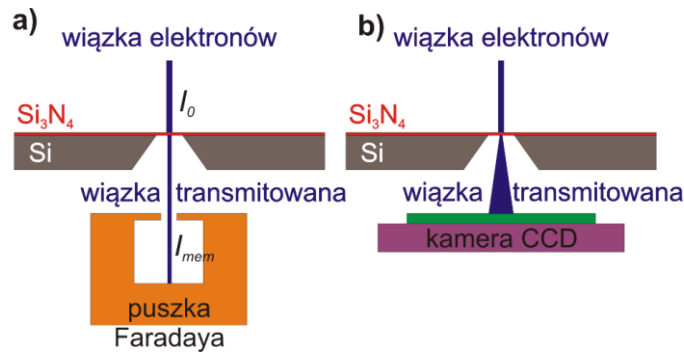
Rys. 25. Schemat procesu technologicznego membran z azotku krzemu: 1 – podłoże z naniesionymi warstwami SiO_2 i Si_3N_4 , 2 – fotolitografia, usuwanie SiO_2 i Si_3N_4 w procesie RIE, 3 – mokre anizotropowe trawienie krzemu, 4 – usuwanie tlenku spod membrany za pomocą BHF [B2].

W trakcie prac badawczych wykonano serię membran o różnych wymiarach (kwadrat o boku 250, 350 i 450 μm), a następnie poddano je działaniu ciśnienia od 100 do 300 kPa. Pod mikroskopem optycznym obserwowano ugięcie membrany (rys. 26). W trakcie badań, żadna membrana nie uległa zniszczeniu, co potwierdziło, że mogą być wykorzystane w konstrukcji mikrosystemów próżniowych MEMS.

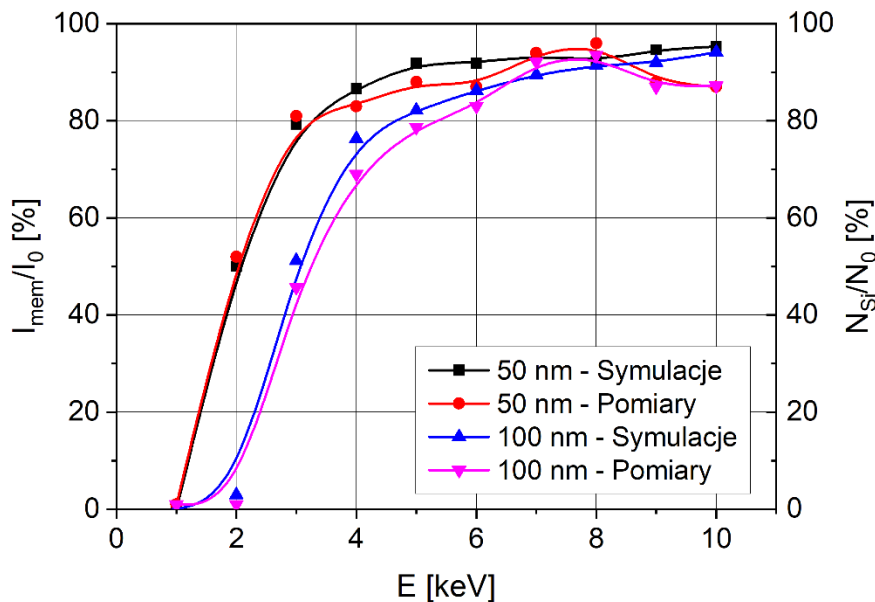


Rys. 26. Ugięcie membrany z azotku krzemu (o boku 250 μm) pod wpływem różnicy ciśnień: a) $p = 100$ kPa; b) $p = 200$ kPa; c) $p = 300$ kPa [A5].

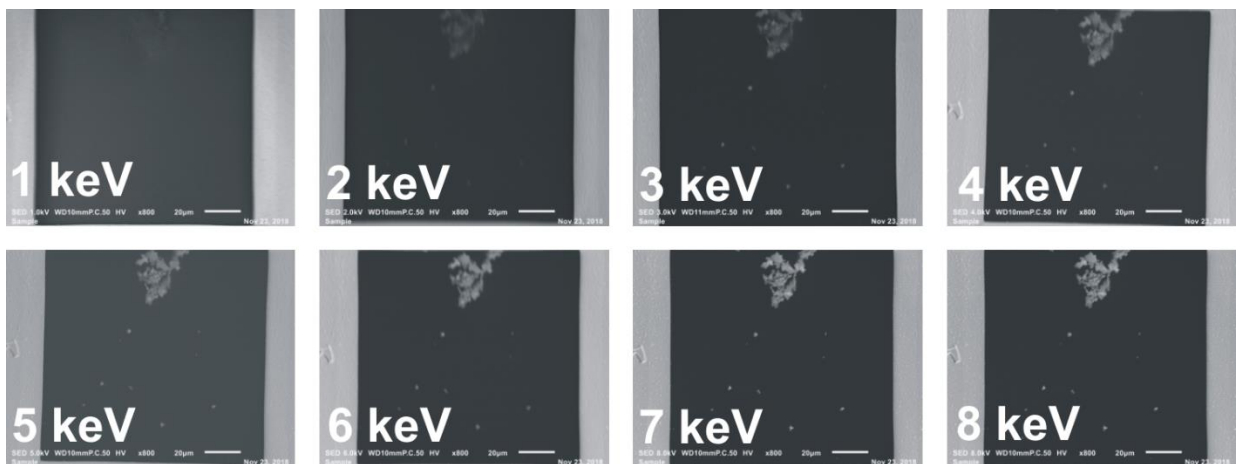
W kolejnym kroku zbadano współczynnik transmisji elektronów przez membrany o grubości 50 i 100 nm. Wykorzystano do tego wiązkę elektronową skaningowego mikroskopu elektronowego (JEOL JSM IT-100) oraz puszkę Faradaya [A7, B4, B6]. Na początku zmierzono prąd wiązki elektronowej mikroskopu przy różnych jej energiach, a następnie na drodze wiązki umieszczono membranę i powtórzono pomiar (rys. 27a). Stosunek prądu zmierzonego w obecności membrany, do prądu bez membrany określił procentową transmisję elektronów. Wyniki eksperymentalne porównano z symulacjami przeprowadzonymi w programie CASINO. Zgodność wyników była bardzo dobra (rys. 28). Przy energii powyżej 3 keV, ponad 80 % prądu wiązki przechodziło przez membranę o grubości 50 nm. Aby osiągnąć podobny wynik dla membrany o grubości 100 nm, należało zastosować wiązkę o energii większej niż 5 keV. Dla energii wiązki większej od 7 keV, dla obu grubości membran, współczynnik transmisji wyniósł ok. 90 %. Wyniki te potwierdzono wykonując obrazy, za pomocą mikroskopu SEM JEOL JSM IT-100, kryształków soli (NaCl) naniesionych na membranę 50 nm. Otrzymano zadowalające obrazy dla energii wiązki większej niż 4 keV (rys. 29). W związku z tym, że membrany z azotku krzemu najczęściej stosowane są w budowie cel przepływowych w transmisyjnej mikroskopii elektronowej [U68–U72], brakuje doniesień literaturowych na temat współczynników transmisji przez warstwy azotku krzemu dla niskoenergetycznej wiązki elektronowej. Otrzymane wyniki stały się podstawą do określenia granicznych wartości energii wiązki elektronowej jaka musi być stosowana w mikrosystemach próżniowych, aby możliwa była jej transmisja na zewnątrz mikrosystemu.



Rys. 27. Schemat układów pomiarowych umieszczonych w mikroskopie JEOL: a) pomiar współczynnika transmisji wiązki elektronowej przez membranę z azotku krzemu (I_0 – prąd wiązki elektronowej mikroskopu, I_{mem} – prąd wiązki po przejściu przez membranę); b) pomiar rozpraszania elektronów (średnicy plamki) po przejściu przez membranę za pomocą matrycy CCD [A7].

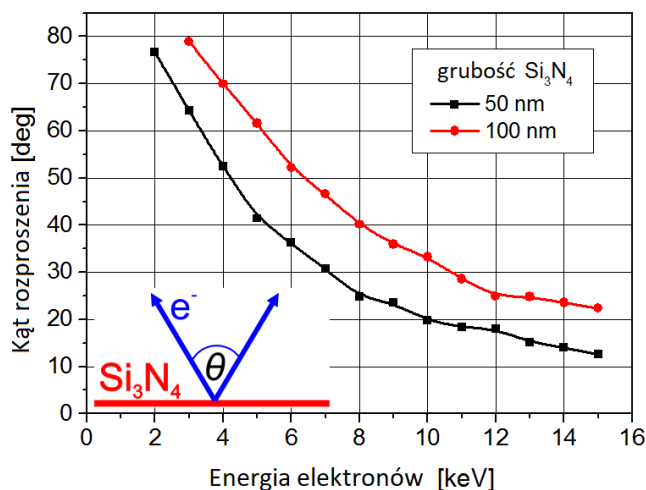


Rys. 28. Współczynniki transmisji elektronów w funkcji energii wiązki elektronów w zależności od grubości membrany Si_3N_4 (wyniki symulacji i pomiarów) [A7].

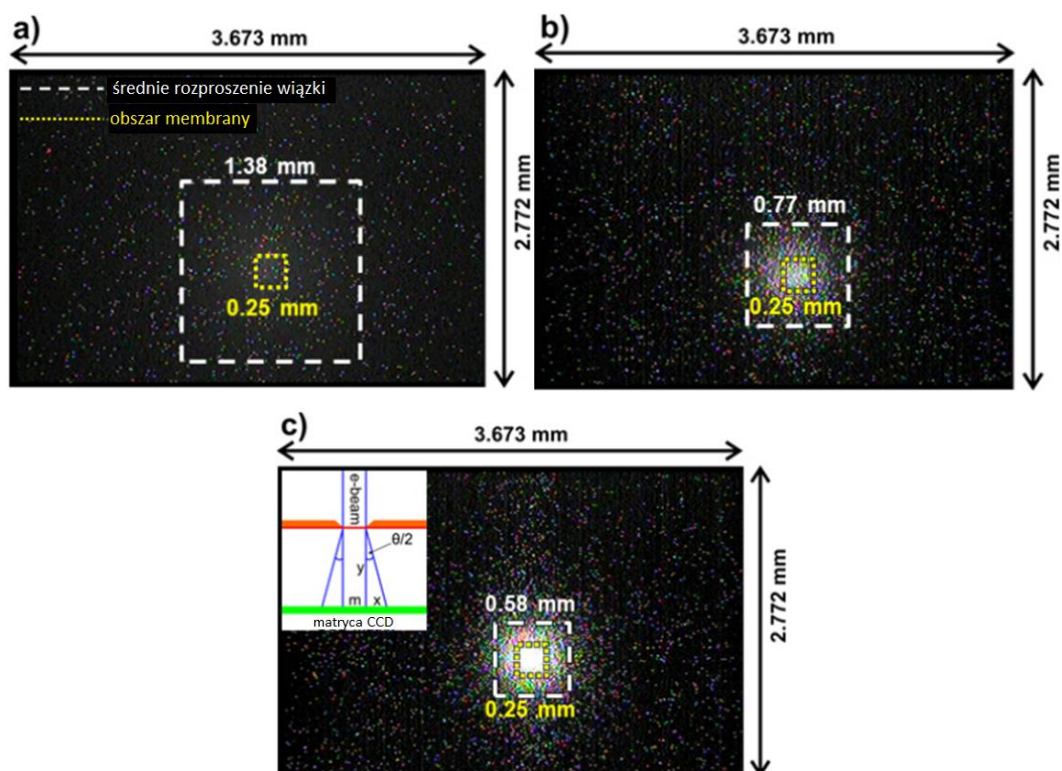


Rys. 29. Obrazy SEM kryształków soli osadzonych na membranie Si_3N_4 o grubości 50 nm, wykonane dla różnych energii wiązki elektronów (oryginalne wyniki autora).

Przeprowadzono również obliczenia komputerowe dotyczące kąta rozpraszania wiązki elektronowej⁵ w membranie Si₃N₄ (rys. 30). Wpływa on na poszerzenie średnicy wiązki elektronowej w zależności od odległości od membrany [A7, B4, B6]. Wyniki symulacji zostały potwierdzone eksperymentalnie (rys. 31) podczas obserwacji wiązki elektronowej po przejściu przez membranę (50 nm) za pomocą kamery CCD (rys. 27b).



Rys. 30. Wyniki symulacji średniego kąta rozpraszania w funkcji energii wiązki elektronów, wykonanych dla dwóch grubości membrany z azotku krzemu [A7].



Rys. 31. Obrazy rozpraszania elektronów po przejściu przez membranę 250×250 μm², o grubości 50 nm, zarejestrowane ze pomocą matrycy CCD (umieszczonej w odległości 1,5 mm od membrany), dla różnych energii wiązki elektronowej: a) 5 keV, b) 10 keV, c) 15 keV. Na obrazach zaznaczono powierzchnię membrany (żółta linia przerywana) oraz powierzchnię związaną ze średnim kątem rozpraszania wyznaczonym w symulacjach (biała linia przerywana) [A7].

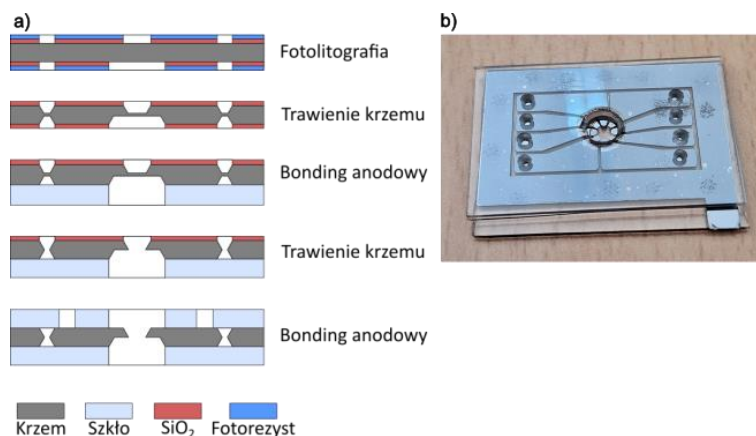
⁵ Średni kąt rozproszenia elektronów – kąt mierzony między dwoma średnimi kierunkami emisji elektronów z membrany. Połowa tego kąta liczona jest jako średni kierunek emisji elektronów z membrany w stosunku do prostej normalnej do powierzchni membrany.

W trakcie badań potwierdzono, iż cienka membrana z azotku krzemu jest wystarczająco mocna, aby wytrzymać różnicę ciśnień między próżniowym mikrosystemem elektronowięzkowym a ciśnieniem atmosferycznym [A5]. Wyznaczone parametry transmisji elektronów przez membranę są dużo lepsze [A7], niż wyniki prezentowane w literaturze [U65]. W ramach prac badawczych wyznaczono kąt rozpraszania wiązki elektronowej w membranie [A7]. Jak wspomniano wcześniej, wyniki te są unikatowe, gdyż zwyczajowo membrany takie wykorzystuje się w transmisyjnej mikroskopii elektronowej [U68–U72], a ze względu na dużą energię wiązki elektronowej, rozpraszanie w membranie jest pomijane. W projektowanych miniaturowych urządzeniach elektronowięzkowych MEMS, energia wiązki będzie niska (<10 keV), przez co wyznaczone parametry będą istotne w ostatecznym projektowaniu urządzeń i analizie wyników uzyskanych z ich wykorzystaniem.

Badania nad układami skanowania i obrazowania w mikroskopie elektronowym MEMS.

