



Politechnika Wroclawska

DYSCYPLINA: Automatyka, Elektronika, Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne

ROZPRAWA DOKTORSKA

Nanometrologia prowadzona operacyjnymi przyrządami MEMS

mgr inż. Bartosz Czesław Pruchnik

Promotor:

prof. dr hab. inż. Teodor Paweł Gotszalk

Słowa kluczowe: MEMS, nanometrologia, nanotechnologia, nanoelektronika próżniowa.

WROCŁAW 2024

Będąc świadomym wagi pomocy, jaką otrzymałem od przyjaciół wokół, pragnę wymienić ich zasługi w serdecznych podziękowaniach. Wymienić pragnę tych, od których się uczyłem: Karolinę Orłowską, Wojciecha Majstrzyka, Krzysztofa Gajewskiego, Macieja Rudka, Piotra Kunickiego, Bartosza Świadkowskiego, Jacka Radojewskiego, Andrzeja Sikorę. Wszystkim innym dziękuję za przyjemność płynącą z pracy. W szczególności zaś:

Dominikowi Badurze za wytrwale poprawianie po mnie elektroniki;

Andrzejowi Sierakowskiemu za niezmiennie wyrozumiałe tłumaczenie, Czemu-To-Nie-Zadziała;

Krzysztofowi Kwoce za szczególne dzielenie entuzjazmu do badań;

Profesorowi Tomaszowi Piaseckiemu za cierpliwe przekazywanie entuzjazmu w rzetelność;

Profesorowi Teodorowi Gotszalkowi za Naukę;

Rodzicom za niewspółczesność.

Małżonce nie umiem należycie podziękować; w zamian dedykuję tę pracę.

Niech znajdzie się tu i nasza córka Ela, pewnego dnia się ucieszy.

Spis treści

Spis akronimów i przyjętych oznaczeń.....	9
1. Metrologiczne pomiary w nanoskali	13
1.1. Informacja	13
1.2. Klasyczny łańcuch porównań.....	13
1.3. Zasada odpowiedniości	14
1.4. Przyrządy operacyjne	15
1.5. Źródła ograniczeń w pomiarach niskowymiarowych.....	16
1.6. Redukcja wzorca długości do nanostruktury.....	18
1.6.1. Wzorce aktywne	20
1.6.2. Elektromechaniczne wzorce wychYLENIA.....	21
1.6.3. Elektromechaniczne mikroprzrządy operacyjne.....	22
1.7. Cel pracy.....	23
2. Projektowanie przyrządów <i>opMEMS</i>	27
2.1. Założenia projektu przyrządów	27
2.2. Metody aktuacji wykorzystywane w przyrządach <i>opMEMS</i>	28
2.2.1. Aktuacja elektromagnetyczna	29
2.2.2. Aktuacja optomechaniczna.....	30
2.2.3. Aktuacja termomechaniczna	31
2.2.4. Aktuacja akustyczna	32
2.2.5. Aktuacja taktylna.....	33
2.2.6. Aktuacja elektrostatyczna.....	33
2.2.7. Aktuacja piezoelektryczna.....	34
2.2.8. Eksperymentalne metody aktuacji.....	34
2.3. Aktuacja w dziedzinie częstotliwości.....	35
2.3.1. Aktuacja zmiennosygnałowa.....	35
2.3.2. Aktuacja stałosygnałowa	36
2.4. Projekt przyrządów <i>opMEMS</i>	37
2.4.1. Topologia rozwiązania	37
2.4.2. Synteza kinematyczna urządzeń.....	38
2.4.3. Realizacja za pomocą belek n-mocowanych	39
2.4.4. Symulacje metodą elementów skończonych	41
2.5. Naprężenia własne.....	43
2.6. Podsumowanie rozdziału.....	45
3. Technologia <i>opMEMS</i>	47
3.1. Technologie MEMS	47
3.2. Wytwarzanie przyrządów <i>opMEMS</i>	49

3.2.1.	Rodzina opMEMS-SOI	49
3.2.2.	Rodzina opMEMS-Si ₃ N ₄	51
3.2.3.	Rodzina opMEMS-kanapka	52
3.2.4.	Pozostałe elementy urządzeń.....	53
3.2.5.	Metody aktuacji <i>opMEMS</i>	53
3.2.6.	Montaż <i>opMEMS</i>	54
3.3.	Metody metrologii przyrządów <i>opMEMS</i>	57
3.3.1.	Użytkowy opis przyrządów	57
3.3.2.	Wibrometria interferometryczna	57
3.3.3.	Analiza szumu termomechanicznego	58
3.3.4.	Przetwornik OBD	60
3.3.5.	Obserwacje SEM i FIB.....	61
3.3.6.	Lab-in-SEM.....	62
3.3.7.	Analiza drgań wymuszonych	64
3.3.8.	Ocena prądów upływu.....	65
3.3.9.	Ocena wytrzymałości elektrycznej.....	67
3.4.	Podsumowanie rozdziału.....	68
4.	Przyrządy NEMS w układach <i>opMEMS</i>	69
4.1.	Technologia NEMS.....	69
4.2.	Nanostruktury	69
4.2.1.	Nanodrutu	70
4.2.2.	Nanokulki	71
4.2.3.	Materiały dwuwymiarowe.....	72
4.3.	Metody umieszczania urządzeń NEMS w obszarze zainteresowania	72
4.3.1.	Transfer stochastyczny	72
4.3.2.	Transfer nanomanipulatorami	73
4.3.3.	Transfer technologiczny	75
4.4.	Wytworzenie struktur NEMS metodami ogniskowanych wiązek elektronów i jonów .	76
4.4.1.	Efekt aureoli	79
4.4.2.	Walory użytkowe zogniskowanej wiązki jonów	80
4.5.	Podsumowanie rozdziału.....	83
5.	Orientacja struktur NEMS w mikroskali	85
5.1.	Przyczyny niezgodności położenia w obszarze zainteresowania	85
5.2.	Zakresy ruchu przyrządów <i>opMEMS</i>	86
5.3.	Metody modyfikacji przyrządów <i>opMEMS</i>	91
5.3.1.	Wytworzenie przyrządu zgodnego w położeniu	91
5.3.2.	Wytworzenie naprężeń za pomocą wiązki elektronów	93

5.3.3.	Wytworzenie naprężeń za pomocą warstwy FBID	94
5.3.4.	Wytworzenie i odpuszczanie naprężeń za pomocą wiązki jonów	96
5.3.5.	Odpuszczenie naprężeń w strukturach drgających	99
5.3.6.	Odpuszczanie naprężeń za pomocą modyfikacji topologicznych	102
5.3.7.	Wytworzenie naprężeń za pomocą modyfikacji topologicznych	104
5.4.	Podsumowanie rozdziału	106
6.	Metrologia struktur NEMS	107
6.1.	Narzędzia metrologii struktur NEMS	107
6.2.	Podłoża metrologii struktur NEMS	109
6.3.	Wykorzystane narzędzia	114
6.4.	Pomiary właściwości mechanicznych nanodrutów	115
6.5.	Pomiary właściwości elektrycznych nanodrutów	118
6.6.	Korelacyjna SPM efektu aureoli	120
6.7.	Pomiary właściwości termicznych nanodrutów FEBID	122
6.8.	Podsumowanie rozdziału	124
7.	Metrologia przyrządów <i>opMEMS</i>	125
7.1.	Walidacja wykonanych urządzeń	125
7.1.1.	Układ belki mocowanej jednostronnie z odniesieniem do bazy	125
7.1.2.	Układ belki mocowanej jednostronnie z odniesieniem wewnętrznym	127
7.1.3.	Układ belki mocowanej jednostronnie z asymetryczną belką odniesienia	129
7.1.4.	Układ belki mocowanej jednostronnie z symetryczną belką odniesienia	131
7.1.5.	Układ belki mocowanej dwustronnie z odniesieniem wewnętrznym	133
7.2.	Ocena zdolności rozdzielczej przyrządów <i>opMEMS</i>	137
7.2.1.	Rozdzielczość przyrządów <i>opMEMS</i> a układów je zawierających	137
7.2.2.	Rozdzielczość mechaniczna	138
7.2.3.	Rozdzielczości elektryczna	139
7.2.4.	Rozdzielczość termiczna	139
8.	Metrologia prowadzona przyrządami <i>opMEMS</i>	141
8.1.	Pomiary właściwości elektrycznych nanodrutów FEBID w przyrządzie <i>opMEMS</i>	141
8.2.	Pomiary wytrzymałości na zrywanie nanodrutów FEBID przyrządem <i>opMEMS</i>	145
8.3.	Pomiary modułu Younga nanodrutów FEBID przyrządem <i>opMEMS</i>	147
8.4.	Pomiary emisji polowej z nanodrutów FEBID w przyrządzie <i>opMEMS</i>	147
8.4.1.	Pomiary wielkości elektrycznych	147
8.4.2.	Pomiary wielkości termicznych	153
9.	Podsumowanie	159
10.	Wykaz dorobku	161
11.	Literatura	165

Spis akronimów i przyjętych oznaczeń

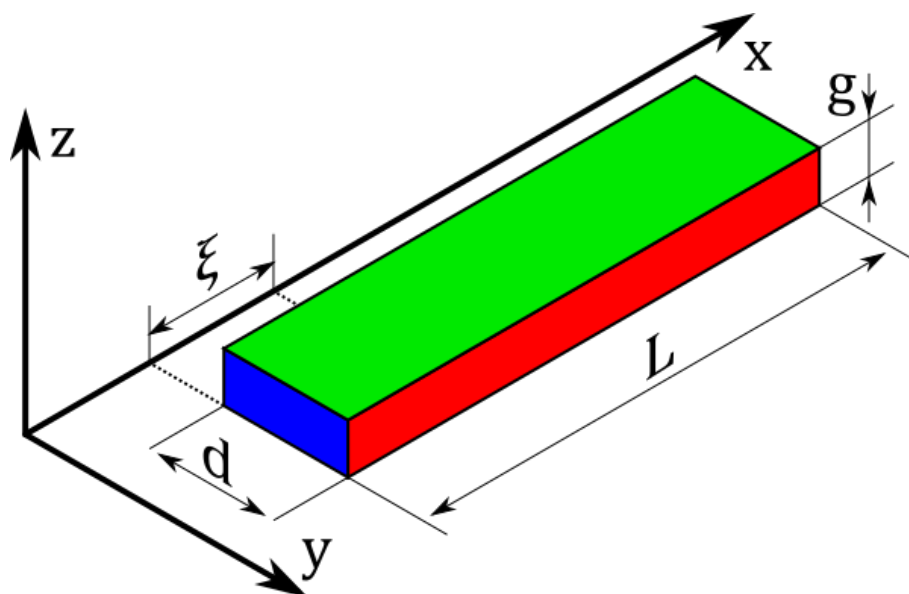
Akronim	Rozwinięcie oryginalne	Nazwa tłumaczona
AFM	<i>Atomic Force Microscopy</i>	Mikroskopia sił atomowych
BOX	<i>Buried OXide</i>	Tlenek zagrzebany
BSE	<i>Back-Scattered electrons</i>	Elektrony wstecznie rozproszone
C-AFM	<i>Conductive Atomic Force Microscopy</i>	Przewodnościowa mikroskopia sił atomowych
CAM	<i>Computer-Aided Manufacturing</i>	Obróbka wspomagana komputerowo
CNT	<i>Carbon Nano Tube</i>	Nanorurka węglowa
DAQ	<i>Data Acquisition Card</i>	Karta akwizycji sygnałów
DFT	<i>Density Functional Theory</i>	Teoria funkcjonałów gęstości
DIP	<i>Dual In-line Package</i>	Rodzaj obudowy układów scalonych
DRIE	<i>Deep Reactive Ion Etching</i>	Głębokie trawienie anizotropowe jonami aktywnymi
ESD	<i>Energy Spectral Density</i>	Widmowa gęstość energii
EUV	<i>Extreme Ultra-Violet lithography</i>	Litografia prowadzona dalekim ultrafioletem
FBID	<i>Focused Beam Induced Deposition</i>	Osadzanie wspomagane zogniskowaną wiązką cząstek
FDM	<i>Fused Deposition Modelling</i>	Osadzanie topionego materiału
FEBID	<i>Focused Electron Beam Induced Deposition</i>	Osadzanie wspomagane zogniskowaną wiązką elektronów
FIB	<i>Focused Ion Beam</i>	Zogniskowana wiązka jonów
FIBID	<i>Focused Ion Beam Induced Deposition</i>	Osadzanie wspomagane zogniskowaną wiązką jonów
FPAA	<i>Field Programmable Analog Array</i>	Programowalny układ analogowy
GIS	<i>Gas Injection System</i>	System dostarczania gazu
HIM	<i>Helium Ion Microscope</i>	Zogniskowana wiązka jonów helu
kLP	<i>Kwantowy Limit Pomiarowy</i>	
LED	<i>Light Emitting Diode</i>	Dioda świecąca
LiS	<i>Laboratory in Scanning Electron Microscope</i>	Laboratorium w skaningowym mikroskopie elektronowym
LP	<i>Limit Pomiarowy</i>	
LPE	<i>Liquid Phase Epitaxy</i>	Epitaksja z fazy ciekłej
MBE	<i>Molecular Beam Epitaxy</i>	Epitaksja z wiązki molekularnej
MEMS	<i>Micro-ElectroMechanical System</i>	Mikrouządzenie elektromechaniczne
MES	<i>Metoda Elementów Skończonych</i>	
microSD	<i>micro Secure Digital</i>	Standard kart pamięci i złącza sygnałowego
MOEMS	<i>Micro-Opto-ElectroMechanical System</i>	Mikrouządzenie optoelektromechaniczne
MOVPE	<i>MetalOrganic Vapour-Phase Epitaxy</i>	Epitaksja z fazy gazowej związków metaloorganicznych
NEMS	<i>Nano-ElectroMechanical System</i>	Nanourządzenie elektromechaniczne