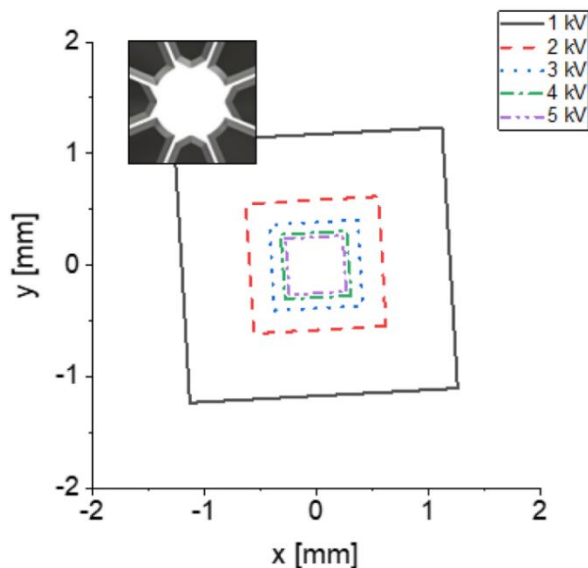
Jak wiadomo, sterowanie wiązką elektronową za pomocą pola elektrycznego stosowane jest w kineskopach oraz w zaawansowanych konstrukcjach kwadropoli i oktopoli. W wypadku mikroskopów elektronowych, systemem umożliwiającym dokładne skanowanie próbki punkt po punkcie jest układ z ośmioma symetrycznymi elektrodami ustawionymi wokół centralnego otworu (oktopol), przez który przechodzi wiązka elektronowa. Odpowiednio uformowane sygnały napięciowe podane na poszczególne elektrody umożliwiają precyzyjne przesunięcie wiązki w zadany punkt. Przykłady takich konstrukcji można znaleźć w literaturze [U16, U19, U20].

Przy projektowaniu oktopola dla mikrosystemów MEMS z wiązką elektronową, należało zapewnić kompatybilność materiałową, technologiczną i wymiarową miniaturowego urządzenia. We wcześniejszych badaniach ustaliłem, iż optymalne wymiary otworu w krzemowych elektrodach skupiających powinny wynosić 2 mm (kwadrat). W związku z tym, otwór w projektowanym oktopolu MEMS również ma średnicę 2 mm, ale kształt koła, ze względu na konieczną symetryczność układu. Założono, że krzemowy deflektor składać się będzie z 8 niezależnych elektrod, elektrycznie odizolowanych od siebie [A11]. W projekcie przyjęto, że 200 μm odległość pomiędzy elektrodami będzie wystarczająca do zapewnienia izolacji, biorąc pod uwagę fakt, że napięcie sterujące oktopolem nie będzie przekraczało 1 kV. Za próżniową szczelność struktury odpowiada ramka krzemowa wykonana razem z oktopolem na tym samym podłożu krzemowym (rys. 32), a całość zamknięta jest między dwoma dystansownikami szklanymi, w których wykonano otwory przelotowe dla wiązki elektronowej [A11]. W górnym podłożu szklanym wykonano dodatkowo otwory, które umożliwiają podłączenie się do pól kontaktowych, przygotowanych na elektrodach oktopola (rys. 32b). Krzemową strukturę wykonano z krzemu o grubości 200 μm za pomocą mokrego anizotropowego trawienia [A11].



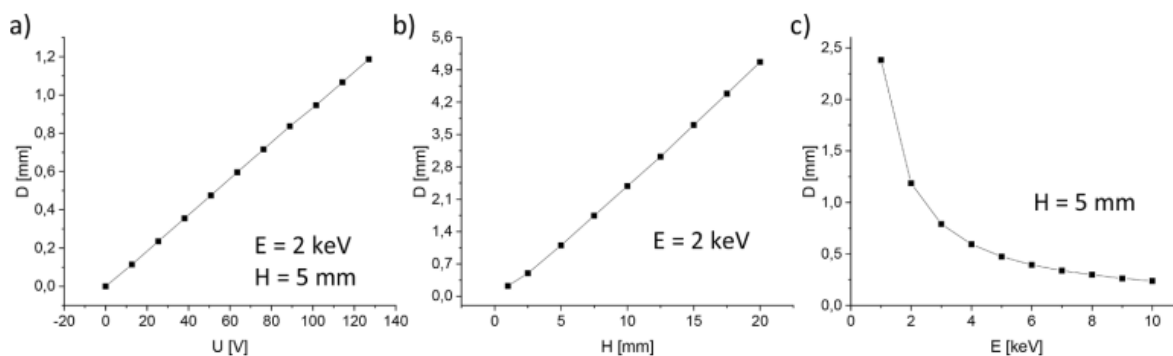
Rys. 32. Proces technologiczny (a) i obraz krzemowego oktopola połączonego z podłożami szklanymi (b) [A11].

W ramach prac badawczych, w programie COMSOL Multiphysics, wykonano symulacje komputerowe odchylenia wiązki elektronowej za pomocą modelu oktopola [A11]. W symulacjach wyznaczano pole skanowania dla różnych warunków pracy oktopola, np. w zależności od energii wiązki elektronowej (rys. 33).



Rys. 33. Wyniki symulacji pola skanowania w funkcji energii wiązki elektronowej dla model deflektora wykonanego za pomocą mokrego anizotropowego trawienia krzemu; odległość oktopola od ekranu 5 mm [A11].

Na podstawie symulacji wyznaczono: wpływ napięcia sterującego U , odległości ekranu od oktopola H oraz energii wiązki elektronowej E na wymiar pola skanowania D (rys. 34) [A11].

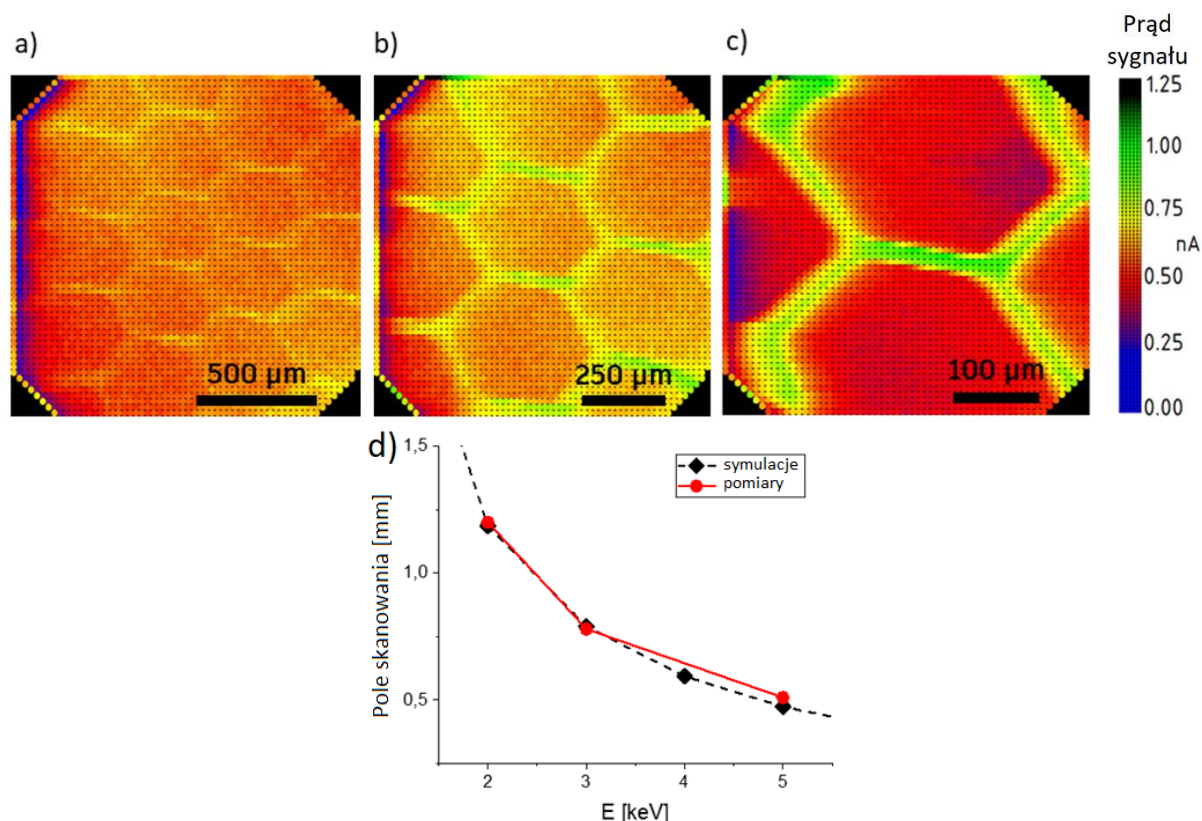


Rys. 34. Pole skanowania w funkcji: a) napięcia sterującego oktopolem, b) odległości oktopol-ekran, c) energii wiązki elektronów [A11].

Stwierdzono, że opracowany oktopol charakteryzuje się liniową zależnością wielkości pola skanowania od napięcia sterującego i odległości ekranu od oktopola. Zależność ta jest odwrotnie proporcjonalna do energii wiązki elektronowej. Ta ostatnia cecha została potwierdzona eksperymentalnie. Za pomocą modelu oktopola, wykonano obrazy próbki wzorcowej – siatki metalowej⁶, wykorzystując źródło elektronów i komorę próżniową mikroskopu elektronowego JEOL

⁶ Siatka metalowa o oczku sześciobocznym, szerokość oczka 300 μm , grubość i szerokość belki metalowej 30 μm .

JSM IT-100 [A11]. Uzyskane obrazy (rys. 35a-c) były podstawą do obliczenia rzeczywistego pola skanowania. Wyniki eksperymentu potwierdziły przewidywania teoretyczne (rys. 35d). W pracach wykorzystano systemy do skanowania i detekcji sygnałów opisane w [U74].



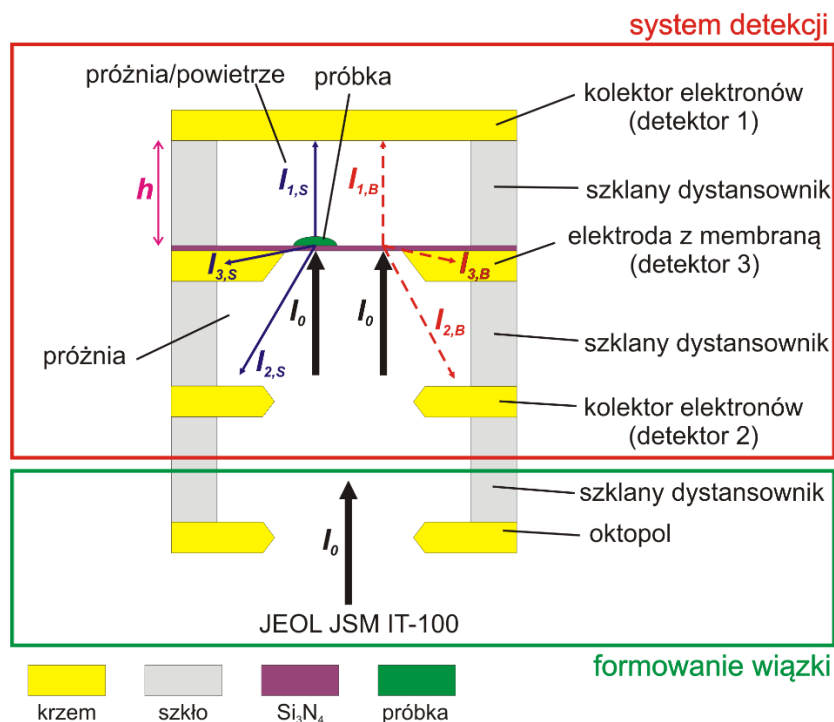
Rys. 35. Obrazy siatki metalowej otrzymane za pomocą modelu krzemowego deflektora dla różnych energii wiązki elektronowej: a) 2 keV, b) 3 keV, c) 5 keV oraz d) porównanie wyników symulacji i eksperymentu [A11].

Przeprowadzone symulacje i testy pozwalają na wyznaczenie parametrów pracy oktopola. Zakładając, że zaprojektowany oktopol MEMS będzie pracował z energią wiązki elektronowej 4 keV, jego odległość od ekranu będzie wynosiła 1 mm, to obszar skanowania będzie miał bok o długości 110 μm , co daje czułość skanowania 0,43 $\mu\text{m}/\text{V}$. Biorąc pod uwagę, że maksymalne napięcie sterujące zmienia się od -127 do 127 V z rozdzielczością 12bit, tj. 62,5 μV , to droga między kolejnymi punktami skanowania wynosić będzie 27 nm. Wartości te są zbliżone do parametrów konstrukcji oktopoli prezentowanych w literaturze [U15, U31], co potwierdza, że wykonany w technice mokrego anizotropowego trawienia krzemu oktopol może być zastosowany do sterowania wiązką elektronową w mikrosystemach próżniowych MEMS.

W odróżnieniu od detektorów elektronów stosowanych w klasycznych mikroskopach elektronowych, np. detektora Everharta-Thornleya, detektora Robinsona [U75], w opisywanych w literaturze pracach nad miniaturyzacją kolumn elektronoptycznych do detekcji sygnału wykorzystywane są płytki mikrokanalikowe lub channeltrony [U33, U34, U76], lub detektory półprzewodnikowe w postaci diod p-i-n [U77, U78]. Te rozwiązania są trudne w zastosowaniu w strukturach zamkniętych MEMS, ze względu na problem integracji wyżej wymienionych detektorów z krzemowo-szklaną strukturą mikrosystemu próżniowego.

W pracach badawczych dotyczących detekcji elektronów w strukturach MEMS, sprawdzałem możliwość wykorzystania płaskiej płytki krzemowej jako detektora elektronów [A12, A15, B10]. W ramach badań wykonano strukturę testową zawierającą krzemowo-szklany oktopol [A11] oraz

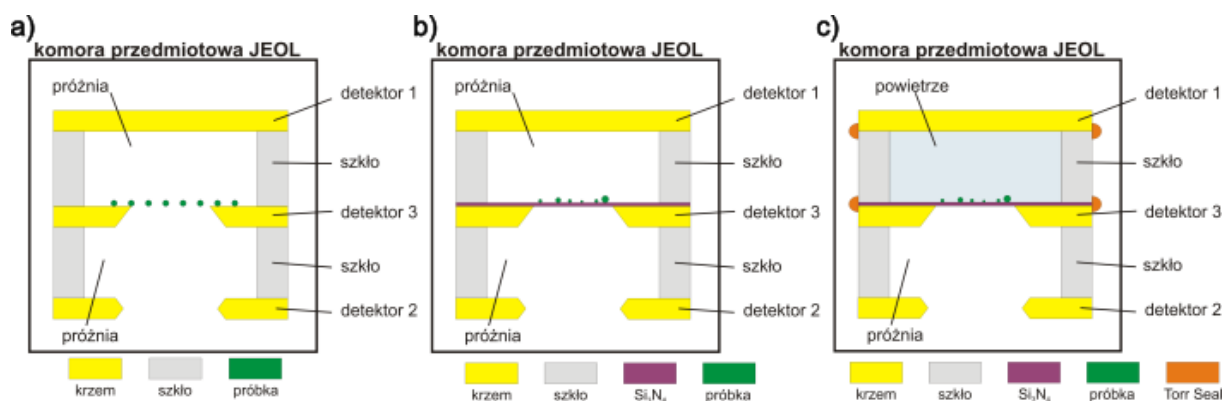
zestaw 3 krzemowych elektrod, odizolowanych od siebie szklanymi dystansownikami (rys. 36). Testy detektorów przeprowadzono wewnątrz mikroskopu elektronowego JEOL JSM IT-100.



Rys. 36. Schemat struktury testowej do badań trzech detektorów (ograniczony czerwoną ramką) oraz układu formującego wiązkę elektronową (zielona ramka); grubość dystansownika szklanego $h = 1.1 \text{ mm}$ [A15].

Pierwszy kolektor (detektor 1) to elektroda krzemowa, która mierzy prąd wiązki elektronowej po przejściu przez membranę oraz próbkę. W tym rozwiązaniu, nazwanym detektorem transmisyjnym, obraz budowany jest na podstawie pomiaru prądu elektronowego, pomniejszonego o część prądu zaabsorbowanego w próbce. Drugi kolektor (detektor 2) to detektor elektronów odbitych od preparatu. W tym wypadku obraz jest realizowany dzięki analizie elektronów odbitych od preparatu leżącego na membranie. Trzeci kolektor (detektor 3) to elektroda (w szczególności anoda z membraną), na której leży preparat, na której mierzony jest prąd zaabsorbowanej wiązki. Gdy na drodze wiązki znajdzie się preparat, prąd absorbowany przez tę elektrodę będzie większy, niż w wypadku, gdy wiązka przechodzi przez membranę.

Korzystając z omówionej powyżej struktury przeprowadzono szereg eksperymentów [A15]. W pierwszym, anoda (detektor 3) nie posiadała membrany z azotku krzemu, a jedynie zamontowaną na kwadratowym otworze ($250 \times 250 \mu\text{m}^2$) metalową siatkę o sześciokątnym oczku szerokości $300 \mu\text{m}$ i grubości belki $30 \mu\text{m}$ (rys. 37a). W drugim, wykorzystano anodę z membraną z azotku krzemu o grubości 100 nm , z naniesionym proszkiem metalowym o ziarnach $5\text{--}30 \mu\text{m}$ (rys. 37b). W trzecim przypadku anodę z proszkiem metalowym zamknięto w powietrzu szczelną pokrywką w celu zasymulowania rzeczywistych warunków, które będą panowały w gotowej mikrokolumnie MEMS (rys. 37c).



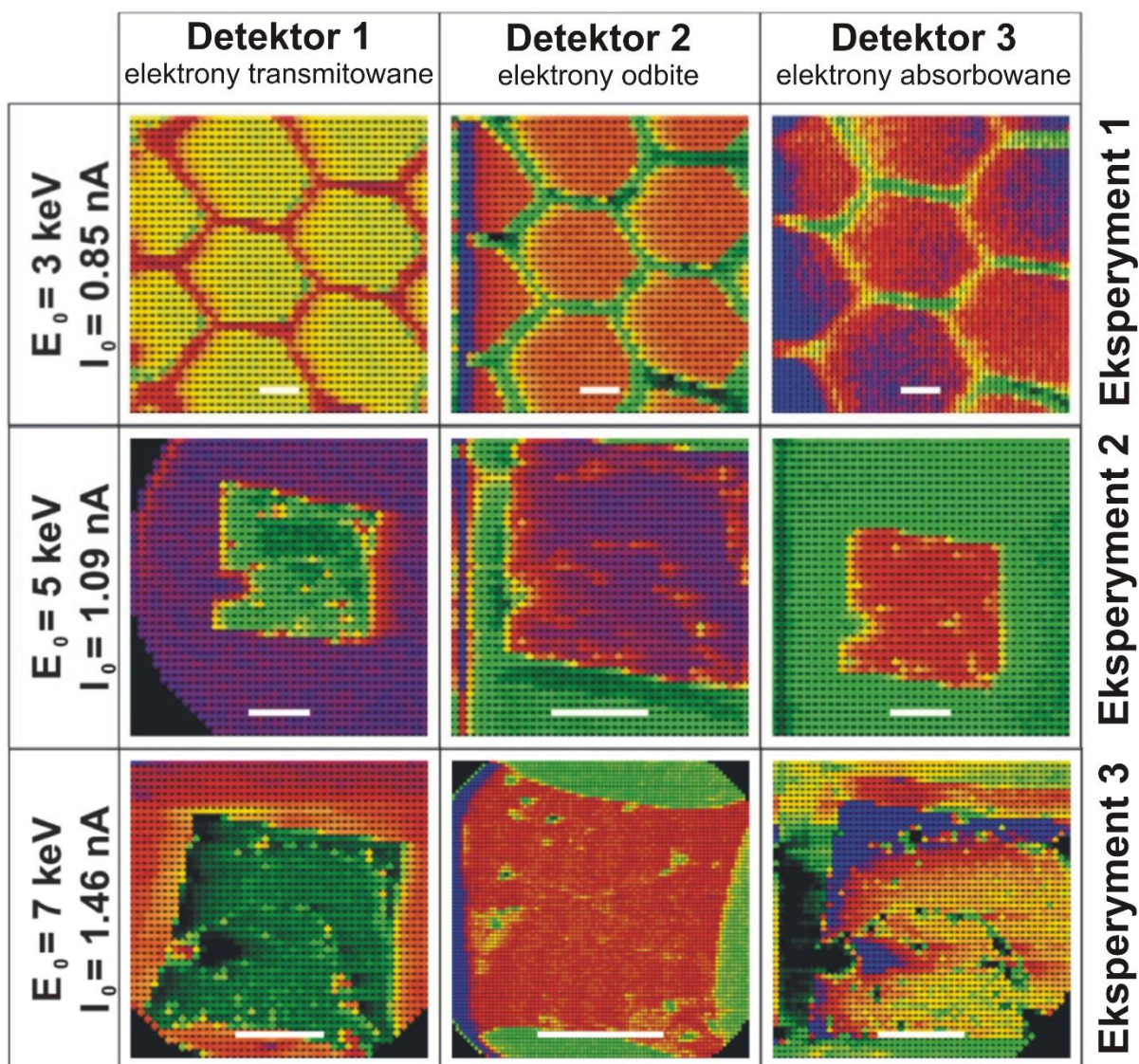
Rys. 37. Schematy struktur testowych wykorzystanych w 3 eksperymentach: a) układ bez membrany z próbką w postaci siatki metalowej; b) układ z membraną i próbką w postaci ziaren metalicznych; c) układ z membraną i próbką w postaci ziaren metalicznych, zamknięty szczelnie w atmosferze powietrza [A15].

Badania te miały na celu sprawdzenie pracy poszczególnych detektorów oraz określenie wpływu obecności membrany oraz powietrza nad membraną na sygnał z detektorów [A12, A15]. Dodatkowo analizowano wpływ energii wiązki elektronowej, jej skupienie na preparacie, szybkości skanowania wiązki elektronowej oraz polaryzacji detektorów na jakość otrzymanych obrazów.

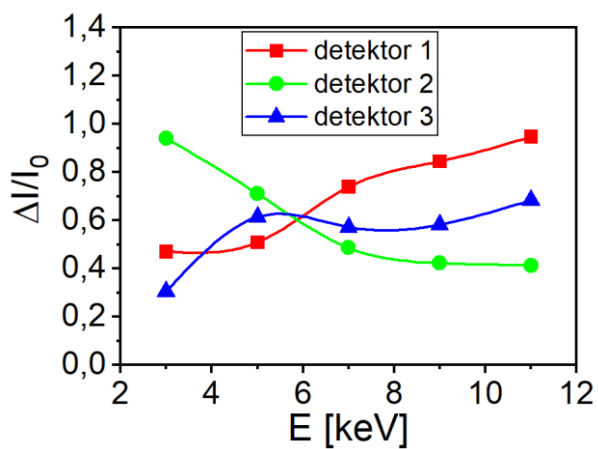
Eksperymenty potwierdziły, że zastosowanie elektrod krzemowych oraz wzmacniacza sygnału umożliwia detekcję elektronów [A15]. W każdym z eksperymentów uzyskano obrazy preparatów (rys. 38), na podstawie których przeanalizowano działanie testowanych detektorów.

Wszystkie obrazy otrzymane w pierwszym eksperymencie charakteryzowały się dobrym kontrastem⁷. Jego wartość zmieniała się jednak w funkcji energii wiązki pierwotnej (rys. 39). Detektor 1 charakteryzował się lepszym kontrastem dla wyższych energii wiązki, z kolei detektor 2 odwrotnie, pokazywał lepszy kontrast dla niższych energii wiązki. Detektor 3, mierzący prąd zaabsorbowany w próbce, nie wykazywał widocznych zależności od energii wiązki (rys. 39) [A15].

⁷ Kontrast obrazu – kontrast prądowy $\Delta I/I_0$, gdzie ΔI to różnica między prądem pochodzącym z próbki (I_s) a prądem pochodzącym z tła (I_B). I_0 – prąd pierwotny wiązki elektronowej.

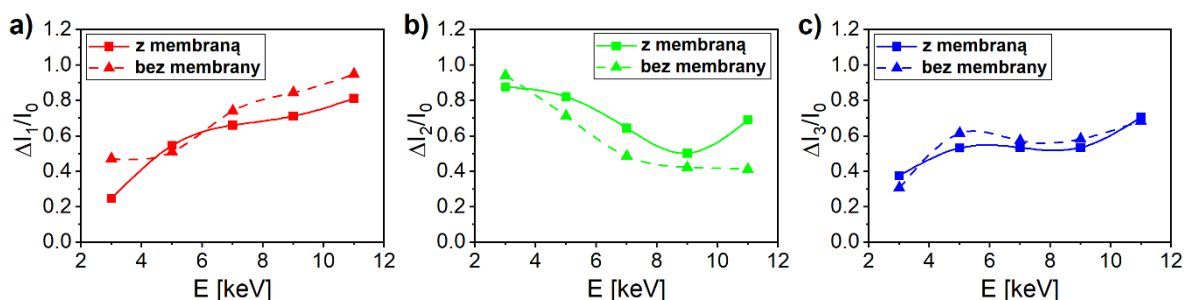


Rys. 38. Przykłady obrazów otrzymanych za pomocą 3 detektorów w 3 eksperymentach [A15, B10].



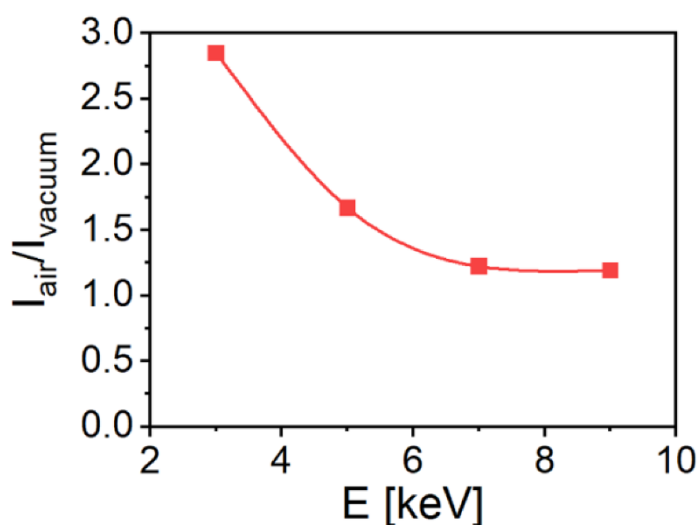
Rys. 39. Znormalizowany kontrast prądowy ($\Delta I/I_0$) dla detektorów 1, 2 i 3 w funkcji energii wiązki elektronów; próbka – siatka metalowa [A15].

Wyniki drugiego eksperymentu ukazały wpływ membrany na otrzymane obrazy [A15]. Analiza prądów zmierzonych na poszczególnych detektorach wykazała różnice w sygnałach. W wypadku detektora 1, obecność membrany pogorszyła kontrast, ponieważ część prądu tła została przez nią zaabsorbowana (rys. 40a). W wypadku detektora 2, membrana spowodowała wzrost kontrastu, głównie przez blokowanie sygnału tła, przez co zwiększyła się różnica pomiędzy sygnałami (ΔI) (rys. 40b). W wypadku detektora 3 nie zaobserwowano jednoznacznego wpływu membrany na kontrast obrazów (rys. 40c).



Rys. 40. Znormalizowany kontrast prądowy ($\Delta I/I_0$) w funkcji energii wiązki elektronowej dla: a) detektora 1, b) detektora 2, c) detektora 3. Linia ciągła – wynik eksperymentu z membraną, linia przerywana – wynik eksperymentu bez membrany [A15].

Bardzo ciekawe wyniki otrzymano w eksperymencie 3, w którym nad membraną znajdowało się powietrze pod ciśnieniem atmosferycznym. Elektrony transmitowane przez membranę oraz próbkę, przed dotarciem do detektora 1 musiały pokonać odległość 1,1 mm w powietrzu. Teoretycznie elektrony powinny zostać zaabsorbowane przez cząstki gazów, jednak przy odpowiedniej polaryzacji detektora, nie dość, że otrzymano bardzo wyraźny obraz preparatu, to obrazy charakteryzowały się lepszym kontrastem, niż te uzyskane w próżni. Analiza mierzonych prądów wskazuje na to, że sygnał elektronowy w czasie drogi przez atmosferę jest wzmacniany, w stosunku do sygnału w próżni, zwłaszcza przy niskich energiach wiązki (rys. 41). Może być to związane z jonizacją cząstek gazu przez elektrony, a efektywność jonizacji jest największa dla elektronów o niskiej energii. Otrzymane wyniki stały się podstawą do zaproponowania nowego sposobu detekcji, nazwanego metodą detekcji elektronów w ciśnieniu atmosferycznym, który opisałem w artykule [A12].



Rys. 41. Stosunek prądu tła mierzonego przez detektor 1 przy ciśnieniu atmosferycznym I_{air} do prądu tła mierzonego przez ten sam detektor w próżni I_{vacuum} [A12, A15].

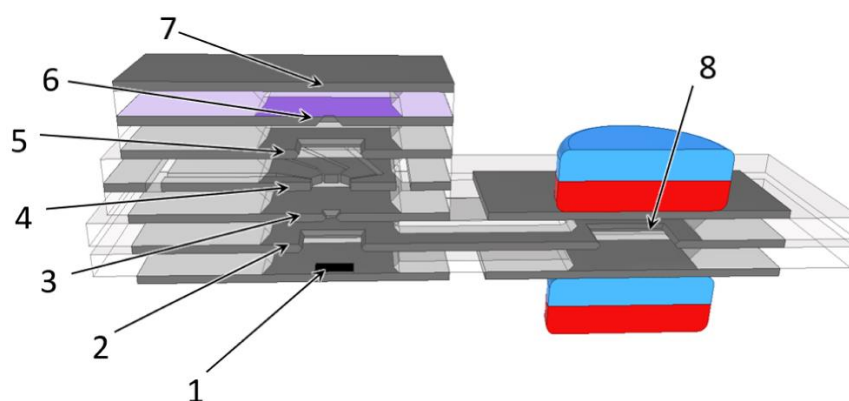
Nie zauważono wpływu powietrza na działanie detektora 2, natomiast obrazy z detektora prądu absorbowanego przez próbkę wykazywały silne ładownie się membrany Si_3N_4 i próbki.

Jak wiadomo, możliwe jest wykorzystanie czystych elektrod do pomiaru prądu wiązki elektronowej, jednak częściej w tym celu stosuje się odpowiednie struktury, jak diody półprzewodnikowe [U75, U79, U80], puszki Faradaya, aby uniknąć strat związanych, np. z rozpraszaniem wiązki elektronowej na materiale elektrody. W przeprowadzonych badaniach udowodniono, że możliwe jest wykorzystanie czystej płytki krzemowej jako kolektora prądu wiązki elektronów [A12, A15]. Wyznaczono zależność kontrastu otrzymanych zdjęć od energii wiązki oraz w zależności od obecności membrany z azotku krzemu. Dodatkowo wykazano, że możliwa jest detekcja sygnału elektronowego transmitowanego przez warstwę gazu o ciśnieniu atmosferycznym [A12]. Wyniki te są unikatowe i otwierają drogę do opracowania systemów detekcyjnych elektronów w strukturach MEMS.

4.7 Badania nad integracją wykonanych elementów w miniaturowy skaningowy mikroskop elektronowy MEMS.

Koncepcja skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS.