NPL	<i>National Physical Laboratory</i>	Naczelny organ metrologiczny Wielkiej Brytanii
NW	<i>Nano-Wire</i>	Nanodrut
OBD	<i>Optical Beam Deflection</i>	Układ odchylenia wiązki optycznej
opMEMS	<i>Operational Micro-ElectroMechanical System</i>	Operacyjne mikrouządzenie elektromechaniczne
OZ	<i>Obszar Zainteresowania</i>	
PC	<i>Personal Computer</i>	Komputer osobisty
PCB	<i>Printed Circuit Board</i>	Płytką drukowaną
pfMEMS	<i>Photon Force Micro-ElectroMechanical System</i>	Mikrouządzenie elektromechaniczne do pomiarów siły fotonów
PSD	<i>Power Spectral Density</i>	Widmowa gęstość mocy
Pt(C)	<i>Platyno-węgiel</i>	
QFJ	<i>Quad Flat J-leaded package</i>	Rodzaj obudowy układów scalonych
RE_p	<i>Rozdzielczość Efektywna Pomiaru</i>	
RIE	<i>Reactive Ion Etching</i>	Trawienie w plazmie aktywnej chemicznie
R_p	<i>Rozdzielczość Pomiaru</i>	
SE	<i>Secondary Electrons</i>	Elektrony wtórne
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i>	Skaningowa mikroskopia elektronowa
SI	<i>Système International d'unités</i>	Międzynarodowy układ jednostek miar
S-LED	<i>Superluminescent Light Emitting Diode</i>	Superluminescencyjna dioda świecąca
SMU	<i>Source Measurement Unit</i>	Źródło mierzące
SOI	<i>Silicon-On-Insulator</i>	Podłoże typu tlenek na izolatorze
SPM	<i>Scanning Probe Microscopy</i>	Mikroskopia bliskich oddziaływań
SSRM	<i>Scanning spreading resistance microscopy</i>	Mikroskopia rozkładu rezystancji
SThM	<i>Scanning Thermal Microscopy</i>	Mikroskopia pola termicznego
STM	<i>Scanning Tunneling Microscopy</i>	Mikroskopia tunelowa
VPE	<i>Vapour-Phase Epitaxy</i>	Epitaksja z fazy gazowej

Symbol	Znaczenie
A	– Adsorpcyjność optyczna powierzchni
a, b, c	– Współczynniki proporcjonalności
a_{FN}	– Zmienna pomocnicza równania Fowlera-Nordheima
B	– Indukcyjność pola magnetycznego
b_{FN}	– Zmienna pomocnicza równania Fowlera-Nordheima
c	– Prędkość światła w próżni
d	– Wymiar struktury w koordynacie lokalnej y
d_{FN}	– Odległość pomiędzy elektrodami w emisji polowej
e	– Liczba Eulera
E	– Moduł Younga
E_U	– Natężenie pola elektrycznego

- F – Siła
- $F()$ – Funkcja siły
- f – Częstotliwość
- g – Wymiar struktury w koordynacie lokalnej z
- g' – Proporcja wymiarów warstw składowych struktury w koordynacie lokalnej z
- h – Stała Plancka
- i – Wartość chwilowa prądu
- I – Wartość prądu
- $I_{x,y,z,0}$ – Moment bezwładności przekroju struktury według odpowiedniej koordynaty bądź środka ciężkości
- k – Sztywność struktury
- $K()$ – Funkcja sztywności struktury
- k_B – Stała Boltzmanna
- L – Wymiar struktury w koordynacie lokalnej x
- $M()$ – Funkcja mapowania
- m – Masa
- m_e – Masa spoczynkowa elektronu
- n – Licznik dyskretny
- o – Stosunek modułów Younga warstw składowych struktury
- P – Moc
- Q – Dobroć rezonatora
- Q_{th} – Strumień ciepła
- R – Rezystancja
- r – Promień zaokrąglenia
- S – Pole powierzchni
- t – Czas
- T – Temperatura
- $t()$ – Funkcja eliptyczna Nordheima
- T_N – Temperatura stanu równowagi termodynamicznej emitera polowego
- U – Wartość napięcia
- x – Koordynata lokalnego układu współrzędnych odpowiadająca długości
- y – Koordynata lokalnego układu współrzędnych odpowiadająca szerokości
- z – Koordynata lokalnego układu współrzędnych odpowiadająca wysokości i przemieszczeniu aktuatora
- \dot{z} – Prędkość aktuatora
- \ddot{z} – Przyspieszenie aktuatora
- Z – Położenie zadane aktuatora
- α – Współczynnik liniowej rozszerzalności termicznej
- β – Współczynnik wiskotycznego tłumienia drgań
- γ – Współczynnik wzmocnienia pola elektrycznego kształtem elektrod

- Δ – Zmiana wielkości
 - Δ – Odchyłka wielkości
 - ε – Odkształcenie
 - ε_{jk} – Tensor odkształcenia
 - ε_0 – Przenikalność elektryczna próżni
 - ζ – Skuteczność aktuacji
 - η – Sprawność aktuacji
 - θ – Kąt płaski
 - θ_j – Kąt nieciągłości ugięcia struktury niejednorodnej
 - κ – Pole powierzchni emitującej w emisji polowej
 - $\nu()$ – Funkcja eliptyczna Nordheima
 - ξ – Zmienna pomocnicza w koordynacie x
 - ρ – Promień ugięcia struktury wiotkiej
 - σ – Naprężenie
 - σ_{jk} – Tensor naprężeń
 - φ – Praca wyjścia
 - ω – Częstość drgań
 - ω_0 – Częstość drgań własnych
-



Wykorzystywany w rozprawie układ standardowy współrzędnych.

1. Metrologiczne pomiary w nanoskali

1.1. Informacja

Wszelką aktywność ludzką można próbować uprościć do przetwarzania informacji [1]. W rozumieniu tego pojęcia nie należy ograniczać się do tzw. technologii informacyjnych, choć ich obecna rozległość w sensie tak zaawansowania technologicznego, jak i wielkości rynku wynosi je na znaczącą pozycję. Przetwarzanie informacji to również jej pozyskiwanie i rozumienie, czego „mózgi elektroniczne” nie wykonują [2].

Zostawiając na boku dywagacje dotyczące natury informacji przyjmę intuicyjną definicję, według której (*def.*) informacja to stan, któremu w określonym kontekście można nadać świadome i określone znaczenie. Zbieranie informacji będzie podstawą do gromadzenia wiedzy, zaś bez zagłębiania się w epistemologię można przyjąć ogólne założenie, że wiedza jest niezbędna dla prowadzenia poznania. Przetwarzanie informacji będzie więc głównym i nadrzędnym zajęciem każdej świadomości (przyjmując, że świadomość z definicji wyróżnia się przede wszystkim samoświadomością).

W obecnie panującej empirycznej szkole filozoficznej, z której wywodzi się między innymi Metoda Naukowa, informacją nadrzędną jest ta dotycząca Rzeczywistości. Sprowadza nas to do dwóch uzupełniających się zagadnień: prowadzenia eksperymentu (sprawdzenia faktycznego zachowania rzeczywistości) i formułowania teorii (przewidywania rzeczywistości na podstawie wcześniejszych informacji) – występujących niekoniecznie w podanej kolejności. Jeżeli informacje wynikające z przewidywań i obserwacji są zgodne ze sobą, wówczas można uznać, że Coś wiemy.

Eksperyment rzadko kiedy przynosi odpowiedź od razu jednoznaczną, jeszcze rzadziej binarną, innymi słowy - jakościową. Na obecnym poziomie zaawansowania nauk przyrodniczych niemal nie występują takie eksperymenty, choć dla potwierdzenia już znanych faktów przykład wymyślić jest względnie prosto (dla przykładu – wahadło Foucaulta daje naoczny dowód obrotu Ziemi wokół własnej osi). W większości wypadków konieczne jest przeprowadzenie pomiaru, czyli uzyskania wyniku ilościowego¹. Informacja zostaje wówczas ujęta w formie wartości liczbowej. Fizycznie pozostaje w relacji do pewnej wartości odniesienia; matematycznie przenosi się informację na pewne ciało liczb, co jest komfortowe ze względu na istniejące narzędzia rachunkowe.

Celem tej rozprawy jest rozwój przyrządu pomiarowego dla nanometrologii w formie platformy do badania nanostruktur. By uzasadnić postać, jaką przyjmie proponowany przyrząd, konieczne jest przybliżenie metod pomiaru i przetwarzania informacji, choćby w pewnym stopniu ogólności.

1.2. Klasyczny łańcuch porównań

Rozważmy pomiar jako sposób pozyskania informacji. W myśl przyjętej definicji pozyskanej informacji należy nadać kontekstualne znaczenie, toteż, by zachować spójność w obrębie ogólnej wiedzy, przyjęto spójny system miar – obecnie obowiązuje Międzynarodowy Układ Jednostek Miar (fr. *Système international d'unités*, SI), który stanowi odniesienie dla pozyskanej w pomiarze wielkości. Stąd sformułować można definicję: (*def.*) pomiar to ustalenie miary określonej wielkości przyrodniczej (za Wielkim Słownikiem Języka Polskiego, [3]), gdzie miara pozostaje w odniesieniu do układu SI.

Niezależnie od obranego układu odniesienia, do przeprowadzenia pomiaru konieczne jest wykonanie porównania ze wzorcem. W oczywisty sposób taka czynność może być utrudniona bądź niepraktyczna, stąd wprowadzenie łańcuchów porównań. O spójności pomiędzy wzorcami wtórnymi (leżącymi w zasięgu typowego mierniczego) a pierwotnym mówi się, że zachowują łańcuch porównań lub właśnie spójność pomiarową.

¹ Osobną kwestią semantyczną jest, czy pomiar – będący przecież porównaniem ze skalą – nie jest również co do istoty jakościowy, ponieważ dokonuje się jedynie porównania wielkości. Ta dyskusja nie należy do przedmiotu pracy, choć byłaby ciekawa.

Niektóre wielkości fizyczne nie podlegają w łatwy sposób porównaniu. W ich przypadku korzystne jest zastosowanie pomiaru pośredniego, to jest wyznaczenie na podstawie pomiaru innej wielkości, pozostającej z nimi w znanej relacji. Uzyskana w ten sposób informacja jest bardziej precyzyjna w znaczeniu takim, że jej wartość można określić w mniejszych ramach, niż gdyby była uzyskana metodą bezpośrednią. Nie jest jednak spójna pomiarowo ze wzorcem, wobec czego nie można określić, z jaką pewnością odpowiada rzeczywistości.



Rysunek 1. Plastyczne logo Międzynarodowego Układu Miar wraz z wielkościami stałymi fizycznymi definiującymi kolejne jednostki. Źródło: Identyfikacja wizualna Międzynarodowego Biura Miar (BIPM), na licencji Creative Commons Attribution 3.0 IGO.

Brak zachowania ciągłości łańcucha porównań jest podstawowym problemem pomiarów prowadzonych w nanoskali. Wzorce, które do niedawna pozostawały fizycznymi obiektami, nie pozwalały na łatwe skalowanie pomiaru, co prosto pokazać w nawet uogólnionym procesie. Porównywanie wielkości fizycznych obarczone jest zawsze pewnym błędem wynikającym z niedoskonałości technicznej przyrządów pomiarowych (więcej o przyczynach i analizie błędów pomiarowych w rozdziale 7); porównanie ograniczone jest również czułością przyrządu pomiarowego. Istnieją więc takie różnice wielkości, które wymagać będą wielokrotnego porównania z wzorcami o malejących skalach. Prowadzić to będzie do zwielokrotnienia wartości błędu, a w krytycznym przypadku do zwiększenia jej ponad wartość czułości. Z rozważań tych wynika jasno, że istnieje zapotrzebowanie na przyrząd, który będzie dokonywał porównania w skali właściwej dla wielkości mierzonej, ale tym samym będzie możliwe odniesienie jego wskazań do wzorca miary.

1.3. Zasada odpowiedniości

Przyjmijmy, że (*def.*) wzajemnie jednoznaczna odpowiedniość pomiędzy elementami dwóch grup nazywa się izomorfizmem, jeżeli wyniki relacji odpowiadających sobie elementów również sobie odpowiadają [4]. Ta prosta definicja należąca do teorii grup opisuje w sposób wyczerpujący podstawę prowadzenia pomiaru oraz późniejszego przetwarzania informacji w układach fizycznych. Zakłada się, że obiekt matematyczny (jak – na przykład – grupa liczb rzeczywistych z dodawaniem) jest izomorficzny wobec pewnej grupy zachowań obiektów w rzeczywistości. Jako że założenie wydaje się potwierdzać, korzysta się z niego powszechnie. Przykłady są liczne – ciała krystaliczne opisywane są dobrze przez grupę translacji w przestrzeni trójwymiarowej liczb rzeczywistych, zaś ramanowskie rozpraszanie światła ujmowane jest przez grupę obrotów w trójwymiarowej przestrzeni tensorowej.

Zastosowanie spójnego systemu miar jest przykładem izomorfizmu zjawisk fizycznych na ciało liczb rzeczywistych. Operacja ta stwarza możliwość operowania na informacji w oderwaniu od faktycznego stanu rzeczy (wspomniane w rozdziale 1.1 formułowanie teorii). Obliczenia prowadzone dla złożonych zjawisk wymagają jednak wsparcia w postaci maszyn liczących.

W ciągu ostatnich 80 lat nastąpił eksponencjalny wzrost w możliwościach obliczeniowych maszyn cyfrowych. Przedstawienie informacji w postaci cyfrowej oznacza przypisanie jej pewnej wielkości dyskretnej – zazwyczaj najmniej odbiegającej wartością (przy przetwarzaniu analogowo-dyskretnym określa się ten proces mianem kwantyzacji). Dla obecnie stosowanych rozmiarów danych cyfrowych pomijalne (czyli znacznie mniejsze od błędów) są straty informacji w ten sposób poczynione. Co do zasady maszyna cyfrowa zdolna jest (z pewnym marginesem błędu) do rozwiązania każdego problemu ujętego na gruncie numerycznym. Nie oznacza to, że podjąć się może każdego zadania – istnieją problemy zbyt złożone, by być rozwiązane w realistycznym czasie. Istotny jest również margines błędu, którego zmniejszanie istotnie pogłębia złożoność obliczeniową. Nie bez znaczenia jest również dyskretyzacja informacji [5].

Dyskretyzacja powoduje konieczność zmiany dziedziny (grupy) w obrębie której przechowywana jest informacja. Choć z punktu widzenia obserwatora zmiana ta może być nieistotna (bowiem jest tak mała, że nie ma wpływu na jednostkową wartość), to informacja, będąca dotychczas liczbą rzeczywistą, traci spójność. W odpowiednio skomplikowanych przypadkach ten akt może wpływać na wyniki analiz [6,7]; ponadto pojawia się problem odtwarzalności informacji skoro jej spójność została zagubiona. W przypadku wielkości rzeczywistych oznaczać to będzie wprowadzenie błędu na poziomie realizacji fizycznej danej wielkości w momencie pomiaru.

Izomorfizm jest relacją przechodnią. Stąd, jeśli przejście izomorficzne z jednego opisu matematycznego jest możliwe dla wielu zjawisk, wówczas i pomiędzy nimi istnieje izomorfizm. Za pomocą jednego, dobrze poznanego procesu, można więc modelować inny, co ideowo pozwala na budowę maszyny działającej analogicznie do badanego zjawiska (lub przynajmniej opisującego go modelu) – stąd określenie komputera analogowego.

W pierwszej generacji komputery analogowe były mechanicznymi maszynami zdolnymi do rozwiązywania równań algebraicznych i różniczkowych. Wraz z nadejściem techniki lampowej, komputery przybrały formę układów elektronicznych. Następnie technologia krzemowa i wprowadzone przez nią monolityczne układy operacyjne, pozwoliła na dalsze uproszczenie konstrukcji maszyn analogowych. Jednak z malejącym kosztem mocy obliczeniowej maszyn cyfrowych, technika analogowa została ograniczona do wąskiego pola układów dynamicznego przetwarzania sygnałów.

Wymieniono powyżej zasadnicze zalety i wady cyfrowej techniki obliczeniowej, należy więc opisać je również w odniesieniu do techniki analogowej. Łatwo zauważyć, że w obliczeniach analogowych nieobecny jest błąd kwantyzacji; wprowadzane są jednak rozmaite błędy wynikające z właściwości elementów składowych [8]. Zwiększenie precyzji obliczeń komputera cyfrowego polega na przeznaczaniu większego obszaru pamięci na przechowywanie zmiennej; komputer analogowy wymaga lepszych jakościowo części. Prowadzi to do nieproporcjonalnego wzrostu kosztów produkcji i rozbudowy [9]. Maszyny analogowe znajdowały zastosowanie w rozwiązywaniu wielu klas problemów do czasu upowszechnienia się komputerów cyfrowych. Wówczas przesunięty został środek ciężkości, ponieważ uniwersalne maszyny cyfrowe² (w szczególności komputery osobiste i im podobne) odnalazły znacznie więcej zastosowań [10]. Dziś przykłady użycia komputeryzacji analogowej sprowadzają się do mocno specyficznych problemów matematycznych [11]. Prowadzone są również prace nad mikrokomputerami analogowymi w formie specjalizowanych układów scalonych [12].

1.4. Przyrządy operacyjne

Monolityczny wzmacniacz operacyjny wynaleziony został w latach '60³, a nieprzerwanie ulepszany, produkowany i wytwarzany jest do dziś. Od czasu stworzenia jest to podstawowy blok konstrukcyjny informacyjnych układów analogowych. Komputery analogowe cierpiały na zasadniczy problem złożoności strukturalnej. Środkiem zaradczym jest unifikacja elementów lub podukładów,

² Choć rozwiązywanie problemów należących do pewnych klas może zajmować nieskończenie wiele czasu.

³ Określenie „wynalazku” może być w tym kontekście podważane, ponieważ układ wzmacniacza operacyjnego znany był dużo wcześniej, zaś kwestią czasu była jego miniaturyzacja.

która nie jest zagadnieniem trywialnym w przypadku maszyny algebraicznej. Efektywnie oznaczałoby to stosowanie innego układu dla każdej klasy wykonywanych operacji, możliwe że nawet dla każdej operacji – starania w tym kierunku również były podejmowane [13]. Konieczne stało się więc wprowadzenie takiego układu, który będzie realizował wielorakie funkcje matematyczne, posiadając przy tym maksymalnie stabilne parametry – co jest istotne nawet dla nowoczesnych elementów elektronicznych, a historycznie było koniecznym warunkiem w układach wzmacniających [14].

Wychodząc naprzeciw temu zapotrzebowaniu, zaproponowano układ wzmacniacza operacyjnego, który posiadał kluczową zaletę – przy jednorodnej budowie wewnętrznej układu realizował operację zadaną przez dodane doń elementy pasywne [15]. Kolejnym uproszczeniem w stosowaniu wzmacniacza operacyjnego było zawarcie go w układzie monolitycznym [16,17]. Jednakże zasadnicze założenia układu, potem elementu, pozostały niezmienione do czasów obecnych.

Realizacja złożonych zadań algebraicznych w komputerach analogowych była realizowana za pomocą wzmacniaczy operacyjnych z elementami pasywnymi „programowanymi”, czyli nastawianymi według parametrów określonego zagadnienia. Jak pozostałe typy komputerów analogowych, i te zostały wyparte przez technikę cyfrową poza, jak wspomniano, pewnymi szczególnymi zastosowaniami. Pewną pozostałością po tym okresie rozwoju techniki obliczeniowej są stosowane jeszcze układy programowalnych układów analogowych (ang. *field programmable analog array*, FPAA), które pozwalają właśnie na dowolne określenie działań realizowanych w macierzy wzmacniaczy operacyjnych – ograniczone są jednak zazwyczaj do standardowych operacji algebraicznych.

1.5. Źródła ograniczeń w pomiarach niskowymiarowych

Jak wywiedziono w rozdziale 1.2, korzystne dla pomiaru w nanoskali jest zmniejszenie wzorca (tj. źródła odniesienia w pomiarze) do skali, w której eksperyment będzie prowadzony. W oczywisty sposób klasyczna produkcja wzorca wymaga zachowania łańcucha porównań, więc klasyczna miniaturyzacja nie pozwala uniknąć wspomnianych problemów. Rozwiązaniem może być odwołanie się do definicji tej miary, której wzorzec jest projektowany.

W obecnym ujęciu układu SI miary odniesione są do stałych fizycznych, a więc do pewnych abstrakcyjnych pojęć. Zapewnia to doskonałą odtwarzalność, niezależną od czasu i położenia. Najważniejszą korzyścią płynącą z przyjęcia takiego podejścia, jest możliwość wytworzenia urządzenia będącego zarazem przyrządem pomiarowym, jak i wzorcem-odniesieniem. Niesie to ze sobą określone korzyści. W takim przypadku należy dobrze opisać, jak prowadzony będzie sam proces odwzorowania wielkości (a zarazem – pomiar); ważne jest określenie przede wszystkim, jaki jest limit pomiarowy (LP). W dalszych rozważaniach mowa będzie o metodach pomiarowych ściśle zachowujących łańcuch porównań dzięki odniesieniom definicyjnym, stąd rozdzielczość pomiarów będzie definiowana przez odniesienie do LP.

Zgodnie z definicją pomiaru i przy przyjętym założeniu, że jednostki miary są izomorficzne z jej fizycznością, można dojść do wniosku, że wielkość będąca wynikiem pomiaru jest jednoznaczna i właściwa. Jest to wniosek błędny, wynikający z ogólności podanych definicji. Nawet przy założeniu absolutnej znajomości układu pomiarowego oraz doskonałego porównania ze wzorcem, staniemy przed ograniczeniem narzuconym przez działanie zwrotne pomiaru, czyli przed kwantowym limitem pomiarowym (kLP). Oczywiście jest to granica absolutna i (w myśl obecnej teorii) nieprzekraczalna. Zależy ona od ilości energii potrzebnej do przeprowadzenia pomiaru – istnieje bowiem taka minimalna ilość energii potrzebna do uzyskania informacji, która zmieni stan każdego układu. Wobec różnych wielkości fizycznych ilość ta będzie również zmienna, a to ze względu na większą lub mniejszą doskonałość znanych metod pomiarowych.

Obecnie kLP jest osiąganym w ultraprecyzyjnych układach pomiarowych, gdzie rozdzielczość pomiaru determinowana jest przez informacje właściwe dla pojedynczych cząstek elementarnych – za przykład niech posłużą detektory fal grawitacyjnych [18], ale również pomiary biologiczne [19]. W bardziej codziennych układach pomiarowych wielkości są zbyt duże (energetycznie), by kLP stanowił problem. W sposób pośredni rzutuje jednak na LP.