Pomyślne przeprowadzenie prac badawczych opisanych w poprzednich akapitach niniejszego opracowania, umożliwiły realizację skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS (MEMS SEM). Schemat budowy tego urządzenia przedstawiono na rys. 42.



Rys. 42. Schemat miniaturowego skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS: 1 – katoda, 2 – bramka, 3 – elektroda skupiająca, 4 – oktopol, 5 – detektor elektronów rozproszonych, 6 – anoda z membraną (detektor elektronów absorbowanych), 7 – detektor elektronów transmitowanych, 8 – mikropompa próżniowa [A9, A10].

Od początku prac nad MEMS SEM założyłem, że łączenie elementów składowych mikroskopu będzie realizowane za pomocą techniki bondingu anodowego. Jak wiadomo, technika ta, jest procedurą łączenia podłoży szklanych z krzemowymi używaną do wytwarzania nowoczesnych urządzeń MEMS [U81]. Proces ten wymaga aktywacji termicznej (~ 450 °C) oraz polaryzacji łączonych materiałów wysokim napięciem >1000 V. W tych warunkach na granicy materiałów tworzą się wiązania chemiczne, trwale łączące oba podłoża [U81]. Proces ten najczęściej jest stosowany do łączenia dwóch lub trzech podłoży szklanych i krzemowych.

Poważnym problemem jaki napotkano w trakcie prac badawczych nad MEMS SEM, była potrzeba połączenia aż jedenastu podłoży krzemowych i szklanych, co daje 10 procesów bondingu. Dotychczas nie stosowano bondingu anodowego do wytwarzania tak zaawansowanych struktur krzemowo-

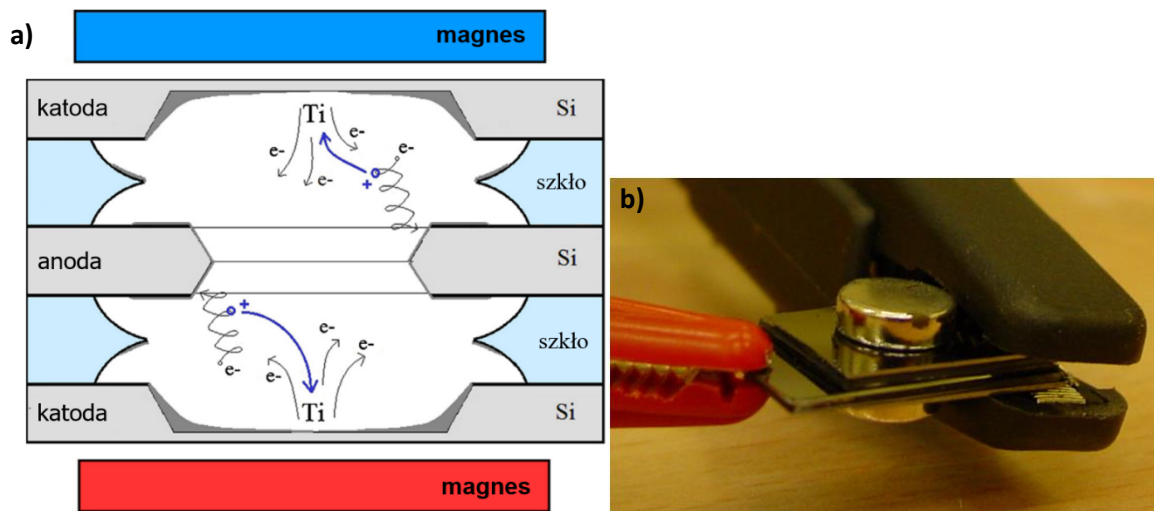
szklanych typu sandwich. Z literatury wiadomo, że łączenie wielu podłoży krzemu i szkła może prowadzić do zjawisk określanych mianem bondingu rewersywnego prowadzącego wręcz do zniszczenia już istniejących połączeń [U81]. Opracowanie bondingu anodowego MEMS SEM było więc zagadnieniem nietrywialnym, nie relacjonowanym w literaturze przedmiotu dla takiej liczby warstw.

W trakcie prac badawczych nad łączeniem wykonanych elementów, należało zmodyfikować znany z literatury proces bondingu anodowego i dostosować go do technologii miniaturowego mikroskopu elektronowego MEMS. W pracach, w pierwszej kolejności nad ustaleniem kolejności łączenia elementów oraz na odpowiednim ukształtowaniu elementów, co umożliwiło doprowadzenia wysokiego napięcia bezpośrednio do łączonych powierzchni, minimalizując jego wpływ na już połączone struktury. Drugim aspektem było utrzymanie wysokiej temperatury na granicy łączonych podłoży. Wraz z dokładaniem kolejnych elementów rosła odległość między płaszczyzną połączenia, a powierzchnią hot plate, na którym proces bondingu był realizowany. Przez to temperatura na granicy łączonych powierzchni była niższa. Aby temu zapobiec postanowiono wykonywać połączenia jak najbliżej powierzchni hot plate, poprzez odwrócenie struktury już łączonych elementów. W procesie wielowarstwowego bondingu anodowego bardzo ważna jest czystość łączonych podłoży, dlatego po każdym procesie łączenia, struktura była ponownie myta i poddawana hydrofilizacji powierzchni. Wyjątkiem były ostatnie dwa procesy, w których należało przyłączyć do struktury mikroskopu emiter z nanorurkami i anodę z membraną z azotku krzemu.

Badania nad otrzymywaniem i utrzymaniem wysokiej próżni w mikroskopie elektronowym MEMS.

Do zapewnienia próżni wewnątrz mikrosystemu elektronowiązkowego zastosowano jonowo-sorpcyjną mikropompę próżniową MEMS, składającą się z 3 elektrod krzemowych umieszczonych między dwoma dystansownikami szklanymi [U82]. Do prawidłowego działania pompy niezbędne jest silne pole magnetyczne ($\sim 0,5$ T), które generowane jest przez dwa magnesy stałe umieszczone na dwóch zewnętrznych elektrodach (rys. 43). Elektrony generowane przez wysokie pole elektryczne wewnątrz mikropompy, w polu magnetycznym poruszają się po torach spiralnych, co wydłuża ich drogę do anody. Zwiększa to możliwość jonizacji cząstek gazu zawartych w strukturze pompy. Powstałe jony kierowane są wzdłuż linii sił pola elektrycznego do dwóch katod, w których są one zagrzebywane. Pompa zapewnia próżnię ok. 10^{-5} hPa [U82]. Ponieważ pompa wykonana jest w technologii MEMS to jest kompatybilna techniczno-technologicznie ze skaningowym mikroskopem elektronowym MEMS.

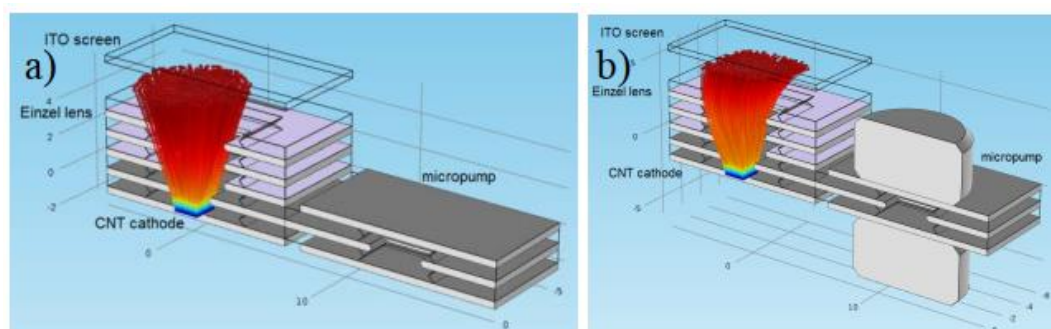
Poważnym zagadnieniem badawczym było opracowanie sposobu połączenia pompy z MEMS SEM w sposób szczelny i umożliwiający odpompowanie całości mikrosystemu. Założono, że najdogodniejsze będzie dołączenie mikropompy z boku mikrokolumny elektronooptycznej mikroskopu (rys. 42), a elementami łączącymi będą dwa podłoża szklane, w których wykonane zostaną kanały łączące objętości obu mikrosystemów oraz wspólna elektroda krzemowa, umożliwiająca uszczelnienie kanałów. Mikropompa do prawidłowego działania potrzebuje próżni wstępnej ok. 10^{-1} hPa, zatem ostatni proces bondingu uszczelniający całą strukturę MEMS SEM musi zostać zrealizowany w próżni.



Rys. 43. Schemat budowy i zasady działania mikropompy jonowo-sorpcyjnej (a) oraz obraz wytworzonej struktury (b) [U82].

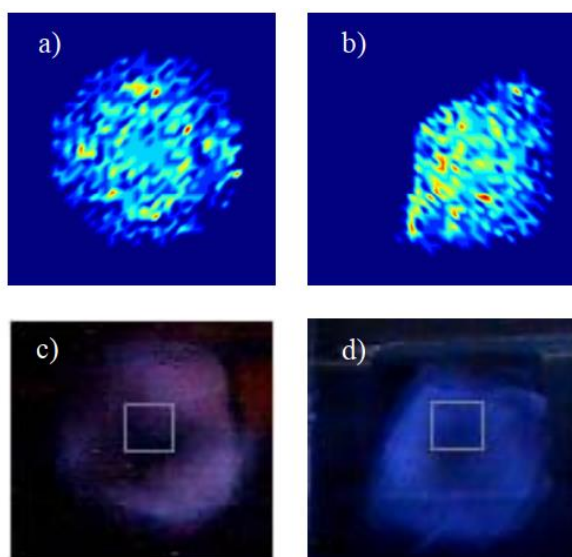
Jak opisano powyżej, mikropompa jest dołączona do miniaturowego mikroskopu elektronowego z boku, przez co pole magnetyczne generowane przez magnesy pompy będzie obejmowało również strukturę mikrokolumny elektrooptycznej tego mikroskopu. Dlatego w ramach prac związanych z integracją elementów w gotowy mikrosystem, należało zbadać wpływ pola magnetycznego na wiązkę elektronową w mikrokolumnie. W tym celu wykonano szereg symulacji komputerowych oraz wykonano testowe struktury, na których eksperymentalnie sprawdzano wyniki symulacji [B3].

Pierwszą zbadaną strukturą był układ z pompą montowaną z boku mikroskopu (rys. 44). Na rysunku widać, że wiązka elektronowa objęta oddziaływaniem pola magnetycznego odchylana jest w kierunku magnesów, co nie jest pożądanym zjawiskiem (rys. 44b).



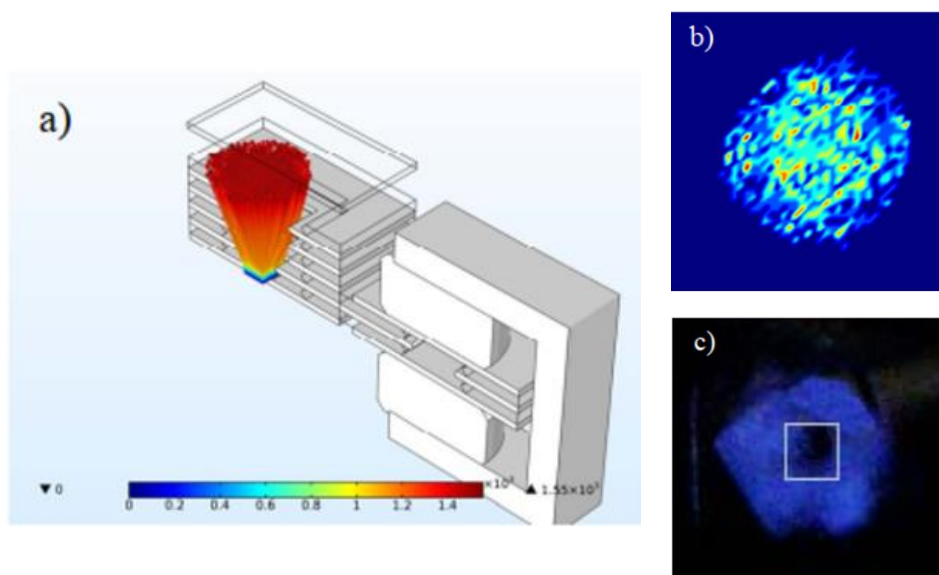
Rys. 44. Symulacje torów elektronów wewnątrz mikrokolumny MEMS: a) mikropompa bez magnesów, b) mikropompa z magnesami [B3].

Wyniki symulacji zostały potwierdzone za pomocą badań na rzeczywistych strukturach [B3], w których na ekranie z luminoforem obserwowano oddziaływanie wiązki elektronów (rys. 45).



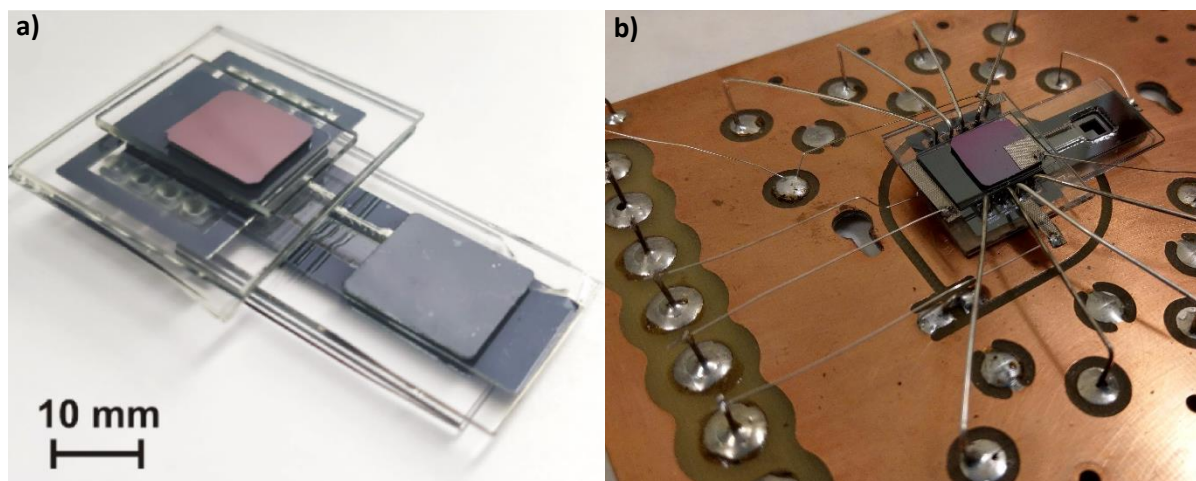
Rys. 45. Oddziaływanie wiązki elektronowej na ekran: a) wynik symulacji bez magnesów, b) wynik symulacji z magnesami (0,5 T), c) pomiar w strukturze zintegrowanej bez magnesów, d) pomiar w strukturze zintegrowanej z magnesami. Na rys. c i d, szary kwadrat oznacza pole emisji elektronów, jasne pole natomiast pokazuje przekrój wiązki elektronowej na ekranie, której wynik zgadza się z symulacjami [B3].

W celu wyeliminowania pola magnetycznego w strukturze kolumny elektronooptycznej mikroskopu zastosowano zwoję magnetyczną (rys. 46a). Wyniki symulacji (rys. 46b) takiej struktury były bardzo zbliżone do tych otrzymanych w strukturze bez magnesów (rys. 45a). Wyniki eksperymentalne potwierdziły prawidłowe działanie wyrzutni elektronowej (rys. 46c) [B3].



Rys. 46. Mikrokolumna elektronooptyczna MEMS ze zwoją magnetyczną: a) przykład symulacji torów elektronów, b) symulacja oddziaływania wiązki elektronów na ekran, c) pomiar w strukturze ze zwoją magnetyczną; szary kwadrat oznacza pole emisji elektronów, jasne pole natomiast pokazuje przekrój wiązki elektronowej na ekranie, której wynik zgadza się z symulacjami [B3].

Omówiona powyżej procedura bondingu wielowarstwowego, wraz z opracowaniem sposobu integracji mikropompy MEMS z MEMS SEM, zostały wykorzystane do wykonania pierwszego modelu miniaturowego skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS (rys. 47).



Rys. 47. Miniaturowy skaningowy mikroskop elektronowy MEMS: a) model bez detektora elektronów transmitowanych [A10]; b) otwarty model w stanowisku do testowania.

W wyniku przedstawionych powyżej prac badawczych, habilitant zaproponował miniaturowe urządzenie wykorzystujące kolumnę elektronooptyczną wykonaną w pełni w technologii MEMS połączoną z jonowo-sorpcyjną, wysokopróżniową pompą MEMS. Dzięki temu możliwa była pełna integracja wszystkich opracowanych elementów mikroskopu elektronowego z układem pompowym, na jednym wielowarstwowym chipie krzemowo-szklanym. Rozwiązanie to jest zatem pierwszym, autonomicznym, miniaturowym, skaningowym mikroskopem elektronowym na świecie, z układem pompowym zapewniającym warunki próżniowe do jego prawidłowego działania, a jego struktura została opatentowana [A18].

Analizując opisane powyżej wyniki prac badawczych mogą określić główne teoretyczne parametry użytkowe modelowego urządzenia (Tabela 1). Najmniejsze pole emisji emitera krzemowego wynosi 100 nm, natomiast zastosowana soczewka elektronowa z kwadratowymi otworami umożliwia zmniejszenie plamki wiązki elektronowej 3,5 razy (tj. do wartości <30 nm). Wykorzystany do sterowania wiązką oktopol charakteryzuje się czułością skanowania około 0,43 $\mu\text{m}/\text{V}$ dla wiązki elektronowej o energii 4 keV i odległości oktopol-próbka 1 mm. Można to przeliczyć na krok skanowania równy 27 nm, stąd oszacowana teoretyczna rozdzielczość projektowanego urządzenia może mieć wartość <50 nm (uwzględniając niecentryczne ułożenie elektrod oraz efekty rozpraszania wiązki elektronowej w membranie).

Tabela. 1. Postulowane parametry użytkowe-miniaturowego mikroskopu elektronowego MEMS.

Parametr	Wartość
Czułość skanowania*	0,43 $\mu\text{m}/\text{V}$
Krok skanowania*	27 nm
Plamka wiązki elektronów**	< 30 nm
Rozdzielczość mikroskopu**	< 50 nm
Waga urządzenia (bez elektroniki)	< 10 g
Objętość urządzenia (bez elektroniki)***	~ 10 cm^3
Czas życia katody****	~ 21 h

* - dla energii wiązki elektronów 4 keV i odległości oktopol-próbka 1 mm.

** - wartości teoretyczne, oszacowane na podstawie uzyskanych wyników cząstkowych.

*** - biorąc pod uwagę zewnętrzne wymiary urządzenia.

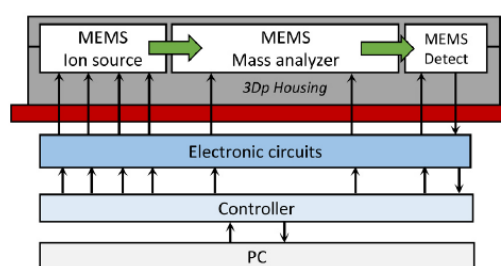
**** - czas życia katody ostrzowej z nanorurkami węglowymi [A9].

Jak widać, spodziewana rozdzielczość MEMS SEM to ~50 nm, co umożliwi zastosowanie takiego urządzenia do szybkiej wizualizacji pyłów, w tym pyłów kosmicznych, np. księżycowego regolitu, czy gleby marsjańskiej. Takie zastosowanie możliwe jest dzięki dodatkowym cechom MEMS SEM, tj. urządzenie ma niewielkie rozmiary, jest bardzo lekkie i wytrzymałe mechanicznie oraz pobiera bardzo mało energii.

W ramach dalszych prac badawczych nad realizacją MEMS SEM planowany jest rozwój elementów składowych mikroskopu, w celu osiągnięcia postulowanej rozdzielczości oraz realizacji w pełni szczelnego modelu urządzenia. Niemniej, opracowana w trakcie badań struktura kolumny elektronooptycznej, sprzężonej z mikropompą próżniową MEMS jest wykorzystywana w budowie innych mikrosystemów wysokopróżniowych wykorzystujących wiązki elektronów i/lub jonów.

Źródło jonów do miniaturowego spektrometru mas.

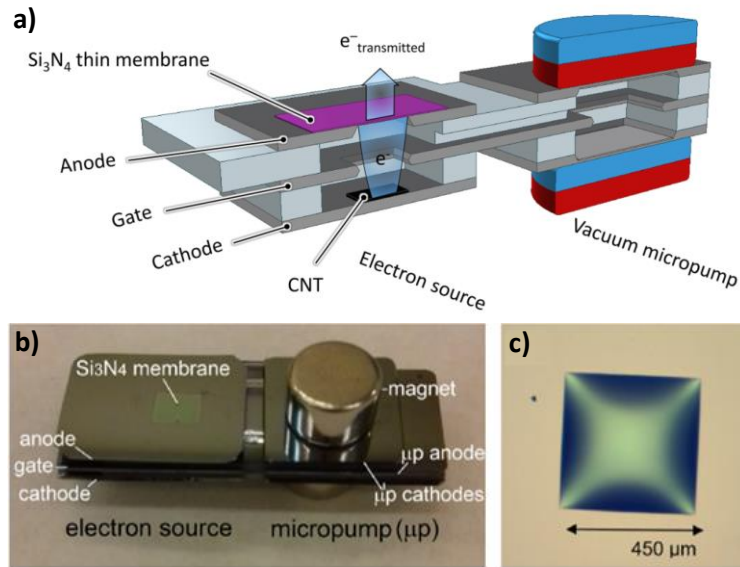
Jednym z takich urządzeń jest miniaturowy spektrometr mas [U83], który realizowany jest w ramach grantu Europejskiej Agencji Kosmicznej⁸. Według założeń projektu, elementy składowe spektrometru, tj. źródło jonów, filtr jonów i detektor, mają być zrealizowane w technologii MEMS i zintegrowane we wspólnej obudowie (rys. 48). Urządzenie ma być wykorzystywane w badaniach atmosfery Mars, bądź innych ciał niebieskich w przyszłych misjach kosmicznych agencji ESA. Jest to pierwsze tego typu urządzenie w świecie.



Rys. 48. Schemat miniaturowego MEMS-owego kwadrupolowego spektrometru mas [U83].

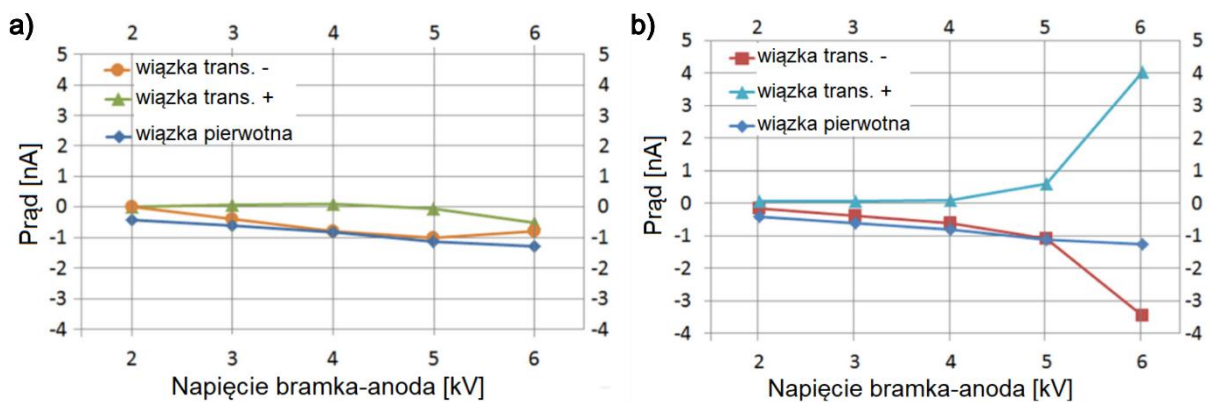
W ramach prac badawczych nad miniaturowym spektrometrem mas [A3], zaprojektowałem układ umożliwiający jonizację próbki wewnątrz zamkniętego mikrosystemu. Zaproponowałem zastosowanie elektronooptycznej jonizacji za pomocą źródła elektronów składającego się z katody polowej CNT, elektrody ekstrakcyjnej (bramki) i anody zaopatrzonej w ciekłą membranę z azotku krzemu. Układ taki połączony z mikropompą próżniową (rys. 49), przez generację wiązki elektronów w swoim wnętrzu, dostarczanej następnie do wnętrza mikrospektrometru przez ciekłą membranę, mógł być wykorzystany do jonizacji badanej atmosfery [A6, B8].

⁸ ESA grant nr 4000138011/22/NL/KM, kierownik projektu: dr hab. inż. Tomasz Grzebyk, prof. uczelni.



Rys. 49. Źródło elektronów MEMS do jonizacji gazów: a) schemat b) fotografia źródła elektronów połączonego z mikropompą, c) zdjęcie ugiętej membrany w odpompowanej strukturze [A6].

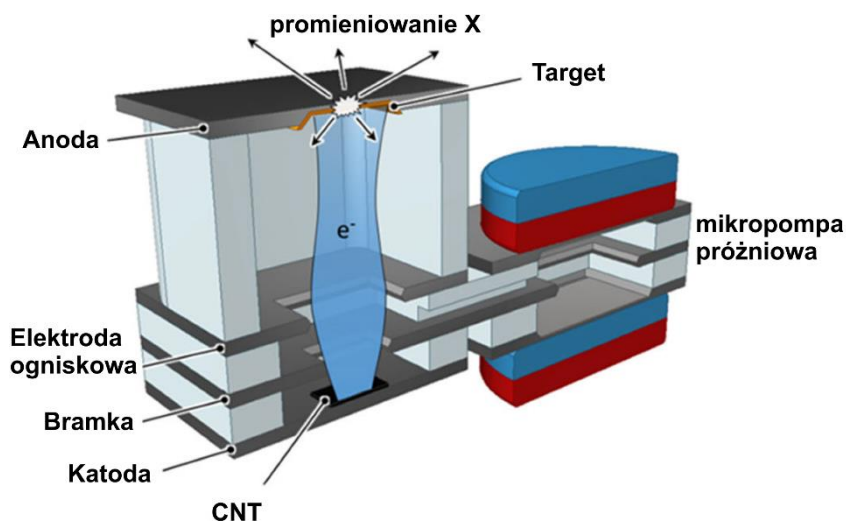
Badania struktur testowych źródeł elektronów potwierdziły możliwość jonizacji gazów. Wyniki skuteczności jonizacji pokazują, że stopień jonizacji gazu zależy od energii wiązki elektronowej (rys. 50) [A6]. Może mieć to związek z tym, że przy wyższej energii wiązki, więcej elektronów przechodzi przez membranę i ma udział w jonizacji. Ale im wyższa energia wiązki tym większe prawdopodobieństwo oddania energii w zderzeniach jonizujących, czyli możliwość zjonizowania więcej niż jednej cząsteczki gazu, a nawet zapoczątkowania efektu lawinowego. Porównanie wyników pomiarów przeprowadzonych w próżni (rys. 50a) i przy ciśnieniu atmosferycznym (rys. 50b) wykazało wyższe wartości prądów jonowych mierzonych na kolektorach krzemowych, w warunkach wysokiego ciśnienia zwłaszcza dla wiązki o energii powyżej 5 keV [A6]. Dotychczasowe rozwiązania związane wykorzystaniem wiązki elektronowej do jonizacji próbki w spektrometrii mas były skomplikowane technicznie [U26, U27]. Przedstawiony powyżej sposób jonizacji z zastosowaniem membrany z azotku krzemu i dedykowanego źródła elektronów pozwoli na jonizację preparatów w komorze źródła jonów przy dowolnym ciśnieniu pracy, niezależnie od składu próbki.



Rys. 50. Wyniki pomiarów prądów elektronowego (wiązka trans. -) i jonowego (wiązka trans. +) w funkcji energii elektronów: a) w próżni, b) w ciśnieniu atmosferycznym [A6].

Źródło elektronów dla miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego.

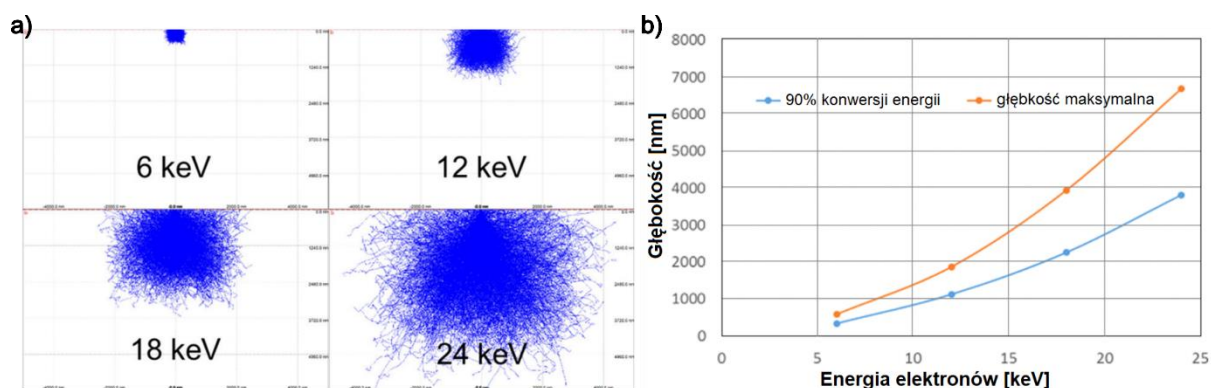
Struktura mikrokolumny podobnej do MEMS SEM jest również wykorzystywana do opracowania miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego⁹ (rys. 51). Źródło to, wykorzystuje opracowane przez habilitanta punktowe źródło elektronów MEMS oraz target w postaci membrany krzemowej z naniesioną warstwą metalu, na którym odbywa się konwersja energii elektronów na promieniowanie rentgenowskie [A14]. Według założeń, będzie to pierwsze źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS z własnym układem pompowym.



Rys. 51. Schemat źródła promieniowania rentgenowskiego MEMS [A16].

W badaniach nad źródłem elektronów, dla opracowywanego źródła promieniowania rentgenowskiego, skupiam się nad rozwojem emiterów polowych MEMS [A13, A17] w celu zwiększenia czasu życia emiterów oraz zmniejszenia średnicy obszaru emisji. W konstrukcji źródła elektronów ważna jest również możliwość uzyskania wysokoenergetycznej wiązki elektronów (~ 20 keV). Realizuję również badania związane z symulacjami rozptyłu elektronów w ciele stałym (rys. 52a) oraz generacji promieniowania rentgenowskiego w różnych materiałach. Wyniki symulacji pozwoliły na wyznaczenie głębokości wnikania wiązki elektronowej w podłoże krzemowe oraz obliczenia głębokości, na której dochodzi do zamiany 90% energii wiązki elektronowej na promieniowanie rentgenowskie (rys. 52b) [A14]. Dane te w połączeniu z obliczeniami tłumienia promieniowania rentgenowskiego w krzemie pozwoliły na określenie optymalnej grubości membrany krzemowej jako nośnika targetu [A16]. Wyniki te pozwoliły również na wstępny wybór materiału targetu oraz ułatwiły analizę wyników eksperymentalnych uzyskanych podczas pomiarów [A16, A20].