Po pierwsze, każdy proces pomiarowy (nie tylko w skali kwantowej) wymaga wymiany z układem pewnej energii (dodatniej lub ujemnej). Przemawiającym do wyobraźni przykładem jest pomiar temperatury – termometr o dowolnym działaniu technicznym wymaga pewnej ilości ciepła, które musi wymienić z układem mierzonym, zmieniając tym samym jego temperaturę (kLP został ujęty dokładnie w rozważaniach na temat eksperymentu myślowego silnika Szilarda [20]). Przyrząd pomiarowy nie osiągnie rozdzielczości lepszej, niż swój własny wpływ na układ mierzony. Określę tę wielkość jako rozdzielczość pomiaru – R_p . Co istotne, R_p nie jest tożsame z systematycznym błędem pomiarowym, ponieważ wartość energii wymieniona jest nieokreślona przed zajściem pomiaru. Może być jednak przybliżona statystycznie, jeżeli określić pewną statystyką wzajemne stany układu i przyrządu przed rozpoczęciem pomiaru. Zauważmy, że statystycznie ujęte R_p określa minimalną zmianę stanu układu która jest możliwa do wykrycia przez przyrząd pomiarowy – mniejsze różnice będą nieodróżnialne od zmian powodowanych przez pomiar.

Po drugie, atomowa i (na pewnym poziomie) kwantowa natura obiektów implikuje istnienie zakłóceń stochastycznych, czyli szumu – (*def.*) określe szum jako losową zmianę stanu obiektu w czasie istotnym dla zbieranej informacji. Szum określać można wielkościami dotyczącymi rozkładów losowych, ze względu na jego naturę.

Według autorów [21], wyróżnić można zasadnicze trzy źródła szumu ograniczające kLP:

- zasadę nieoznaczoności Heisenberga,
- szum kwantowy związany z pochłanianiem i emisją promieniowania elektromagnetycznego,
- szum cieplny związany z oscylacjami struktury obiektu.

Profesorowie Nawrocki i Wawrzyniak [21] wskazują ponadto, że zasada nieoznaczoności, będąc znacznie słabszym ograniczeniem od dwóch pozostałych zjawisk, nie ogranicza zazwyczaj możliwości pomiarowych. Szum cieplny i kwantowy pozostają więc głównymi limitami, przy czym dla niewielkich częstotliwości (w zakresie których będzie się dokonywać ta rozprawa) dominujący jest szum termiczny.

Przez szum wyrażę rozdzielczość efektywną pomiaru – RE_p . Niemożliwe jest osiągnięcie rozdzielczości lepszej, niż wielkość szumu, ponieważ nie istnieje stan ustalony, którego wartość można zmierzyć⁴. Traktując te dwie wielkości jako ograniczenia LP, pokażemy, że ze względu na pewne wielkości korzystna jest redukcja wzorca (i procesu) do rozmiarów nanometrycznych.

Konkretyzując na chwilę prowadzone rozważania należy wskazać, że w dalszej części rozprawy rozważane będą przede wszystkim pomiary wielkości mechanicznych realizowane poprzez ustalenie położenia oraz pomiary wielkości elektrycznych realizowane poprzez ustalenie wartości napięcia elektrycznego. Wszystkie pozostałe wielkości fizyczne będą wyznaczone na podstawie realizacji tych dwóch pomiarów. Ograniczeniem ustalenia stanów obu tych wielkości jest wielkość szumu cieplnego. Szum położenia struktury ujętej jako prosty oscylator harmoniczny (a o takich będzie mowa) opisuje twierdzenie o ekwipartycji energii termicznej, wywiedzione z równania Boltzmanna, które przypisuje następującą amplitudę szumu RE_z :

$$RE_z = \sqrt{\frac{2QT B k_B}{\pi k f}}, \quad (1)$$

zależną od dobroci drgań rezonansowych Q , temperatury T , pasma pomiaru B , stałej Boltzmanna k_B , sztywności k oraz częstotliwości pomiaru f .

Szum napięcia mierzonego RE_U został opisany równaniem przez Hooge'a i in. w [22] i przyjmuje następującą postać:

$$RE_U = \sqrt{4k_B T R (f_2 - f_1)}, \quad (2)$$

dla pasma pomiaru rozciągającego się od f_1 do f_2 i rezystancji R .

Na koniec warto wspomnieć o nieintuicyjności przedstawionych definicji dla klasycznych (makroskopowych) pomiarów. Omówione ograniczenia wynikają z wzajemnej relacji wielkości

⁴ Oczywiście należy rozróżnić szum wielkości mierzonej, który oznacza jej nieoznaczoność, od szumu procesu pomiaru, który nie zaprzecza istnieniu ustalonej wartości mierzonej. W praktyce następuje złożenie szumów, o czym więcej w rozdziale 7.2, a rzeczywistym wynikiem pomiaru jest pewien zbiór miar statystycznych. Niemniej, wartość szumu samego procesu jest nieprzekraczalna.

mierzonej i wyniku pomiaru, a choć (jak powiedziano) nie osiągają jeszcze kLP, to jakościowo zjawiska te są różne od spotykanych w makroskali. Proces pomiaru prowadzony klasycznie może abstrahować od działania zwrotnego pomiaru z powodu dysproporcji pomiędzy skalami mierzonych zjawisk a procesów pomiaru (dla przykładu – optyczne porównanie długości ze wzorcem obarczone może być wieloma błędami, ale sam akt odczytania pozycji praktycznie nie wpływa na stan obiektów). Stąd niech wynika ostatnia definicja w tym rozdziale, dotycząca wspomnianych w tytule pomiarów niskowymiarowych – (*def.*) są to takie pomiary, w których proces służący do poznania wymiaru może w znaczący sposób wpłynąć na jego wartość. Zauważmy, że taka definicja nie wskazuje wcale na pomiary w żadnej konkretnej skali, ale na relację metody do obiektu.

1.6. Redukcja wzorca długości do nanostruktury

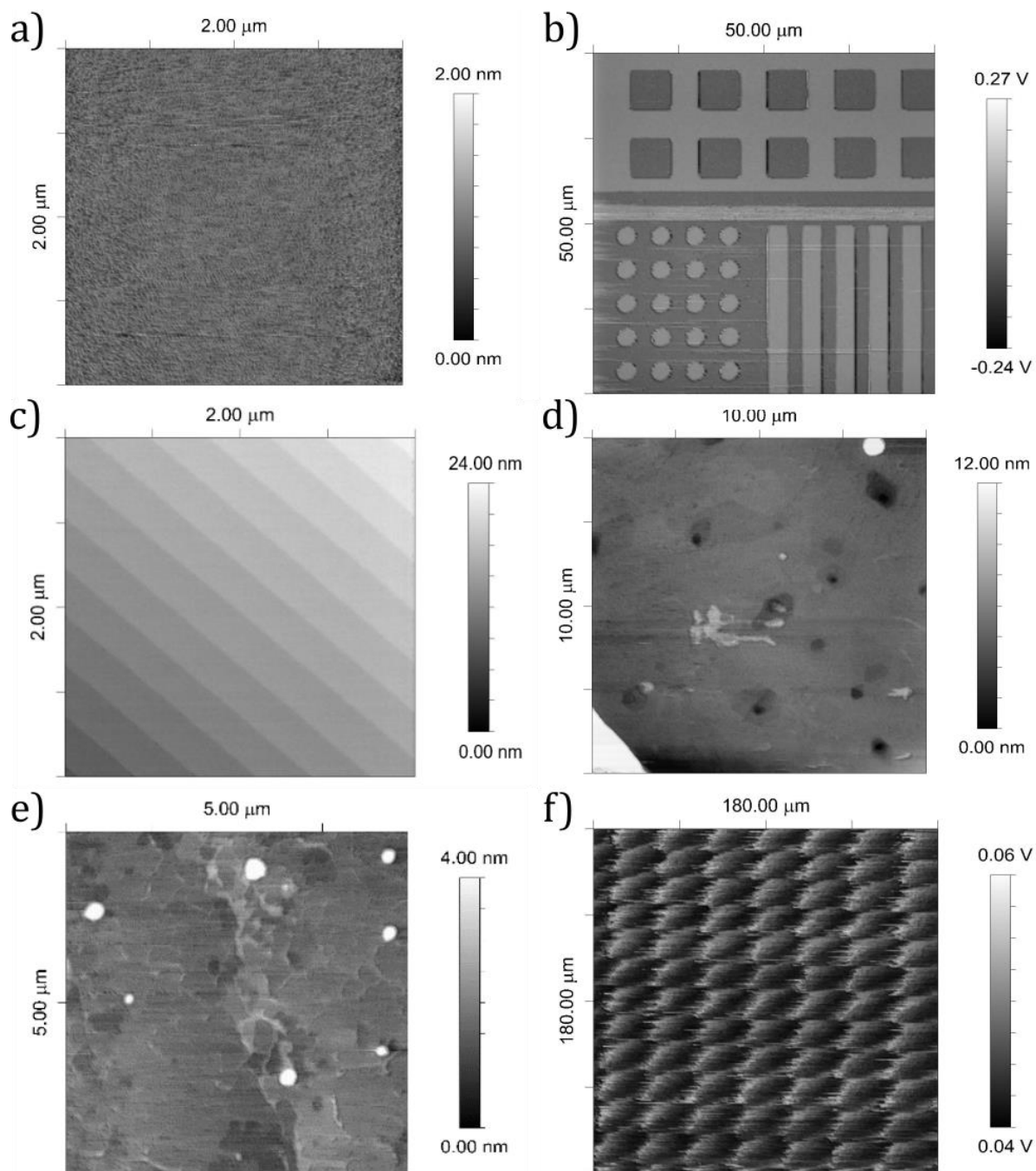
Zauważmy, że zarówno R_p oraz RE_p zależą nie od właściwości własnych przyrządu pomiarowego, tylko jego relacji do mierzonego układu. Rozważmy, jak wpłynie na każdą z tych wielkości zmniejszenie rozmiaru przyrządu i układu. Nie sposób podjąć się tego zadania, bez określenia jakich wielkości dotyczyć będzie pomiar. Rozważę więc od tego miejsca, jak i przez dalszą część pracy, działania w obrębie wzorca długości.

Naturalnym pomysłem na wprowadzenie wzorca jest wykorzystanie elementów o wymiarach porównywalnych co do rzędu z poszukiwanymi – na przykład dla wzorców nanometrów, struktury o wymiarach 0,1 – 10 nm. Jednym z najwcześniejszych pomysłów było wykorzystanie właściwości powierzchni materiałów o zdefiniowanych właściwościach (powtarzalnych i dobrze opisanych) [23]. Proponowano więc porównywanie chropowatości, jako statystycznej miary długości, przez wykorzystanie materiałów o różnych chropowatościach i wymiarach fraktalnych powierzchni (Rysunek 2a). Oparcie miary o wielkość statystyczną miało ograniczoną rozdzielczość, wobec czego oparto ją na właściwościach pojedynczych mikro- i nanostruktur.

Dzięki wykorzystaniu technik mikroelektronicznych (o których mowa więcej w rozdziale 3.1) możliwe stało się wytworzenie struktur o wymiarach w zakresie nawet pojedynczych nanometrów. Otworzyło to nowe możliwości, ponieważ (z wykorzystaniem odpowiednich narzędzi takich jak mikroskop bliskich oddziaływań) możliwe stało się przeniesienie wymiaru w nanoskali; struktury tego typu nie stanowią jednak rozwiązania nawet jako wzorzec wtórny. Co prawda możliwa jest charakteryzacja wymiarów za pomocą metod interferometrycznych, ale nieznaną pozostaje rozpiętość faktycznych wymiarów w obrębie całej struktury, sprowadzając taki wzorzec do roli co najwyżej wskaźnika. Tego typu próbki nazywane kalibracyjnymi są dostępne u wielu dostawców sprzętu związanego z mikroskopią [24], nie zachowują jednak spójności pomiarowej; producenci podają również zakres niepewności na poziomie kilku procent w obrębie próbki. Jeżeli jednak założyć, że na podłożu znajduje się jedna struktura, a jej wymiar został określony z zachowaniem spójności pomiarowej, wówczas można powiedzieć, że ma się do czynienia ze wzorcem wtórnym [25]. Wartości R_p dla takiego wzorca są ograniczone z dołu, ponieważ jego struktura jest z założenia dyskretna; wartości RE_p będą znacznie mniejsze od R_p . Dla przykładowej próbki HS20MG (Rysunek 2b) $R_p \approx 20$ nm, ale $RE_p \approx 0,6$ nm, gdzie wyznaczenie wysokości odbywać się może interferometrycznie z rozdzielczościami nawet do 0,024 nm [26,27].