⁹ Źródło finansowania NCN no. 2021/41/B/ST7/01615, kierownik projektu: dr hab. inż. Tomasz Grzebyk, prof. uczelni.



Rys. 52. Wyniki symulacji (program CASINO) głębokości wnikania elektronów w krzem: a) tory elektronów w krzemie dla różnych energii wiązki, b) głębokość wnikania elektronów w materiał w zależności od ich energii [A16].

Prace nad rozwojem źródeł promieniowania rentgenowskiego prowadzone są w wielu ośrodkach naukowych. Znane są również miniaturowe rozwiązania źródeł rentgenowskich [U21–U23]. Niemniej nie zrealizowano jeszcze nigdy źródła rentgenowskiego całkowicie w technologii MEMS. Przedstawione badania są pierwszym tego typu projektem. Badania prowadzone przez habilitanta, dotyczące opracowania źródła elektronów MEMS są wkładem do realizacji projektu. Wykonanie źródła promieniowania rentgenowskiego w technologii MEMS otwiera możliwości jego integracji z układami mikrofluidycznymi, w których hoduje się, np. bakterie, komórki rakowe, tkanki, a przez to badania wpływu promieniowania rentgenowskiego na te preparaty, np. w terapii antyrakowej [U84–U86].

4.8 Podsumowanie

Nad miniaturyzacją skaningowego mikroskopu elektronowego naukowcy na świecie pracują od roku 1985, wykorzystując techniki mechaniki precyzyjnej i mikroelektroniki. W tym czasie powstało wiele miniaturowych kolumn elektronooptycznych lub jej elementów [U13–U16, U19, U20, U63, U64]. Jednakże, według najlepszej wiedzy habilitanta, w chwili podjęcia wysiłku naukowego opisanego w niniejszym autoreferacie, nie powstał autonomiczny, w pełni zminiaturyzowany skaningowy mikroskop elektronowy MEMS.

W przedstawionym dorobku naukowym, będącym podstawą przewodu habilitacyjnego, zaprezentowałem cykl tematycznie powiązanych ze sobą artykułów naukowych nad rozwojem miniaturowych urządzeń elektronowiązkowych, które składają się na kolejne etapy opracowania skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS. Tak więc, moim głównym tematem badawczym było opracowanie i przetestowanie elementów miniaturowego skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS, metody ich integracji w jednolity mikroskop MEMS oraz metody generacji i utrzymania wysokiej próżni wewnątrz tego subminiaturowego urządzenia elektronowiązkowego.

Podstawowe osiągnięcia naukowe, uzyskane przeze mnie, o których mowa powyżej, to:

- Opracowanie źródeł elektronów możliwych do integracji w strukturach MEMS. Opracowano kilka wersji źródeł elektronów, m.in. *planarne źródło elektronów*, które charakteryzuje się wysokim prądem emisji oraz jej jednorodnością, jak również długim czasem życia; *punktowe źródło z nanorurkami węglowymi*, które umożliwia emisję elektronów przy niskim napięciu progowym (~500 V) oraz posiada niewielką powierzchnię emisji (~10 μm); *krzemowe, punktowe źródło elektronów*, które charakteryzuje się najmniejszą powierzchnią emisji (~100 nm) oraz dużą stabilnością prądu emisji (dla emiterów wykonanych z krzemu typu p); *zintegrowane źródło elektronów*, które łączy

krzemowy emiter oraz elektrodę ekstrakcyjną na jednym podłożu szklanym, dzięki czemu, obniżono napięcie progowe źródła.

- Opracowanie układu ogniskowania wiązki elektronowej w strukturach MEMS, w formie soczewki elektrostatycznej umożliwiającej skupienie wiązki elektronowej ok. 3,5 krotnie.
- Opracowanie układu komory przedmiotowej w MEMS SEM, w formie cienkiej membrany z azotku krzemu o grubości maksymalnej 100 nm, na której może zostać umieszczony badany preparat. Membrana taka, umożliwia oddzielenie wysokiej próżni od ciśnienia atmosferycznego dzięki swojej wytrzymałości, a jednocześnie umożliwia transmisję wiązki elektronowej do preparatu.
- Opracowanie układów skanowania i obrazowania w MEMS SEM za pomocą krzemowych elektrod, z czego układ skanowania realizowany jest za pomocą krzemowego oktopola, którego czułość skanowania osiągnęła wartość $0,43 \mu\text{m}/\text{V}$ dla energii elektronów 4 keV i odległości oktopol-próbka 1 mm, co w przeliczeniu daje krok skanowania ok. 27 nm, natomiast układ obrazowania składa się z 3 niezależnych detektorów w formie elektrod krzemowych, z których każdy rejestruje inny typ sygnału elektronowego.
- Opracowanie modelu miniaturowego skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS, połączonego z mikropompą próżniową MEMS, za pomocą techniki wielowarstwowego bondingu anodowego.

Cechą wspólną przedstawionych rozwiązań jest wykonanie ich z krzemu i szkła w technice MEMS oraz zastosowanie próżnioszczelnego łączenia tych materiałów metodą bondingu anodowego. W ten sposób możliwe było utworzenie skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS składającego się z ponad 10 warstw krzemowo-szklanych. Jest to, wg najlepszej wiedzy autora, pierwsze tego typu rozwiązanie na świecie.

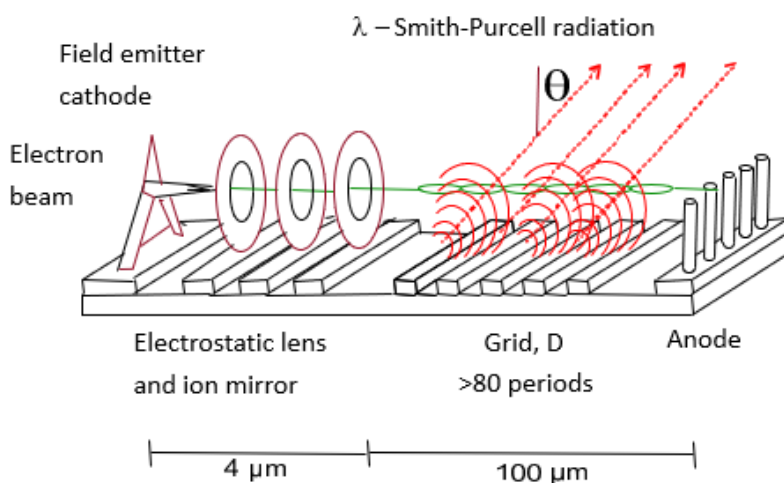
Unikalną cechą omawianego tu mikroskopu MEMS jest to, że został on zintegrowany on-chip z subminiaturową pompą wysokiej próżni MEMS, co zapewniło autonomiczne działanie mikroskopu. Wspomnianą jonowo-sorpcyjną mikropompę próżniową MEMS, dołączono do mikrokolumny elektronooptycznej mikroskopu z boku, za pomocą dwóch podłoży szklanych z wytrawionymi kanałami oraz uszczelniającej je wspólnej dla obu części urządzenia, elektrody krzemowej. Mikropompa próżniowa do swojego działania wymaga zastosowania magnesów stałych generujących pole magnetyczne ok. 0.5 T. Dlatego w ramach prac badawczych nad integracją MEMS SEM zbadano wpływ tego pola na wiązkę elektronową oraz zaproponowano metodę jego eliminacji w strukturze mikrokolumny elektronooptycznej MEMS SEM.

Opisane w niniejszym autoreferacie prace badawcze doprowadziły do wykonania modelu miniaturowego skaningowego mikroskopu elektronowego (rys. 47), który jest pierwszym urządzeniem na świecie integrującym mikrokolumnę elektronooptyczną oraz mikropompę próżniową w jedno, miniaturowe, autonomiczne urządzenie. Prace nad tym rozwiązaniem będą prowadzone nadal, aby osiągnąć postulowane w tabeli 1 parametry użytkowe urządzenia oraz wymaganą szczelność próżniową.

Habilitant, wykorzystując planarne źródło elektronów do generacji wiązki elektronowej, która transmitowana jest przez cienką membranę do atmosfery, opracował również urządzenie do jonizacji elektronowej próbek gazowych. Źródło elektronów powstało jako zamknięta struktura zintegrowana z mikropompą próżniową MEMS i działa w dowolnej atmosferze gazowej, przez co może być wykorzystane, m.in., do opracowania jonizatora, dla miniaturowego spektrometru mas. Podobnie, opracowana przez habilitanta struktura mikrokolumny elektronooptycznej MEMS SEM, stała się punktem wyjścia do zaprojektowania miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego. W projekcie tym, habilitant rozwija źródła elektronów w celu wydłużenia ich czasu pracy i zmniejszenia powierzchni emisji.

Wiązka elektronowa formowana w miniaturowej wyrzutni elektronowej MEMS opracowanej przez habilitanta, może zostać wykorzystana nie tylko do jonizacji gazu, czy generacji promieniowania rentgenowskiego, ale do szerszych badań interakcji elektronów z materią, np. do badań katodoluminescencji dowolnych substancji umieszczonych na membranie, co jest zwłaszcza istotne w przemyśle farmaceutycznym [U87, U88], lub geologii [U89–U92], do badań oddziaływania elektronów z próbkami biologicznymi, czy DNA [A19], co może być podstawą do opracowania nowych terapii medycznych, jak również do badania reakcji chemicznych wspomaganych elektronami [U93, U94]. Dzięki opracowaniu autonomicznej mikrokolumny elektronowej, działającej w powietrzu, prace nad wyżej wymienionymi zagadnieniami mogą być w przyszłości prowadzone „na stole laboratoryjnym”, z wykorzystaniem dedykowanych układów mikrofluidycznych zintegrowanych z opracowaną wyrzutnią. Otwiera to zatem drogę do wielu ciekawych prac badawczych i opracowania unikatowych miniaturowych laboratoriów on-a-chip wykorzystujących wiązkę elektronową.

Dotychczasowe wyniki i doświadczenie w opracowywaniu mikrosystemów umożliwiających formowanie wiązki elektronowej w miniaturowej objętości mogą w przyszłości zaowocować realizacją miniaturowego lasera na wolnych elektronach (FEL – Free Electron Laser). Urządzenie takie, zaproponowane, m.in., przez prof. Hansa Koopsa na konferencji IVNC [U95], mogłoby być wykorzystywane do generacji promieniowania w zakresie THz. Według koncepcji przedstawionej na rysunku 53, laser ten zawierać powinien źródło elektronów, układ formowania wiązki, strukturę periodyczną, w której w wyniku efektu Smitha-Purcella generowane jest promieniowanie THz.



Rys. 53. Schemat lasera na wolnych elektronach zaproponowany przez Hansa W.P. Koopsa (rysunek oryginalny).

Wiele ośrodków na świecie pracuje nad tym zagadnieniem i dotychczas udało się doświadczalnie udowodnić przedstawioną powyżej koncepcję [U96]. Jednak wytworzone emitery działają jedynie wewnątrz odpowiednio przystosowanych transmisyjnych mikroskopach elektronowych. W literaturze można znaleźć przedstawione schematycznie kompaktowe układy laserów na wolnych elektronach [U97, U98], jednak dotychczas nie powstał żaden działający miniaturowy układ. Opracowanie miniaturowych źródeł światła o częstotliwości dziesiątek i więcej THz, według doniesień literaturowych, mogłoby doprowadzić do pełnej integracji układów elektronicznych z optycznymi, doprowadzić do rozwoju telekomunikacji i techniki sensorowej, a w przyszłości do opracowania miniaturowych układów kwantowych wykorzystywanych w budowie komputera kwantowego.

4.9 Spis literatury.

Publikacje powiązane tematycznie z cyklem, nie będące podstawą postępowania habilitacyjnego

- B1. **M. Krysztof**, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Miniature electron microscope – concept and technology capabilities, *Przegląd Elektrotechniczny* 90 (2014) 116-119,
- B2. **M. Krysztof**, T. Grzebyk, P. Szyszka, K. Laszczyk, A. Górecka Drzazga, J. Dziuban, Technology and properties of thin membrane-anode for MEMS transmission electron microscope, *Technical Digest of 30th International Vacuum Nanoelectronics Conference IVNC 2017: 10-14 July 2017*, Regensburg, Niemcy, 190-191.
- B3. T. Grzebyk, P. Szyszka, **M. Krysztof**, A. Górecka Drzazga, J. Dziuban, Influence of a magnetic field on trajectories of electrons in MEMS transmission electron microscope, *Technical Digest of 30th International Vacuum Nanoelectronics Conference IVNC 2017: 10-14 July 2017*, Regensburg, Germany, 188-189.
- B4. **M. Krysztof**, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Preliminary imaging in miniature MEMS electron microscope, *Technical Digest of 31th International Vacuum Nanoelectronics Conference IVNC 2018: 9-13 July 2018*, Kyoto, Japan, 228-229.
- B5. K. Laszczyk, **M. Krysztof**, J. Dziuban, A. Górecka-Drzazga, The stable and long lifetime planar field emission cathode made of a CNT ink, *Technical Digest of 31th International Vacuum Nanoelectronics Conference IVNC 2018: 9-13 July 2018*, Kyoto, Japan, 178-179.
- B6. **M. Krysztof**, T. Grzebyk, P. Szyszka, K. Laszczyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Electron transparent anode for MEMS transmission electron microscope, *IEEE Proceedings of the XV International Scientific Conference on Optoelectronic and Electronic Sensors (COE) 2018*, 18-20.06.2018 Warsaw, Poland.
- B7. K. Laszczyk, **M. Krysztof**, T. Grzebyk, P. Szyszka, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, From a microtip to a planar cathode - an electron source with a simplified technology, *IEEE Proceedings of the XV International Scientific Conference on Optoelectronic and Electronic Sensors (COE) 2018*, 18-20.06.2018 Warsaw, Poland,
- B8. T. Grzebyk, P. Szyszka, **M. Krysztof**, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, MEMS ion source for ion mobility spectrometry, *Technical Digest of 31th International Vacuum Nanoelectronics Conference IVNC 2018: 9-13 July 2018*, Kyoto, Japan, 74-75.
- B9. **M. Krysztof**, P. Miera, P. Urbański, T. Grzebyk, Integrated silicon electron source for High Vacuum MEMS devices. *Technical Digest of 36th International Vacuum Nanoelectronics Conference, IVNC 2023: 10-13 July 2023*, Cambridge MA, USA, 210-212.
- B10. **M. Krysztof**, M. Białas, T. Grzebyk, Imaging using MEMS electron microscope, *Technical Digest of 36th International Vacuum Nanoelectronics Conference, IVNC 2023: 10-13 July 2023*, Cambridge MA, USA, 32-34.

Literatura uzupełniająca

- U1. B. Padha, et al. Recent developments in wearable NEMS/MEMS-based smart infrared sensors for healthcare applications, *ACS Applied Electronic Materials* 5.10 (2023) s. 5386-5411.
- U2. J. Bryzek, Roadmap to a \$ trillion MEMS market, 10th annual MEMS technology symposium, May 23, 2012, San Jose, CA, USA, Vol. 23 (2012).
- U3. J.-C. Eloy, E. Mounier, Status of the MEMS industry, *MEMS/MOEMS Components and Their Applications II*. Vol. 5717. SPIE (2005) pp. 43-49.
- U4. W. H. Ko, Trends and frontiers of MEMS, *Sensors and Actuators A: Physical*, 136.1 (2007) pp. 62-67.
- U5. B. Bae, et al., MEMS Preconcentrator and gas chromatograph chips for the spacecraft atmosphere monitor, 21st International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (Transducers), 20-24 June 2021 (online) IEEE (2021) pp. 58-61.