Mniejsze wymiary mogą zostać osiągnięte za pomocą odniesienia do odległości międzycząsteczkowych na przykład w kryształach. Próbki kalibracyjne z tak zwanymi tarasami atomowymi lub krystalicznymi ujawniają odległości równe n-krotnościom boku komórki elementarnej. Teoretycznie jest to możliwe w każdym materiale krystalicznym, ważne jest jednak by jednocześnie technologia wytwarzania materiału i próbki dawały pewność co do niskiej wartości RE_p ; nade wszystko ważne jest, by materiał był monokrystaliczny w obrębie pomiaru. Do stosowanych materiałów zalicza się węgliki różnych pierwiastków (Rysunek 2c), a także jednoizotopowe monokryształy np. krzemu. Ten ostatni wybierany jest ze względu na dobrą stabilność, technologiczność i wielką liczbę badań sugerujących dobre poznanie właściwości. Zestaw instrukcji wykonania takiego wzorca należy do najnowszych ustaleń

Podkomitetu do Spraw Długości Międzynarodowego Biura Miar, a dokładniej – Grupy Nanometrologii Wymiarowej [28,29].



Rysunek 2. Przykładowe wzorce wysokości realizowane za pomocą różnych technologicznie przybliżeń odległości: chropowatości powierzchni jako statystycznej miary wysokości w postaci chropowatej powierzchni grafitu (a), wysokości danej *explicite* w wymiarze pionowym detali powierzchniowych wykonanych w SiO₂ (b), odległości pomiędzy płaszczyznami komórki podstawowej kryształu 6H-SiC o średnim wymiarze 1,5 nm (c), wysokościach warstw wysoce zorganizowanego grafitu pyrolitycznego (ang. *highly oriented pyrolythic graphite*, HOPG) o wysokościach ściśle związanych z liczebnością warstw (d), wysokościach pojedynczych warstw grafenu dwuwarstwowego na powierzchni płaskiej atomowo (e), odległościom międzyatomowym w odsłoniętej powierzchni węgla w hybrydyzacji sp² (f). Obrazy wykonane mikroskopami bliskich oddziaływań konstrukcji autora w latach 2020-2024.

Dla wzorca krzemowego rozdzielczość będzie również zależęć dyskretnie od wymiaru charakterystycznego komórki krystalicznej krzemu: $R_p^{d111} \approx 0,3114$ nm lub $R_p^{d100} \approx 0,135$ nm [30]. Liczba RE_p jest trudna do ustalenia. Bez wątplenia będą występować rozbieżności w odległościach powodowane temperaturą, naprężeniami czy defektami, ale prace dotyczące oceny rozdzielczości nie rozdzielają tych przyczyn od rozdzielczości samego pomiaru. Dla przykładu, w pracy [31] wartość $RE_p \approx 0,002$ nm zostaje wyprowadzona na podstawie analizy dopasowania krzywej reprezentującej znaną powierzchnię do danych pomiarowych, wobec czego na samym końcu procesu pomiarowego.

Na wspomnienie zasługują również materiały dwuwymiarowe, które mogą wydawać się dobrym kandydatem na wzorec długości z powodu stabilnej wysokości pojedynczej warstwy; niestety, choć wysokość warstwy atomowej jest stała, to efektywnie mierzona różnica wysokości pomiędzy dwiema płaszczyznami zależęć może od wielu czynników (Rysunek 2d). Ponadto, w przeciwieństwie do kryształów krzemu czy innych pierwiastków, badania nad materiałami dwuwymiarowymi nie oferują jeszcze tak dokładnych informacji. Dla niektórych doniesień $R_p \approx 0,3$ nm, ale $RE_p \approx 0,3$ nm, co podważa sens takiego zastosowania [32]. Pomiary takich struktur mogą być prowadzone z lepszymi rozdzielczościami przy wykorzystaniu zachowujących spójność pomiarową metod mikroskopowych (Rysunek 2e) [33].

Przedstawione tu wzorce prezentują wartości RE_p nawet poniżej 1% R_p . Jeżeli przyjąć, że podobna wartość długości została odwzorowana z taką rozdzielczością ze wzorca miary za pomocą przyrządu pomiarowego, to miałyby ono klasę ok. 1, czyli jeszcze nie laboratoryjną. Co więcej, Długość odtwarzana jest dyskretnie z kwantem nie mniejszym niż R_p . Ze względu na to ograniczenie, przeprowadzenie pomiarów mniejszych wielkości wymagać musi kolejnych porównań, które miały być unikane.

1.6.1. Wzorce aktywne

Odpowiedzią na problem dyskretyzacji wzorca jest oczywiście próba wytworzenia wzorca ciągłego⁵. W klasycznym ujęciu oznaczałoby to wytworzenie nieskończenie wielu wzorców odniesienia lub jednego – nieskończenie małego⁶. Pierwsze podejście nie jest technicznie wykonalne. Drugie stanowi raczej filozoficzną zagadkę, ale z technicznego punktu widzenia wymagałoby równie dużej czułości od przyrządu pomiarowego, co czyni je również niepraktycznym. Przypomnę tu jednak rozważania z rozdziału 1.5 na temat odtwarzania miary na podstawie definicji. Przyrząd prowadzący taką operację będzie również służyć jako wzorec. Określę ten wzorec jako aktywny, ponieważ wymaga realizacji pewnego procesu fizycznego [34].

Przeniesienie pośrednie odniesienia do wzorca na grunt mikroskopii bliskich oddziaływań nastąpiło za pomocą wdrożenia technik interferometrycznych. Interferometr nie jest bynajmniej urządzeniem dającym ciągłe odniesienie do wymiaru, ale poprawia czułość pomiaru o rzędy wielkości; nie stanowi jednak wzorca, jeśli nie ma możliwości odniesienia się doń za pomocą przyrządu. Za wzorec uznać można jednak kompleksowy układ zawierający w sobie korygowane interferometrycznie punkty odniesienia. Wówczas, choć w stanie zastanym nie znajdują się one w odległościach zgodnych z miarą, to w działaniu ustawiane są na odpowiednich pozycjach. Urządzenia tego typu konstruowane są od lat i służą do wytwarzania wzorców wtórnych [35,36] lub bezpośredniego prowadzenia pomiarów [33,37].

Układy wymienione wyżej posiadają ciągłe sprzężenie zwrotne pomiędzy realizowanym położeniem a zadawanym w przestrzeni metrycznej z odniesieniem do wzorca. Ich integralną częścią jest proces pomiaru, co utrudnia klasyfikację. Na początku rozdziału założono poszukiwanie wzorca o nieskończonej liczbie stanów, zamiast tego rozważania dostarczyły układ do odtwarzania każdego wzorca za pomocą powtarzanego pomiaru. Rozwiązaniem tego problemu może być urządzenie

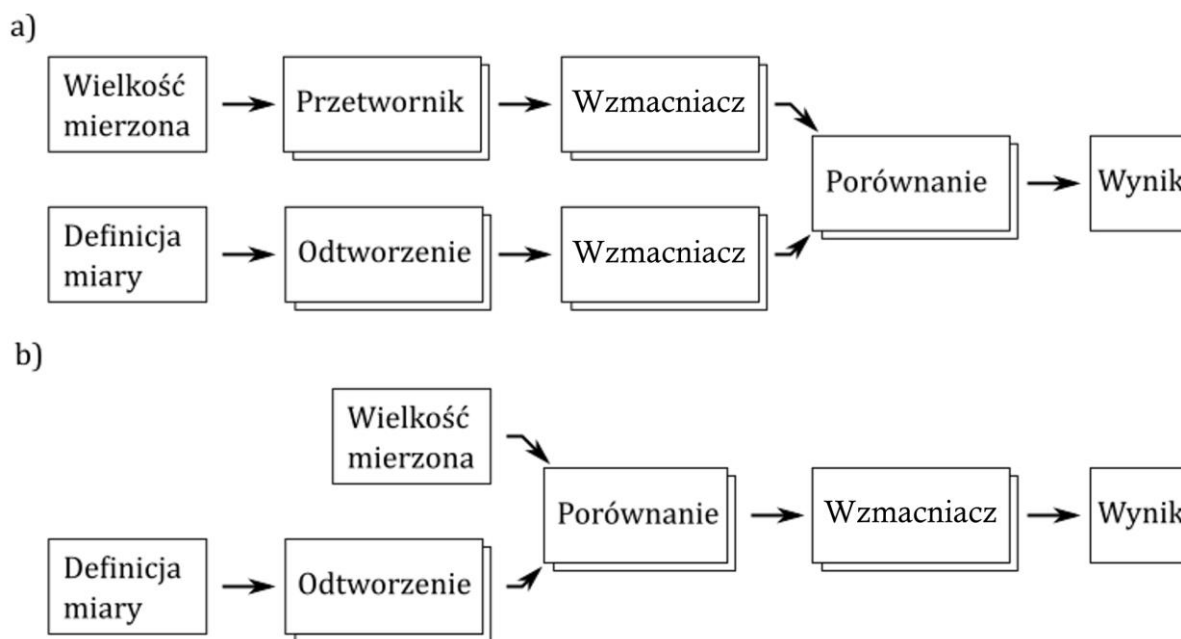
⁵ Znana jest kwantowa, czyli dyskretna natura energii, prawdopodobnie również takiej natury jest przestrzeń. Jednakże pomiar jakiegokolwiek kwantowej wielkości jest uniemożliwiony przez kLP, wobec czego można od tego niewygodnego faktu abstrahować.

⁶ Czyli właśnie kwantu energii lub przestrzeni, którego postanowiono unikać.

odtworzący dowolne położenie w pewnym zakresie, ale o dokładnie znanej charakterystyce względem innej miary. Innymi słowy zadanie polega na budowie i charakteryzacji pozycjonera.

Jak powiedziano w rozdziale 1.7, dyskretne wzorce uniemożliwiają odtworzenie wielkości niecałkowitych bez dodatkowych operacji porównania. Można to przedstawić w postaci następującego łańcucha działań: konieczne jest wykonanie przetworzenia (rzeczywistej) wielkości mierzonej na (rzeczywistą) wartość liczbową, następnie przetworzenia (dyskretnej) wielkości odniesienia na (rzeczywistą) wartość liczbową, dopiero wówczas wykonanie porównania, czyli operacji arytmetycznej pomiaru – ponieważ niemożliwe jest porównanie obiektów należących do dwóch różnych grup! Wzorec aktywny – pozycjoner – umożliwi wykonanie operacji arytmetycznej jeszcze na poziomie fizycznego zjawiska, dzięki czemu błędy przetwarzania zostają uwzględnione tylko raz (Rysunek 3).

Pozycjonowanie cechuje się szeregiem błędów, które mogą negatywnie wpływać na odtwarzanie położenia w przestrzeni [38]. Zadanie charakteryzacji takiego urządzenia polega więc na tym, by jego położenie zostało jak najdokładniej opisane w dziedzinie wielkości sterowanej (Rysunek 3). Minimalizacja szeregu błędów jest możliwa za pomocą zastosowania mikrouządzeń elektromechanicznych (ang. *microelectromechanical systems* – MEMS, więcej w rozdziale 3); jeszcze lepsze efekty mogą być osiągnięte w skali nano. Prezentowane są liczne rozwiązania układów mikropozycjonerów [39]. Bardziej precyzyjne układy już teraz służyć mogą do powtarzalnego odtwarzania długości przy $R_p = RE_p \approx 0,005 \text{ nm}$ – ponieważ dla wzorca aktywnego najmniejsza sensowna fizycznie czułość jest nie mniejsza od jego rozdzielczości [34].



Rysunek 3. Tor przetwarzania informacji w pomiarze realizowanym klasycznie (a) oraz z zastosowaniem aktywnego wzorca miary (b). Przez zastosowanie porównania wielkości przed wzmocnieniem, redukowana jest wielkość RE_p .

1.6.2. Elektromechaniczne wzorce wychylenia

Jak pokazano, redukcja wymiarów geometrycznych wzorców i przyrządów pomiarowych ma korzystny wpływ na czułość i rozdzielczość tych pomiarów, których natura w bezpośredni sposób zależna jest od geometrii właśnie. Do tej pory nie zostało powiedziane jednak o kluczowym elemencie konstrukcji proponowanego przyrządu, którym jest sama realizacja pomiaru i rekonstrukcja zadanej miary.

Najlepsze rezultaty zostają osiągnięte przy zastosowaniu najprostszego funkcjonalnie urządzenia. Wobec tego należy przyjąć, że położenie będzie realizowane za pomocą funkcji liniowej innej

wielkości. Dokładna metodologia projektowania urządzenia zostanie przedstawiona w rozdziale 2, zaś realizacja technologiczna w rozdziale 3. Ponadto, projektowane urządzenie musi pozwolić na odtworzenie długości w pewnym zakresie z jak najlepszą powtarzalnością, rozdzielczością i jak najmniejszym szumem.

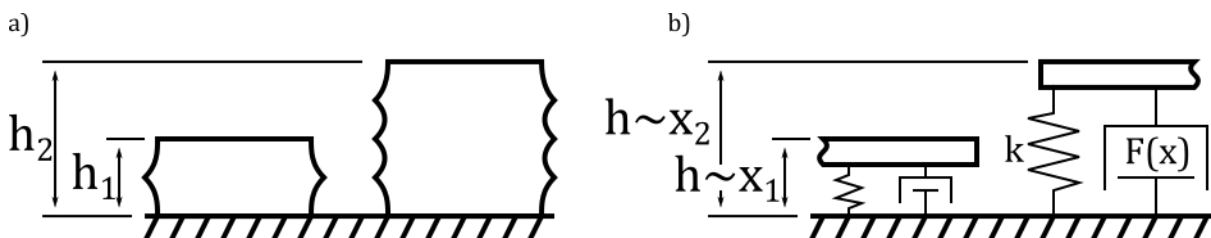
Chcąc zaprojektować pozycjoner w rozumieniu generatora przemieszczeń, staje się przed metodologicznym problemem wytworzenia przemieszczenia. Zagadnienie jest nieco prostsze w tych przypadkach, gdy w kontrolowany sposób generować można siłę wprost wykonującą pracę. Wówczas możliwe jest opisanie przemieszczenia wyłącznie przez siłę, która z kolei jest funkcją jakiejś innej wielkości fizycznej. Przez analogię do systemów pozycjonowania nazwę tę funkcję funkcją mapowania $M()$ położenia dla wielkości fizycznej x :

$$M(x) = K(F(x)), \quad (3)$$

gdzie $K()$ będzie funkcją przełożenia siły na przemieszczenie, zależną od rozkładu pola sił (liniową dla pola potencjalnego), zaś $F()$ określa zależność charakterystyczną dla wybranej generacji siły (Rysunek 4). Przyjmując, że $K()$ jest liniowa (co dla liniowych układów mechanicznych jest prawdziwe), a funkcję $F()$ linearyzuje się ze względu na siłę, to funkcja mapowania przedstawia się jako iloczyn sztywności układu k i przyłożonej siły:

$$M(x) = kF. \quad (4)$$

Właściwe metody aktuacji zostaną omówione dokładnie w rozdziale 2.2.



Rysunek 4 Ideowo przedstawiona różnica pomiędzy wzorcem pasywnym (a) a aktywnym, realizującym wielkość na podstawie przetworzenia (b).

1.6.3. Elektromechaniczne mikroprzrządy operacyjne

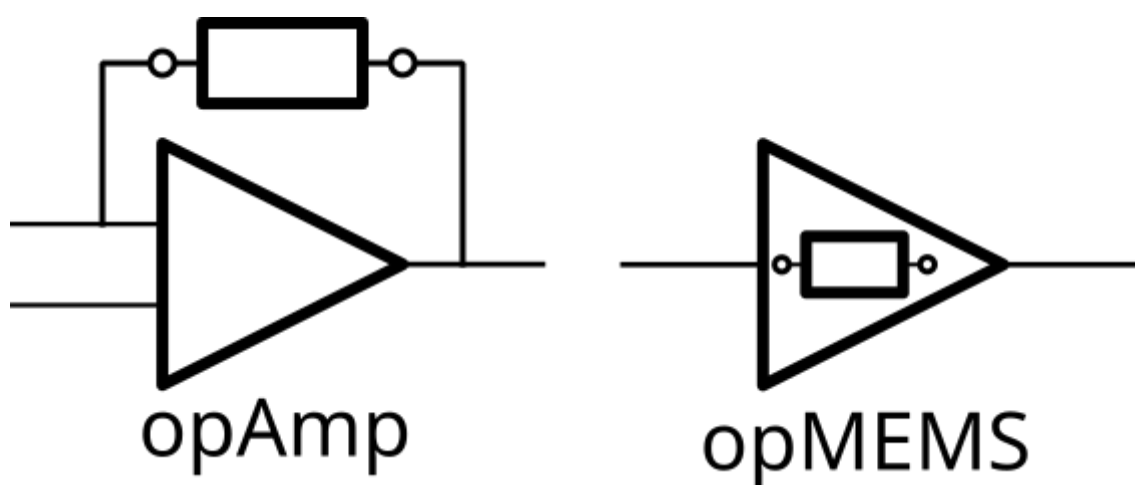
W podrozdziale 1.6.1 wymieniono najważniejszą zaletę realizacji aktywnego wzorca długości, czyli możliwość wykonania operacji arytmetycznej porównania na poziomie zjawiska fizycznego. Przypominając sobie z rozdziału 1.3 zasadniczy opis maszyny analogowej można zauważyć, że zaproponowana została właśnie analogowa maszyna potencjalnie zdolna do prowadzenia działań arytmetycznych dodawania i odejmowania na grupie liczb rzeczywistych – możliwe jest bowiem zwiększanie lub zmniejszanie zadanego przemieszczenia w trybie ciągłym. Przemieszczenie może być wykrywane zewnętrznie – za pomocą kolejnego przyrządu pomiarowego – jednak istotniejsza jest wewnętrzna zmiana odległości.

Jeżeli zmianie tej podlega element wrażliwy na odległość, wówczas możliwe jest badanie jego właściwości przetwornikowych. Konieczne jest wówczas zapewnienie połączenia innych sygnałów, np. elektrycznych. W literaturze nie zostały opisane platformy służące dokładnie takiemu celowi. Znaleźć można rozwiązania techniczne nanopozycjonerów do testowania właściwości mechanicznych [40], ale nie zjawisk wielowymiarowych.

Zdefiniuję taki przyrząd, jako operacyjne mikrouządzenie elektromechaniczne (*opMEMS*). **Użytkowy przyrząd *opMEMS* składa się z platformy MEMS oraz nanostruktury umieszczonej w takim położeniu, by przemieszczenie MEMS-a wpływało na jej wybraną właściwość.** Różni się on od klasycznych MEMS-ów celową definicją obszaru, w którym umieszczana ma być nanostruktura. Obszar ten ma charakter uniwersalny – możliwy jest montaż dowolnej nanostruktury. Jej wybór dopełnia *opMEMS-a* i determinuje jego działanie.

Nazwa wynika z podobieństwa do opisywanego wcześniej wzmacniacza operacyjnego, w którym również funkcja determinowana jest przez dodatkowy element, wprowadzany do układu dopiero podczas aplikacji (Rysunek 5). Są to elementy zasadniczo różne co do swojej roli, bowiem w układzie wzmacniacza operacyjnego dokonuje się zamknięcia pętli sprzężenia zwrotnego za pomocą elementu zewnętrznego; staje się wówczas wzmacniaczem realizującym konkretną operację arytmetyczną. MEMS operacyjny nabiera swojej roli przez umieszczenie nanoelementu wewnątrz swojej konstrukcji; staje się wówczas przetwornikiem wybranej wielkości.

Zaproponowane w tej pracy *opMEMS*-y przyjmują formy belek utwierdzonych jednostronnie oraz dwustronnie (mostków). Ich zbiór został przedstawiony w tabeli 1. Przykłady zastosowań *opMEMS*-ów obejmują pomiary właściwości mechanicznych, elektrycznych i mechatrycznych nanodrutów. Pokazowym zastosowaniem *opMEMS*-ów jest pomiar zjawiska emisji polowej i związanych z nim efektów termicznych w nanoskali – efekt dotychczas nie został przedstawiony przez żadną grupę badawczą na świecie. Był on celem projektu Narodowego Centrum Nauki „Nanometrologia efektu Nottingham prowadzona operacyjnymi układami mikro-elektromechanicznymi” w konkursie Opus19, którego autor rozprawy był stypendystą.



Rysunek 5 Podstawowy schemat połączenia przyrządu operacyjnego – elektronicznego wzmacniacza operacyjnego i mikroelektromechanicznego przyrządu operacyjnego.

1.7. Cel pracy

Celem pracy jest opracowanie technologii elektromechanicznych mikrouządzeń operacyjnych – opMEMS.

Rozumie się przez to zaproponowanie topologii, technologii i praktyki pomiarowej. opMEMS stanowi platformę pomiarową złożoną z mikrouządzenia wykonanego w technologii MEMS oraz nanourządzenia elektromechanicznego (NEMS) zintegrowanego wewnątrz platformy.

Tezą pracy jest możliwość przeprowadzenia pomiaru zjawiska nieujmowalnego innymi metodami pomiarowymi – efektu Nottinghama – przez zastosowanie opMEMS-ów. Fizyka zjawiska zostanie dokładnie omówiona w rozdziale 8, jednak konieczne jest zaznaczenie, że rzeczony efekt opiera się na zmianach ciepła o bardzo niewielkich wartościach zachodzących jednocześnie z innym trudnym w pomiarze zjawiskiem – emisją polową.

Na podstawie przedstawionych opisów procesu pomiaru wywodzę, że zastosowanie wzorca w postaci właściwej struktury, która zadawać będzie przemieszczenie, eliminuje konieczność żmudnego i wprowadzającego błędy procesu porównania. Wykorzystanie jako przyrządu pomiarowego analogowego przetwornika wielkości elektrycznych i nieelektrycznych, który może prowadzić operacje arytmetyczne na sygnałach fizycznych sprawia, że błąd porównania wielkości zostaje uwzględniony wyłącznie jednorazowo w ciągu całego procesu pomiarowego.

Innymi słowy, zarówno odniesienie położenia jak i przedmiot pomiaru zawarte są w jednym analogowym urządzeniu, działającym w skali porównywalnej z mierzonym zjawiskiem. Z tego względu każdy *opMEMS* stanowi spójny system pomiarowy zamknięty w jednym urządzeniu.

Urządzenia zostaną scharakteryzowane przy zachowaniu spójności pomiarowej, wobec czego otworzą możliwość prowadzenia spójnych pomiarowo badań w nanoskali. Nie zostało to dotychczas osiągnięte przez żadną grupę badawczą, w szczególności metrologiczną, na świecie.

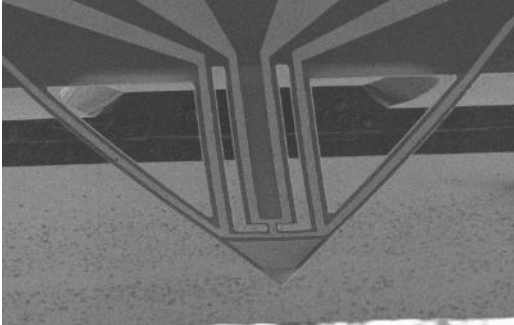
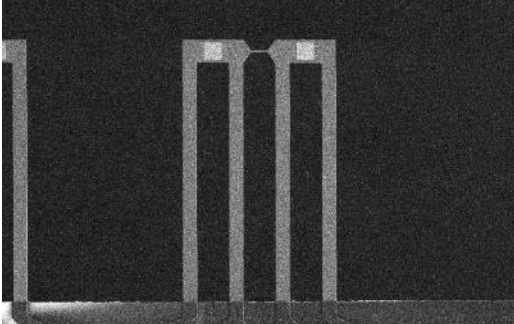
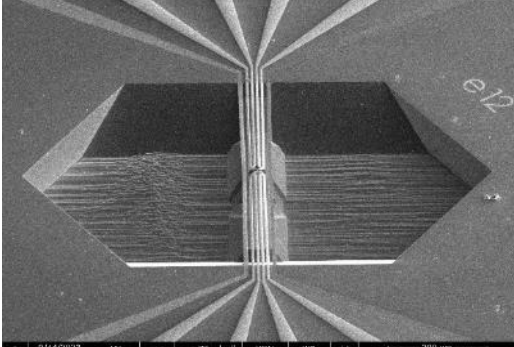
W kolejnych rozdziałach zostaną przedstawione następujące zagadnienia, wszystkie kluczowe dla syntezy kompletnego układu pomiarowego:

- w pierwszej kolejności zostaną omówione zagadnienia konstrukcyjne i użytkowe MEMS-ów i planowanych *opMEMS-ów*,
- następnie zostanie przedstawiony dokładny opis nanostruktur możliwych do zastosowania w *opMEMS-ach*,
- omówione zostaną metody integracji NEMS-ów wewnątrz MEMS-ów, wraz z aspektami technicznymi koniecznymi dla realizacji zadania,
- przedstawione zostaną pomiary założonych w tezie zjawisk emisji polowej z pojedynczych nanodrutów oraz efektu Nottinghama, niemożliwe do przeprowadzenia innymi metodami pomiarowymi – przykłady gotowych przyrządów przedstawia tabela 1.