- U6. I. Lara-Ibeas, A. R. Cuevas, S. Le Calvé, Recent developments and trends in miniaturized gas preconcentrators for portable gas chromatography systems: A review, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 346 (2021) 130449.
- U7. J. Dziuban, et al., Portable gas chromatograph with integrated components, *Sensors and Actuators A: Physical*, 115.2-3 (2004) pp. 318-330.
- U8. D. Figeys, D. Pinto, Lab-on-a-chip: a revolution in biological and medical sciences, *Analytical Chemistry* (2000) pp. 330-335.
- U9. P. S. Dittrich, A. Manz, Lab-on-a-chip: microfluidics in drug discovery, *Nature reviews Drug discovery* 5.3 (2006) pp. 210-218.
- U10. A. Podwin, W. Kubicki, J. Dziuban, Lab-on-a-chip jako uniwersalne narzędzie do hodowli i badań potencjału biologicznego mikroorganizmów, *Elektronika: konstrukcje, technologie, zastosowania*, 57.10 (2016) pp. 85-88.
- U11. W. Kubicki, R. Walczak, J. Dziuban, Injection, separation and fluorimetric detection of DNA in glass lab-on-a-chip for capillary gel electrophoresis, *Optica Applicata* 41.2 (2011) pp. 409-416.
- U12. S. L. Marasso, et al., A multilevel Lab on chip platform for DNA analysis, *Biomedical Microdevices*, 13.1 (2011) pp. 19-27.
- U13. I. Honjo, et al., Miniature electron beam column with a silicon micro field emitter, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 15 (1997) pp. 2742-2748.
- U14. H.S. Kim, et al., The assembly of a fully functional microcolumn and its STEM Mode operation, *Journal of the Korean Physical Society*, 43 (5) (2003) pp. 831-835.
- U15. R. Saini, Z. Jandric, K. Tsui, T. Udeshi, D. Tuggle, Manufacturable MEMS microcolumn, *Microelectronic Engineering*, 78-79 (2005) pp. 62-72.
- U16. H. Weigand, et al., Microcolumn design for a large scan field and pixel number, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 27 (6) (2009) pp. 2542-2546.
- U17. Y. Neo et al., Electron Optical Properties of Microcolumn with Field Emitter, *Japanese Journal of Applied Physics*, 52 (2013) 036603-1-036603-5.
- U18. Y. Cheng, O. Zhou, Electron field emission from carbon nanotubes, *C. R. Physique* 4 (2003) pp. 1021-1033.
- U19. M. G. R. Thomson, The electrostatic moving objective lens and optimized deflection systems for microcolumns, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 14 (1996) 3802.
- U20. H. Kim, C. Han, K. Chun, The Novel Deflector for Multi Arrayed Microcolumn Using Microelectromechanical System (MEMS) Technology, *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol. 42 (2003) pp. 4084-4088.
- U21. S. Choi, J.-W. Jeong, J.-T. Kang, J.-W. Kim, Y.-H. Song, Smart X-ray tube based on CNT emitters for stationary tomosynthesis examination system, *Technical Digest of the 24th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC)*, 18-22 July 2011, Wuppertal, Germany (2011) pp. 234-235.
- U22. S. H. Heo, H. J. Kim, J. M. Ha, S. O. Cho, A vacuum-sealed miniature X-ray tube based on carbon nanotube field emitters, *Nanoscale Research Letters*, vol. 7 (2012) p. 258(1-5).
- U23. J.-W. Jeong, J.-W. Kim, J.-T. Kang, S. Choi, S. Ahn, Y.-H. Song, A vacuum-sealed compact X-ray tube based on focused carbon nanotube field-emission electrons, *Nanotechnology*, vol. 24, no. 8 (2013) pp. 085201-1-085201-8.
- U24. E. Wapelhorst, J. P. Hauschild, J. Müller, Complex MEMS: a fully integrated TOF micro mass spectrometer, *Sensors Actuators A: Physical*, vol. 138, no. 1 (2007) pp. 22-27.
- U25. F. Gunzer, A. Ulrich, W. Baether, A novel non-radioactive electron source for ion mobility spectrometry, *International Journal for Ion Mobility Spectrometry*, 13 (2010) pp. 9-16.

- U26. P. Cochems, J. Langejuergen, A. Heptner, S. Zimmermann, Towards a miniaturized non-radioactive electron emitter with proximity focusing, *International Journal for Ion Mobility Spectrometry*, 15 (2012) pp. 223-229.
- U27. F. Gunzer, S. Zimmermann, W. Baether, Application of a Nonradioactive Pulsed Electron Source for Ion Mobility Spectrometry, *Analytical Chemistry*, 82 (2010) pp. 3756-3763.
- U28. J.-Y. Park, J. D. Lera, H. J. Choi, G. H. Buh, C. J. Kang, J. H. Jung, S. S. Choi, D. Jeon, Y. Kuk, Fabrication of multiple microcolumn array combined with field emission array, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 15 (1997) pp. 2749-2753.
- U29. L. P. Muray, J. P. Spallas, C. Stebler, K. Lee, M. Mankos, Y. Hsu, M. Gmur, T. H. P. Chang, Advances in arrayed microcolumn lithography, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 18 (2000) pp. 3099-3104.
- U30. T.H.P. Chang, M. Mankos, K. Y. Lee, L. P. Muray, Multiple electron-beam lithography, *Microelectronic Engineering* 57–58 (2001) pp. 117–135.
- U31. H. Kim, C. Han, J. Kim, H. Kim, K. Chun, Full MEMS monolithic microcolumn for wafer-level arrayal, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 22 (2004) pp. 2912-2916.
- U32. R. Saini, Z. Jandric, J. Gammell, S.A.M. Mentink, D. Tuggle, Manufacturable MEMS miniSEMs, *Microelectronic Engineering* 83 (2006) pp. 1376–1381.
- U33. M. Miyoshi, K. Okumura, S. Awata, Y. Okada, T. Maeda, H. Yamaguchi, S. Amano, Miniaturized finger-size electron-beam column with ceramic-type lenses for scanning electron microscopy, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 22 (2004) pp. 3528-3533.
- U34. L. Muray, J. Spallas, C. Silver, S. Indermuehle, N. Ferralis, C. Carraro, R. Maboudian, Resolving sub-nm steps with a low-voltage miniature scanning electron microscope, *Microelectronic Engineering* 86 (2009) pp. 1004–1008.
- U35. T.-S. Oh, H.-S. Kim, S. Ahn, D.-W. Kim, Design of an ultra-miniaturized electron optical microcolumn with sub-5 nm very high resolution, *Ultramicroscopy*, 136 (2014) pp. 171–175.
- U36. J. Spallas, D. Meisburger, K. Werder, L. Muray, High-brightness miniature column for high-speed multicolumn wafer inspection, *J Journal of Vacuum Science and Technology B*, 33 (2015) 06FN03.
- U37. S. K. Kanth, A. Sharma, B. C. Park, H. S. Kim, Multiwalled carbon nanotube field emitter as an electron source for a microcolumn, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 34 (2016) 011805.
- U38. A. C. Zonneville, C. Th. H. Heerkens, C. W. Hagen, P. Kruit, Multi-electron-beam deflector array, *Microelectronic Engineering*, 123 (2014) pp. 140–148.
- U39. A. Górecka-Drzazga, Mikro- i nanoemitery polowe, *Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej*, Wrocław 2008.
- U40. W.-T. Chang, et al., Method of electrochemical etching of tungsten tips with controllable profiles, *Review of Scientific Instruments*, 83 (2012) 083704.
- U41. C. A. Spindt, et al., Physical properties of thin-film field emission cathodes with molybdenum cones, *Journal of Applied Physics*, 47 (12) (1976) pp. 5248-5263.
- U42. D. P. Burt, et al., A simple method for high yield fabrication of sharp silicon tips, *Microelectronic Engineering*, 85 (2008) pp. 625-630.
- U43. T. Bin, K. Sato, M. A. Gosálvez, Sharp silicon tips with different aspect ratios in wet etching/DRIE and surfactant-modified TMAH etching, *Sensors and Actuators A: Physical*, 188 (2012) pp. 220-229.
- U44. A. V. Eletsii, Carbon nanotube-based electron field emitters, *Physics-Uspekhi*, 53.9 (2010) 863.

- U45. G. Zhao, J. Zhang, Q. Zhang, H. Zhang, O. Zhou, L.-C. Qin, J. Tang, Fabrication and characterization of single carbon nanotube emitters as point electron sources, *Applied Physics Letters*, 89 (2006) 193113.
- U46. Y.A. Zhang, C.X. Wu, J.Y. Lin, Z.X. Lin, T.L. Guo, An improved planar-gate triode with CNTs field emitters by electrophoretic deposition, *Applied Surface Science*, 257 (2011) pp. 3259–3264.
- U47. H. Murakami, M. Hirakawa, C. Tanaka, H. Yamakawa, Field emission from well-aligned, patterned, carbon nanotube emitters, *Applied Physics Letters*, 76 (2000) pp. 1776–1778.
- U48. B. Cichy, W. Stręk, J. Dziuban, A. Górecka-Drzazga, Application of multiwall carbon nanotubes to microfluidic systems, *Materials Science-Poland*, Vol. 26, No. 1 (2008) pp. 127-134.
- U49. L. Wang, Y. Chen, T. Chen, W. Que, Z. Sun, Optimization of field emission properties of carbon nanotubes cathodes by electrophoretic deposition, *Materials Letters*, 61 (2007) pp. 1265–1269.
- U50. Y. Qin, M. Hu, Field emission properties of electrophoretic deposition carbon nanotubes film, *Applied Surface Science*, 255 (2009) pp. 7618–7622.
- U51. L. Wei, X. Zhang, B. Wang, C. Lou, Z. Zhu, Z. Zhao, L. Chi, H. Kai, A Stable Field-Emission Light Source With ZnO Nanoemitters, *IEEE Electron Device Letters*, 29, No. 5 (2008) pp. 452-455.
- U52. K. A. Dean, T. P. Burgin, B. R. Chalamala, Evaporation of carbon nanotubes during electron field emission, *Applied Physics Letters*, 79 (2001) pp. 1873–1875.
- U53. J.-M. Bonard, C. Klinke, K. A. Dean, B. F. Coll, Degradation and failure of carbon nanotube field emitters, *Physical Review B*, 67 (2003) 115406.
- U54. B. Cichy, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Miniature field emission light sources for bio-chips, *Journal of Physics: Conference Series*, 146 (2009) 012021.
- U55. A. G. Chakhovskoi, C. E. Hunt, G. Forsberg, T. Nilsson, P. Persson, Reticulated vitreous carbon field emission cathodes for light source applications, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 21 (2003) pp. 571–575.
- U56. J. Dziuban, *Technologia i zastosowanie mikromechanicznych struktur krzemowych i krzemowo-szklanych w technice mikrosystemów*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2004.
- U57. I. Zubel, *Kształtowanie struktur przestrzennych w krzemie metodą trawienia anizotropowego do zastosowań w mikroelektronice*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2004.
- U58. N. de Jonge, Y. Lamy, K. Schoots, T.H. Oosterkamp, High brightness electron beam from a multi-walled carbon nanotube, *Nature*, 420(6914) (2002) pp. 393-395.
- U59. H. Suga, H. Abe, M. Tanaka, T. Shimizu, T. Ohno, Y. Nishioka, H. Tokumoto, Stable multiwalled carbon nanotube electron emitter operating in low vacuum, *Surface and Interface Analysis*, 38(12-13) (2006) pp. 1763-1767.
- U60. D. Li, G. Myneni, C. Dong, Characteristic performances of carbon nanotube field emission cathode, *Proceedings of 2015 IEEE International Vacuum Electronics Conference (IVEC) 27-29 April 2015, Beijing, China, IEEE (2015)*.
- U61. C. Langer, et al., Silicon chip field emission electron source fabricated by laser micromachining, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 38, (2020), 013202.
- U62. C. Prommesberger, C. Langer, R. Ławrowski, R. Schreiner, Investigations on the long-term performance of gated p-type silicon tip arrays with reproducible and stable field emission behavior, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 35 (2017) 012201.
- U63. M. Despont, U. Staufera, C. Steblera, R. Germann, P. Vettigera, Microfabrication of Lenses for a Miniaturized Electron Column, *Microelectronic Engineering* 27 (1995) pp. 467-470.
- U64. E. Steinwand, J.-N. Longchamp, H.-W. Fink, Fabrication and characterization of low aberration micrometer-sized electron lenses, *Ultramicroscopy*, 110 (2010) pp. 1148–1153.

- U65. F. Haase, et al., Electron permeable membranes for MEMS electron sources, *Sensors and Actuators A*, 132 (2006) pp. 98–103
- U66. W. Cho, T. Ono, M. Esashi, Proximity electron lithography using permeable electron windows, *Applied Physics Letters*, 91 (2007) 044104.
- U67. F. Santagata, et al., Single wafer surface micromachined field emission electron source, *Proceedings of 22nd International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, 25-29 January 2009, Sorrento, Italy, IEEE (2009) pp. 848-851.
- U68. H. Nishiyama, et al., Reprint of: atmospheric scanning electron microscope observes cells and tissues in open medium through silicon nitride film, *Journal of Structural Biology*, 172 (2010) pp. 191–202.
- U69. K.L. Liu, et al., Novel microchip for in situ TEM imaging of living organisms and bio-reactions in aqueous conditions, *Lab Chip*, 8 (2008) pp. 1915–1921.
- U70. N. de Jonge, F. M. Ross, Electron microscopy of specimens in liquid, *Nature Nanotechnology*, 6 (2011) pp. 695–704.
- U71. N. de Jonge, D. B. Peckys, G. J. Kremers, D. W. Piston, Electron microscopy of whole cells in liquid with nanometer resolution, *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 106 (2009) pp. 2159-2164.
- U72. D. B. Peckys, G. M. Veith, D. C. Joy, N. de Jonge, Nanoscale imaging of whole cells using a liquid enclosure and a scanning transmission electron microscope, *PLoS One*, 4 (2009) e8214.
- U73. J. F. Creemer, et al., A MEMS reactor for atomic-scale microscopy of nanomaterials under industrially relevant conditions, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 19, 2 (2010) pp. 254-264.
- U74. M. Białas, *Metodyka i układy sterowania wiązkami cząstek naładowanych w mikrosystemach MEMS*, Praca doktorska, Politechnika Wroclawska 2023.
- U75. L. Reimer, *Scanning Electron Microscopy. Physics of Image Formation and Microanalysis*, 2nd edition, Springer, Berlin, 2010.
- U76. E. Kratschmer, H. S. Kim, M. G. R. Thomson, K. Y. Lee, S. A. Rishton, M. L. Yu, T. H. P. Chang, An electronbeam microcolumn with improved resolution, beam current, and stability, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 13 (1995) pp. 2498-2503.
- U77. W. Liu, T. Ambe, R. F. Pease, Microobjective lens with compact secondary electron detector for miniature low voltage electron beam systems, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 14, (1996) pp. 3738-3741.
- U78. C. S. Silver, J. P. Spallas, L. P. Muray, Silicon photodiodes for low-voltage electron detection in scanning electron microscopy and electron beam lithography, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 24 (2006) pp. 2951-2955.
- U79. K. Kumagai, T. Sekiguchi, Sharing of secondary electrons by in-lens and out-lens detector in low-voltage scanning electron microscope equipped with immersion lens, *Ultramicroscopy*, 109 (2009) pp. 368–372.
- U80. B. J. Griffin, A comparison of conventional everhart-thornley style and in-lens secondary electron detectors – a further variable in scanning electron microscopy, *Scanning*, 33 (2011) pp. 162–173.
- U81. J. Dziuban, *Bonding in Microsystem Technology*, Advanced Microelectronics series, Springer 2006, The Netherlands.
- U82. T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Glow-discharge ion-sorption micropump for vacuum MEMS, *Sensors and Actuators A: Physical*, 208 (2014) pp. 113-119.