Wszystkie wymienione zagadnienia należą do doświadczeń autora rozprawy, który zagadnienia te rozwiązywał, rozwijał lub (jak w przypadku technologicznego wykonania przyrządów) był aktywnym świadkiem zachodzących procesów.

opMEMS-y stanowią platformę pomiarową również dla ustalenia bardziej standardowych wielkości, takich jak stałe materiałowe w nanostrukturach. W tym celu osobny rozdział zostanie poświęcony omówieniu klasycznych metod pomiarowych. Metody pomiaru rezystywności, wytrzymałości mechanicznej czy zjawisk termicznych pozwolą na porównanie z pomiarami tych samych wielkości za pomocą *opMEMS-ów*.

Tabela 1. Przykładowe przyrządy *opMEMS* wykorzystane w toku prac przedstawianych w rozprawie. Przedstawione przykłady zostaną omówione szerzej w końcowej części rozprawy.

Przyrząd	Obraz mikroskopowy	Nanostruktura	Zastosowanie
<p>Belka mocowana jednostronnie z asymetryczną belką odniesienia <i>opMEMS</i>-kanapka</p>		<p>Nanodrut FEBID</p>	<p>Próba rozciągania z pomiarem rezystancji – wykazanie gigantycznego efektu piezorezystancyjnego</p>
<p>Belka mocowana jednostronnie z symetryczną belką odniesienia <i>opMEMS-SOI</i></p>		<p>Emiter polowy FEBID</p>	<p>Pomiar prądu emisji polowej z nanoemitera FEBID połączony ze zmianą odległości emiter-ekstraktor</p>
<p>Belka mocowana dwustronnie z odniesieniem wewnętrznym <i>opMEMS-Si3N4</i></p>		<p>Termorezystor FEBID z emiternem polowym</p>	<p>Pomiar zmiany temperatury emitera w czasie zachodzenia emisji polowej</p>

2. Projektowanie przyrządów *opMEMS*

2.1. Założenia projektu przyrządów

We wstępie przedstawiono cel rozprawy, którego istotą jest rozwinięcie i zastosowanie urządzeń nowej klasy *opMEMS*. Wobec tego niezbędne jest wypracowanie pewnego zbioru najlepszych praktyk⁷. Rozdział ten będzie stanowił opis założeń oraz spełniającego je rozwiązanie.

Zgodnie z przedstawioną w rozdziale 1.7 definicją, przyrząd *opMEMS* składa się z platformy MEMS oraz zagnieżdżonej nanostruktury. Aby zagnieżdżenie było możliwe, koniecznym jest przewidzenie w konstrukcji *opMEMS-ów* **obszaru zainteresowania (OZ)**, w którym umieszczona zostanie nanostruktura. OZ musi być wielkości adekwatnej do mocowanej nanostruktury, więc co najwyżej 1 μm . Jeśli w dalszych częściach rozprawy będzie mowa o przemieszczeniu przyrządu bądź efektora, należy pod tym rozumieć przemieszczenie realizowane w OZ, przekładające się na pomiar właściwości nanostruktury.

Urządzenie musi umożliwiać kontrolowaną, powtarzalną i opisywalną (deterministyczną) metodę aktuacji. Osiągalne muszą być zmiany odległości w zakresie od pikometrów do mikrometrów. Umożliwia to badanie przykładowo takich zjawisk, jak: emisja polowa (o przebiegu wykładniczym prądu w funkcji odległości elektrod) czy efekty piezorezystywne (wykazujące liniowo zależną zmianę rezystancji od zmiany stanu naprężeń).

Powyższe wymagania można sformułować w postaci następujących założeń projektowych:

Założenie 1 – Do realizacji zadań w różnych środowiskach i z różnymi czułościami, **przyrząd powinien posiadać więcej niż jeden rodzaj aktuatora**. W dalszym opisie wskazane zostanie, jakie pożądane cechy są posiadane przez każdą z metod.

Założenie 2 – Konieczne jest, aby realizacja zmian odległości odbywała się według trajektorii w postaci znanych funkcji zadanych parametrów; pożądane jest, aby postaci tych funkcji były jak najprostsze. **Przemieszczenie musi być realizowane pomiędzy elementami możliwymi do zbliżenia na odległość nie większą niż mikrometr, aby możliwe było zamocowanie badanego elementu**.

Założenie 3 – Urządzenie musi integrować doprowadzenie sygnałów elektrycznych do OZ. Tylko w ten sposób możliwy będzie pomiar parametrów elektrycznych symultanicznie z realizacją przemieszczenia. **Minimalna liczba kontaktów elektrycznych to dwa wymagane do zamknięcia obwodu; bardziej dokładne badania wymagają pomiarów co najmniej czteropunktowych**.

Założenie 4 – Jednakże urządzenie musi przewidywać możliwość integracji bardziej złożonych układów i sensorów wielkości elektrycznych (takich jak czteropunktowe układy pomiarowe, układy termorezystywne i inne). Z tego względu **OZ musi być wyposażony w dodatkowe doprowadzenia sygnałów elektrycznych**.

Założenie 5 – Na koniec urządzenie musi umożliwiać wykonywanie nanomanipulacji⁸, którymi w OZ zostanie dostarczony właściwy element badany. Implikuje to kilka ważnych szczegółów konstrukcyjnych. **Urządzenie nie może być zamknięte, musi posiadać doprowadzenia elektryczne wykonane w sposób niezakłócający prowadzenia manipulacji**.

⁷ Zbiór najlepszych praktyk (ang. *best practices*) jest funkcjonującym powszechnie określeniem na nieściśle technologiczne doświadczenia, istotne jednak dla działania w danym zakresie. Wobec ustalonego technologicznego *status quo*, zbiory najlepszych praktyk stają się celem badań samym w sobie, *know-how* staje się bowiem istotniejszy od dynamicznego rozwoju technologii. Przykładem niech będą owoce prac instytucji metrologicznych w projektach europejskich w postaci właśnie zbiorów najlepszych praktyk [323].

⁸ Termin ten poniekąd jest kalką z języka angielskiego za (ang. *nanomanipulation*). W języku polskim „manipulacja” kojarzy się jednoznacznie z moralnie naganną praktyką, chociaż wciąż pierwszym znaczeniem według SJP pozostaje „wykonywanie precyzyjnych czynności ręcznie lub za pomocą narzędzia trzymanego w rękę; też: ta czynność”. Z tego tytułu w pełni uprawnione jest dodanie przedrostka nano-, który wyraża skalę działań ręcznych. Manipulacja, jako pojęcie szersze, znakomicie zastępuje szereg opisów czynności, w tym: przenoszenia, mocowania, odrywania czy zmiany pozycji.

2.2. Metody aktuacji wykorzystywane w przyrządach opMEMS

Na początku tego rozdziału przyjmę następującą definicję aktuacji: (*def.*) aktuacja to proces odwracalnej zmiany stanu mechanicznego układu dynamicznego. Stan opisany zostanie przez położenie z , prędkość \dot{z} (pierwsza pochodna położenia po czasie) oraz przyspieszenie \ddot{z} (druga pochodna położenia po czasie)⁹. opMEMS-y są belkami, a te mogą być przybliżane w opisie za pomocą modelu prostego oscylatora harmonicznego. W tym modelu punktowa masa drgająca m oddziałuje siłą bezwładności (masa pomnożona przez przyspieszenie) na zawieszenie o sprężystości k wychyłane od położenia równowagi o dystans z :

$$m \frac{d^2 z}{dt^2} + kz = 0. \quad (5)$$

Szywność k jest współczynnikiem liniowej sprężystości elementu i jest wyliczana z ilorazu siły oraz wywołanego nią przemieszczenia, a jej wymiarem są niutony na metr. Warto zauważyć, iż równanie (5) jest to w istocie opis stanu równowagi sił – w tym przypadku bezwładności i sprężystości. Podane równanie opisuje dowolny układ drgający, a jego rozwiązaniem (to znaczy funkcją położenia zależnego od czasu $z(t)$ spełniającą to równanie) jest sinusoida, której okresem jest $2\pi/\omega_0$, gdzie ω_0 to pulsacja drgań własnych równa pierwiastkowi z ilorazu k/m .

Tym, czego wzór (3) nie uwzględnia, jest tłumienie, niezmiennie obecne we wszystkich rzeczywistych układach drgających. W większości struktur drgających w ośrodku będzie to przede wszystkim tarcie wiskotyczne proporcjonalne do prędkości [41]. Uzupełnić można więc równanie (5) o siłę tłumienia zależną od bezwładności m i współczynnika tłumienia β . Przedstawione zostanie w formie skróconej, gdzie pochodne są liczone w odniesieniu do czasu:

$$m\ddot{z} + m\beta\dot{z} + kz = 0 \quad (6)$$

Tłumienie powodować będzie gaśnięcie drgań, czyli spadek ich amplitudy do zera. Rozwiązaniem równania (6) jest iloczyn sinusoidy i funkcji eksponencjalnej, zbliżonej do 0. Zależnie od współczynnika tłumienia, oscylacje mogą zachodzić przez pewien czas (wówczas tłumienie jest podkrytyczne) lub przez czas krótszy od pojedynczego okresu drgań (wówczas tłumienie jest nadkrytyczne).

Tłumienie drgań w MEMS-ach objawia się także w postaci innych zjawisk. Obserwowany jest wpływ tarcia wewnętrznego – materiałowego, którego źródła upatruje się w defektach [42], tarcu termoelastycznym [43,44] i mechanizmach odkształceń cienkich warstw [45]. Zazwyczaj efekty te są zaniebawane z powodu proporcjonalnie małego wpływu na parametry dynamiczne urządzenia, choć ich detekcja i selekcja również jest przedmiotem badań [46].