- U83. P. Szyszka, et al., MEMS quadrupole mass spectrometer, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 411 (2024) 135712.
- U84. L. Zhang, et al., Nanotube x-ray for cancer therapy: a compact microbeam radiation therapy system for brain tumor treatment, *Expert review of anticancer therapy*, 14.12 (2014) pp. 1411-1418.
- U85. Z. B. Starkewolf, et al. X-ray triggered release of doxorubicin from nanoparticle drug carriers for cancer therapy, *Chemical communications*, 49.25 (2013) pp. 2545-2547.
- U86. M. Jiang, et al., A soft X-ray activated lanthanide scintillator for controllable NO release and gas-sensitized cancer therapy, *Nanoscale Horizons*, 5.2 (2020) pp. 268-273.
- U87. G. Nichols, Applications of cathodoluminescence spectroscopy and imaging in the characterisation of pharmaceutical materials, *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 45, 1–2, (2012) pp. 19-42.
- U88. D. Kristt, A. Nyska, The wet tissue SEM—a new technology with applications in drug development and safety, *Journal of toxicologic pathology*, 20(1) (2007) pp. 1-11.
- U89. P. C. Hackley, R. J. McAleer, A. M. Jubb, et al., Cathodoluminescence differentiates sedimentary organic matter types, *Scientific Reports*, 14 (2024) 5969.
- U90. S. N. Frelinger, et al., Scanning electron microscopy cathodoluminescence of quartz: Principles, techniques and applications in ore geology, *Ore Geology Reviews*, 65 (2015) pp. 840-852.
- U91. J. Götze, Application of Cathodoluminescence Microscopy and Spectroscopy in Geosciences, *Microscopy and Microanalysis*, 18 (6) (2012) pp. 1270–1284.
- U92. J.-M. Baele, S. Decrée, B. Rusk, Cathodoluminescence applied to ore geology and exploration, *Ore deposits: Origin, exploration, and exploitation* (2019) pp. 131-161.
- U93. I. G. Gonzalez-Martinez, et al., Electron-beam induced synthesis of nanostructures: a review, *Nanoscale* 8.22 (2016) pp. 11340-11362.
- U94. J. H. Park, et al., Control of electron beam-induced Au nanocrystal growth kinetics through solution chemistry, *Nano letters*, 15.8 (2015) pp. 5314-5320.
- U95. H. W. P. Koops, S. Al Daffaie, H. L. Hartnagel, A. Rudzinski, Development of a Miniaturized Dynatron THz-Oscillator with a FEBIP System, *Technical Digest of 25th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC) 9-13 July 2012, Jeju, Korea (South), IEEE* (2012).
- U96. D. Zhang, Y. Zeng, Y. Tian, R. Li, Coherent free-electron light sources, *Photonics Insights*, 2(3) (2023) R07-R07.
- U97. C. Roques-Carmes, et al., Towards integrated tunable all-silicon free-electron light sources, *Nature communications*, 10(1) (2019) 3176.
- U98. Y. C. Huang, L. H. Peng, H. Shirvani, W. C. Chen, K. Muthuramalingam, W. C. Wang, A. Szczepkowicz, Single-electron nano-chip free-electron laser, *APL Photonics*, 7(9) (2022) 096101.

5. Informacja o wykazywaniu się istotną aktywnością naukową albo artystyczną realizowaną w więcej niż jednej uczelni, instytucji naukowej lub instytucji kultury, w szczególności zagranicznej

1. Współpraca naukowa z grupą profesora Ruperta Schreiner z Ostbayerische Technische Hochschule (OTH), Regensburg, Niemcy. W ramach współpracy:

- realizacja wspólnych badań nad krzemowymi emiterami polowymi, wyniki prac zostały przedstawione na konferencji PowerMEMS 2022, Salt Lake City, Utah, USA, 12 - 15 grudnia 2022 [A13] oraz w publikacji w czasopiśmie z listy filadelfijskiej Journal of Vacuum Science and Technology B [A17].
- pobyt naukowy w OTH (29.04-05.05.2023), wygłoszenie wykładu zaproszonego pt. "Vacuum generation in MEMS and High vacuum MEMS devices for the realization of miniaturized electron microscopes, X-ray guns and mass spectrometers." w ramach cyklu wykładów dla studentów i doktorantów OTH w Regensburgu, udział w pracach technologicznych i pomiarowych nowych emiterów krzemowych.
- pobyt naukowy w OTH (17-24 września 2023), wygłoszenie referatu dla uczestników pierwszej bawarsko-czesko-polskiej szkoły letniej, pt. „MEMS high vacuum micropumps and where to use them”, udział w pracach technologicznych i pomiarowych nowych emiterów krzemowych.
- współorganizacja pierwszej bawarsko-czesko-polskiej szkoły letniej na temat nanoelektroniki próżniowej, współautorstwo wniosku o dofinansowanie zgłoszonego do organizacji BAYHOST (Bavarian University Centre for Central, Eastern and South-Eastern Europe).
- współautorstwo i złożenie wniosku grantowego w ramach międzynarodowego projektu Weave Unisono (w polskiej edycji OPUS LAP) na projekt badawczy pt. „Mikromechaniczny czujnik gazów bazujący na pomiarze ruchliwości elektronów”.
- współautorstwo i złożenie wniosku grantowego w ramach międzynarodowego projektu Weave Unisono pt. „Integrated field emission electron source analysis - INFASCOPE”.

2. Współdziałanie naukowe z doc. Ing. Alexandr Knápek, Ph.D. z Institute of Scientific Instruments, The Czech Academy of Science, Brno, Czechy. W ramach współdziałania:

- wizyta naukowa w ISI (19-20.10.2022), udział w spotkaniu brokerskim w Brnie, Czechy, na którym dyskutowano możliwość wspólnego projektu Europejskiego w konsorcjum składającym się z Politechniki Wrocławskiej, ISI Brno, OTH Regensburg, KETEK GmbH, TESCANA Brno s.r.o., NenoVision s.r.o.
- współautorstwo i złożenie wniosku grantowego w ramach międzynarodowego projektu Weave Unisono pt. „Integrated field emission electron source analysis - INFASCOPE”.

3. Współdziałanie naukowe z Prof. Frances M. Ross z Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, USA. W ramach współdziałania:

- autorstwo i zgłoszenie projektu pt. "A microfluidic sample chamber for a miniature MEMS electron microscope" do stypendium Fulbright STEM Impact Award.
- wizyta naukowa w MIT (11.07.2023) w laboratorium Prof. Frances M. Ross.

6. Informacja o osiągnięciach dydaktycznych, organizacyjnych oraz popularyzujących naukę lub sztukę

6.1 Osiągnięcia dydaktyczne

Od października 2010 zostałem zatrudniony na stanowisku asystenta, a od lutego 2013 na stanowisku adiunkta naukowo-dydaktycznego. W tym czasie prowadziłem wiele różnych kursów dydaktycznych, m.in.:

- Optoelektronika obrazowa – wykład i laboratorium
- Projektowanie układów VLSI – laboratorium
- Algorytmy neuronowe i rozmyte – laboratorium
- Wprowadzenie do sieci komputerowych – laboratorium
- Elektryczność i magnetyzm – ćwiczenia
- Algorytmy przetwarzania danych – wykład i laboratorium
- Podstawy techniki mikroprocesorowej – laboratorium
- Mikroprocesory i mikrosterowniki – laboratorium
- Komunikacja w mikrokontrolerach – laboratorium
- Zastosowanie technik informatycznych i metod numerycznych w elektronice – projekt
- Mikrosystemy (MEMS) – laboratorium
- Metody przetwarzania sygnałów – wykład i laboratorium

Obecnie jestem opiekunem kursów:

- Optoelektronika obrazowa – w ramach tego kursu opracowałem prezentacje multimedialne ukazujące historię oraz najnowsze rozwiązania w dziedzinie analizy i wyświetlania obrazów oraz przygotowałem 5 ćwiczeń laboratoryjnych z zakresu pomiaru parametrów użytkowych urządzeń wizyjnych.
- Algorytmy przetwarzania danych – w ramach tego kursu prezentuję algorytmy przetwarzania danych za pomocą sztucznych sieci neuronowych, systemów rozmytych oraz algorytmów genetycznych. Wykład uzupełnia laboratorium składające się z 5 ćwiczeń laboratoryjnych.
- Metody przetwarzania sygnałów – w ramach kursu opracowałem nowy cykl wykładów na temat zagadnień przetwarzania sygnałów w elektronice oraz przygotowałem instrukcje do 5 laboratoriów obejmujących praktyczne ćwiczenia związane z analizą i filtrowaniem sygnałów.
- Zastosowanie technik informatycznych i metod numerycznych w elektronice – w ramach kursu nadzoruję pracę nad indywidualnymi, bądź grupowymi projektami studenckimi obejmującymi tematykę wykorzystania narzędzi informatycznych w projektowaniu systemów elektronicznych.

Jestem opiekunem prac inżynierskich i magisterskich. Od 2010 roku byłem promotorem 56 prac inżynierskich oraz 17 prac magisterskich, w tym pięciu realizowanych w języku angielskim.

W ramach działalności dydaktycznej odbyłem wiele szkoleń pozwalających na zwiększenie mojego potencjału dydaktycznego:

- Kurs Dydaktyki Szkoły Wyższej
- Kurs ICT z zakresu przygotowania i prowadzenia e-kursów
- Szkolenie świadomościowe „Politechnika nowych szans”

- Szkolenie pt. „Jak zmienić grupę studentów w efektywnie pracujący zespół projektowy?” w ramach projektu: „Akcja Inspiracja – Doskonałość dydaktyczna uczelni”.

6.2 Osiągnięcia organizacyjne i popularyzujące naukę

1. Członek Rady Wydziału Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki w roku akademickim 2018-2019.

2. Promocja Wydziału i Uczelni:

- Udział w Komitecie organizacyjnym 10lecia Wydziału Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki.
- Udział w organizacji Dolnośląskiego Festiwalu Nauki na Politechnice Wrocławskiej
 - w latach 2014-2019 byłem głównym koordynatorem działań promocyjnych Zakładu Mikroinżynierii i Fotowoltaiki podczas Dolnośląskiego Festiwalu Nauki.
 - pomoc przy organizacji Pikniku Mikroelektronicznego.
- Członek Zespołu ds. Promocji Wydziału w latach 2014-2019. W ramach pracy:
 - organizacja Dni Otwartych Wydziału,
 - organizacja wycieczek edukacyjnych po laboratoriach Wydziału,
 - prezentacja Laboratorium Urządzeń Elektronooptycznych oraz Laboratorium mikrosystemów MEMSlab,
 - przygotowywanie plakatów i ulotek informacyjnych.

3. Wspieranie działalności studenckiej na Wydziale i Uczelni:

- opiekun Koła Naukowego Mikroinżynierii, Mikroelektroniki i Mikrosystemów – M3 (od 2015).
- członek Wydziałowej komisji ds. finansowania działalności studenckiej (w roku akademickim 2021/2022).

4. Udział w organizacji konferencji naukowych:

- Członek komitetu naukowego międzynarodowej konferencji: 37th International Vacuum Nanoelectronics Conference, 15–19 lipca 2024.
- Członek komitetu naukowego konferencji Optoelectronics and Microsystems 2017 International Students and Young Scientists Workshop, 8-10 września 2017, Szklarska Poręba, Polska
- Przewodniczący sesji naukowej na IX Konferencji Naukowej Studentów, 7-9 października 2011, Będlewo, Polska
- Członek personelu obsługi technicznej w trakcie 13. konferencji ELTE i 43. konferencji IMAPS, 4-6 września 2019, Wrocław, Polska
- Członek personelu obsługi technicznej w trakcie 10. konferencji ELTE i 34. Konferencji IMAPS-CPMT, 22-25 września 2010, Wrocław, Polska

7. Inne ważne informacje dotyczące kariery zawodowej

7.1 Członkostwo w towarzystwach naukowych

- Polskie Towarzystwo Techniki Sensorowej,
- American Vacuum Society,

7.2 Opieka naukowa w przewodach doktorskich

Byłem promotorem pomocniczym w pracy doktorskiej, pt. „Metodyka i układy sterowania wiązkami cząstek naładowanych w mikrosystemach MEMS”, dra inż. Marcina Białasa. Praca została obroniona 23.10.2023r.

7.3 *Recenzowanie publikacji naukowych*

Byłem recenzentem 12 artykułów w renomowanych czasopismach naukowych:

- Applied Sciences, MDPI
- Microelectronic Engineering, Elsevier
- Journal of Micromechanics and Microengineering, IOP Science
- Micromachines, MDPI
- Strain, Wiley
- Molecules, MDPI
- Sensors & Actuators: B. Chemical, Elsevier
- Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences

7.4 *Udział w projektach badawczych*

2022 - ...	Projekt OPUS-21 NCN 2021: Punktowe źródło promieniowania rentgenowskiego MEMS, wykonawca
2018 - 2020	Projekt NCBiR w ramach czwartego polsko-singapurskiego konkursu na wspólne projekty badawcze: Chip-scale MEMS micro-spectrometer for monitoring harsh industrial gases, wykonawca
2017 - 2020	Projekt OPUS-11 NCN 2017: Miniaturowy transmisyjny mikroskop elektronowy typu MEMS, główny wykonawca, współautor wniosku
2014 - 2017	Projekt OPUS-5 NCN 2013/09/B/ST7/01602: Wytwarzanie wysokiej próżni w mikro- i nanosystemach, wykonawca
2016 - 2017	Grant Ministerstwa Edukacji i Szkolnictwa Wyższego dla młodych pracowników nauki (PWr, W12, 0402/0187/16 Z12/Z7): Komora obserwacyjna MEMS umożliwiająca obrazowanie preparatów biologicznych w mikroskopie elektronowym, kierownik projektu
2015 - 2016	Grant Ministerstwa Edukacji i Szkolnictwa Wyższego dla młodych pracowników nauki (PWr, W12, B50113 Z12/Z7): Badania właściwości wiązki elektronowej generowanej w mikroskali, kierownik projektu
2014 - 2015	Grant Ministerstwa Edukacji i Szkolnictwa Wyższego dla młodych pracowników nauki (PWr, W12, B40112 Z12/Z7): Skaningowa mikroskopia elektronowa o zmiennym ciśnieniu w biologii i medycynie, kierownik projektu

7.5 *Nagrody i wyróżnienia*

1. Nagroda „Best Poster Award” za najlepszą pracę naukową w sesji posterowej podczas International Vacuum Nanoelectronics Conference 2017, Regensburg, Niemcy, pt. „Miniature mass spectrometer integrated on a chip”,
2. Nagroda „Best Poster Award” za najlepszą pracę naukową w sesji posterowej podczas International Vacuum Nanoelectronics Conference 2017, Regensburg, Niemcy, pt. „Influence of a magnetic field on trajectories of electrons in MEMS transmission electron microscope”,
3. Nagroda „Best Poster Award” za najlepszą pracę naukową w sesji posterowej podczas International Vacuum Nanoelectronics Conference 2017, Regensburg, Niemcy, pt. „Technology and properties of thin membrane-anode for MEMS transmission electron microscope”,

4. Nagroda „Best Poster Award” za najlepszą pracę naukową w sesji posterowej podczas International Vacuum Nanoelectronics Conference 2015, Guangzhou, Chiny, pt. „Electron beam forming in MEMS-type electron gun”,
5. Drugie miejsce w konkursie Secundus Politechniki Wrocławskiej za największą sumę wartości punktowych w publikacjach za rok 2021 (dyscyplina: automatyka, elektronika i elektrotechnika).

.....
Michał Kyzioł

(podpis wnioskodawcy)