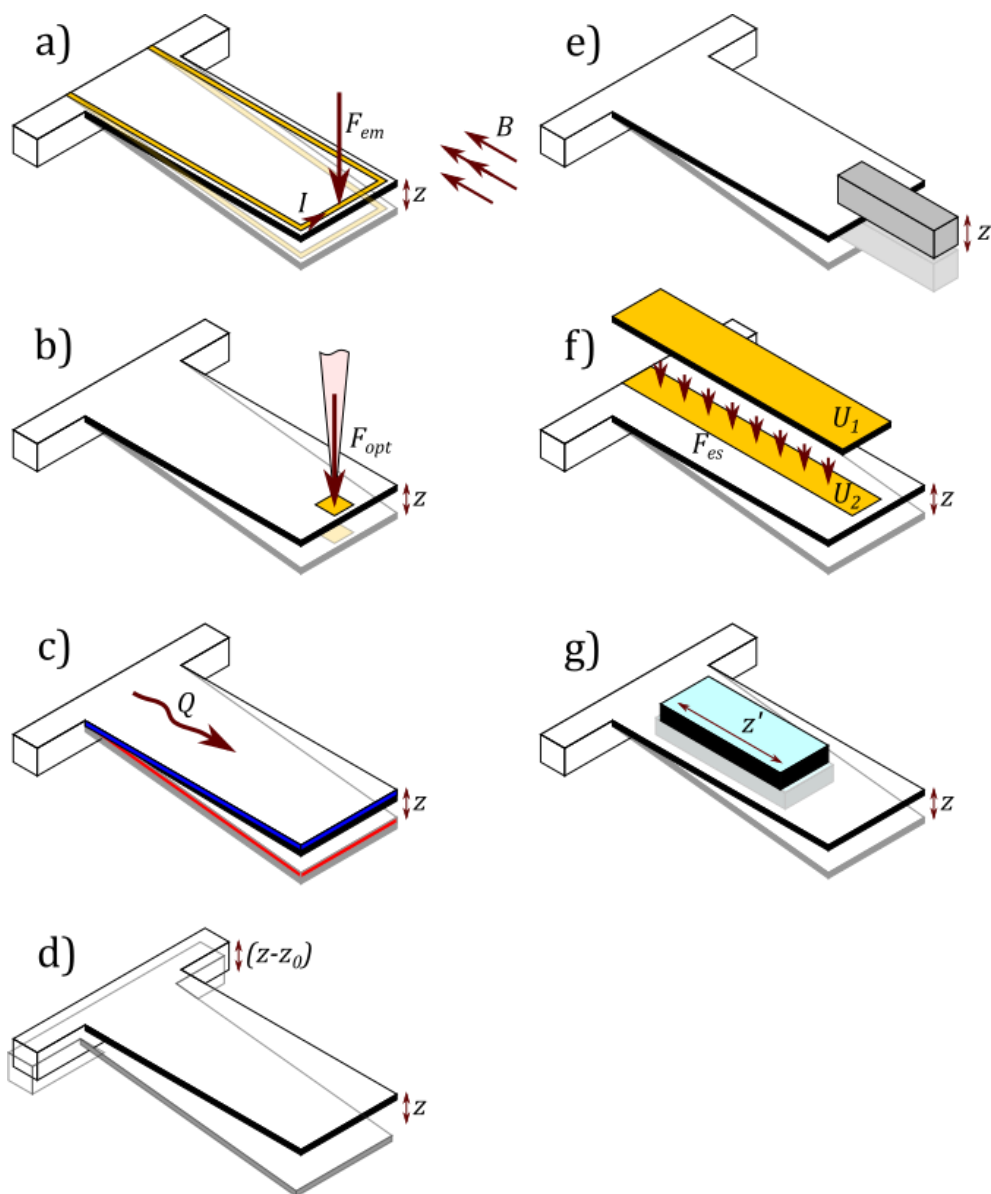
Podtrzymanie drgań gasnących wymaga zastosowania dodatkowej siły, która wykona pracę przeciwko tłumieniu. Jej amplituda wynosić będzie F . Wiadomo, że rozwiązaniem równania (6) jest sinusoida, toteż siła musi być również modulowana sinusoidalnie:

$$m\ddot{z} + m\beta\dot{z} + kz = F \sin(\omega_F t). \quad (7)$$

Jeżeli pulsacja siły ω_F odpowiada pulsacji drgań własnych ω_0 , wówczas zachodzi zjawisko rezonansu.

W kolejnych podrozdziałach zostaną opisane metody aktuacji możliwe do zastosowania w przypadku MEMS-ów. Podzielone zostały ze względu na charakter aktuacji w dziedzinie częstotliwości (tzw. zmiennie- i stałosygnalowa) oraz ze względu na mechanizm fizyczny odpowiedzialny za generację siły. Spośród wymienionych metod, cztery zostały zastosowane w analizie i syntezie opMEMS-ów przeprowadzonej w ramach tej pracy (elektromagnetyczna, optomechaniczna, termomechaniczna, akustyczna), pozostałe wymagają jednak wspomnienia ze względu na ich istotną rolę w technologii.

⁹ Ustalenie tego pojęcia jest szczególnie istotne ze względu na znaczenie zmienne w zależności od kontekstu. Dotychczas określenie to padło kilkakrotnie i prawdopodobnie zostało intuicyjnie odczytane przez czytelnika jako „wprawianie w ruch”. Intuicja jest o tyle poprawna, że słowo, choć zapożyczone do języka polskiego podwójnie z niemieckiego jako porzucony już „aktor” i z angielskiego jako właśnie aktuator, w pierwotnym łacińskim znaczeniu oznaczało właśnie „wprawiać w ruch” (łac. *actuare*). Stan obiektu może zostać wyznaczony przez określenie wszystkich wielkości charakterystycznych – przyspieszenia, prędkości i położenia. Zmiana dowolnej z nich wymaga wykonania pracy, to jest użycia pewnej siły.



Rysunek 6. Schematyczne przedstawienie popularnych form aktuacji wykorzystywanych w technologii MEMS: elektromagnetyczna (a), optomechaniczna (b), termomechaniczna (c), akustyczna (d), taktylna (e), elektrostatyczna (f), piezoelektryczna (g). Aktuacja eksperymentalna nie została przedstawiona w szkicu ze względu na wielką rozpiętość możliwych do zastosowania mechanizmów.

2.2.1. Aktuacja elektromagnetyczna

W aktuacji elektromagnetycznej źródłem aktuacji jest siła elektrodynamiczna (Rysunek 6a) działająca na przewodnik o długości d , z prądem o amplitudzie I , w polu magnetycznym o indukcji B , dana w postaci wektorowej [47]:

$$\overline{F_{em}(t)} = d\vec{I} \times \vec{B}. \quad (8)$$

Wynika stąd bezpośrednio, że, by siła działała w kierunku drgań oscylatora, przewodnik musi znaleźć się w płaszczyźnie normalnej do wektora pola magnetycznego, dąży się również do kąta pomiędzy przewodnikiem a polem wynoszącego 90° . Wartość siły jest wówczas prostym iloczynem wartości I oraz B .

Urządzenia aktuowane elektromagnetycznie projektuje się w taki sposób, by integrowały przewodnik z prądem. Jego umieszczenie wpływa na punkt przyłożenia siły do urządzenia. Siły oddziałujące na asymetrycznie położone linie są równe co do wartości i przeciwne co do zwrotu, dzięki czemu zachodzi możliwość prowadzenia przewodów neutralnych oraz powodujących powstanie siły.

Rozdzielczość aktuacji elektromagnetycznej charakteryzowana jest przez znajomość wartości elementów równania (8) oraz ich szum. Jako że pomiarowo możliwe jest wyznaczenie wartości siły (co omówiono w rozdziale 3.4), to wyrażenie iloczynu wielkości I oraz B dla stanu ustalonego ($\omega = \text{const.}$) jest możliwe wyłącznie przez wartość amplitudy prądu. Wówczas niepewność metody $\delta_{F_{em}}$ może być określona przez niepewność źródła prądowego δ_d i pomiaru siły δ_F :

$$\delta_{F_{em}} = \sqrt{\delta_d^2 + \delta_F^2}. \quad (9)$$

Rozdzielczość aktuacji elektromagnetycznej zależy od szumu wartości skalarnych trzech składników równania (8) oraz wielkości uwikłanych w postaci wektorowej. Te ostatnie są niemierzalnie małe, z tego względu odrzucić można je z analizy. Długość będzie podlegać zmianom wynikającym z szumu termomechanicznego sieci krystalicznej, co również stanowi zmianę na poziomie nie większym niż pojedyncze części na milion. Szum indukcyjności pola magnetycznego zależy od stabilności wykorzystanego źródła (najlepiej magnesów trwałych) i magnetycznego szumu tła, z czego jednak pierwsza wartość jest zanedbywalnie mała, zaś druga może być jednak zredukowana przez wprowadzenie odpowiedniego ekranowania [48–51]. Szum sygnału prądowego zależy bezpośrednio od parametrów wykorzystanego źródła prądowego i elektromagnetycznego szumu tła. Te wielkości z reguły stanowią największą część budżetu szumów i zostaną dokładnie opisane w części pomiarowej.

Powracając do opisu oscylatora harmonicznego należy przedstawić jawną postać równania przy założeniu prostopadłości wektorów I i B , gdzie siła elektrodynamiczna oddziałuje na masę m :

$$\ddot{z} + \beta\dot{z} + \omega_0^2 z = \frac{dIB}{m}. \quad (10)$$

2.2.2. Aktuacja optomechaniczna

Generacja siły przez promieniowanie elektromagnetyczne jest zjawiskiem przewidywanym jeszcze przed sformułowaniem teorii korpuskularno-falowej. Foton – posiadający masę relatywistyczną, więc i pęd – w momencie zmiany prędkości przez obiekt na swojej drodze wywiera nań nacisk [52]. W zależności od relacji fotonu z obiektem może on zostać transmitowany (T), pochłonięty (A) lub odbity (R); oddaje on wówczas odpowiednio ułamek pędu (odpowiedni dla stopnia załamania), cały pęd lub jego podwójną wartość. Dla strumienia świetlnego o mocy P_{opt} padającego na lustrzaną powierzchnię pod kątem θ w obszarze plamki S , siła wynosić będzie [53]:

$$F_{opt} = \frac{P_{opt} \cos\theta (2R + A)}{c} S, \quad (11)$$

Gdzie współczynniki absorpcji i odbicia (odpowiednio A i R) są normalizowane do 100% mocy wiązki padającej, a c jest prędkością światła w próżni (Rysunek 6b).

Pochłonięcie fotonu przez materiał implikuje współwystąpienie dwóch zjawisk: aktuacji optomechanicznej i termomechanicznej. Jeżeli materiał nie jest idealnie refleksyjny lub transparentny, wówczas absorbowana energia może zostać przekształcona w ciepło. Zachodzi wówczas aktuacja termomechaniczna, opisana dokładnie w kolejnym podrozdziale. Choć eksperymentalne rozróżnienie obu zjawisk jest problematyczne, to jest możliwe pewnymi metodami np. przez zmianę kierunku działania siły, co działa tylko dla pewnej klasy struktur [54].

Wartości sił generowanych przez aktuację optomechaniczną są niewielkie w porównaniu do wytwarzanych za pomocą aktuacji elektromagnetycznej, mają jednak szansę być obciążone mniejszymi niepewnościami [55,56].

Metodę aktuacji za pomocą strumienia świetlnego autor pracy uważa za złożoną w realizacji technicznej. Doprowadzenie sygnału do powierzchni struktury drgającej wymaga stosowania precyzyjnego układu optycznego, co może stanowić utrudnienie w pewnych układach (na przykład mikroskopii elektronowej); teoretycznie możliwe jest również zastosowanie technik bliskiego pola

optycznego, np. SNOM (ang. *scanning near field optical microscopy*, skaningowa mikroskopia bliskiego pola optycznego), lub zintegrowanego układu fotonicznego [57,58]. Choć układy takie technicznie mogą być zrealizowane, to według najlepszej wiedzy autora taka próba nie została podjęta.

Druga trudność wynika z często trudnych do ustalenia parametrów optycznych warstw składowych *opMEMS*. Choć istnieją opracowania właściwości optycznych cienkich warstw materiałów technologicznych, to określenie właściwych parametrów urządzenia musi być uzależnione od procesu technologicznego [59]. Wobec powyższego, określenie dokładnej wartości siły wymaga dokładnej kalibracji własności optycznych warstw. Kalibracja przez wychylenie struktury może dostarczyć nieprawidłowe wyniki, jako że część energii może zostać pochłonięta przez strukturę i przekierowana w aktuację termomechaniczną. Zapobiega się temu, integrując, kiedy tylko jest to możliwe, w strukturze warstwę materiału o znanych właściwościach optycznych – na przykład cienkowarstwowe złoto.

Z powodu wymienionych problemów, ten rodzaj aktuacji pozostaje na razie niszowym, choć rozwijającym się. Konstruowane są sensory wykorzystujące rzeczony efekt oraz aktuatory, których projekt uwzględnienia jego występowanie [58,60,61]. Według najlepszej wiedzy autora nie powstał jeszcze aktywny układ MEMS wykorzystujący aktuację optomechaniczną jako główne źródło aktuacji poza eksperymentalnymi układami Katedry Nanometrologii PWr, choć istnieją już precyzyjne systemy pomiarowe tego typu [62–64]. Pasywne przyrządy MEMS, czyli wykorzystujące wyłącznie wiązkę świetlną jako źródło siły, znajdują już zastosowanie w metrologii wymiarowej w postaci wzorców siły i wychylenia zaproponowanych przez NIST (ang. *National Institute of Standards and Technology*) [65].

Powracając do opisu oscylatora harmonicznego należy przedstawić jawną postać równania przy założeniu idealnie refleksyjnej powierzchni i prostopadłej do niej wiązki światła:

$$\ddot{z} + \beta\dot{z} + \omega_0^2 z = \frac{2P_{opt}}{mc}. \quad (12)$$

Kończąc opis oddziaływania optomechanicznego warto wspomnieć, że posiada ono prawdopodobnie najlepszą rozdzielczość ustalania siły (zarazem wychylenia), bowiem zależną wyłącznie od fluktuacji mocy źródła promieniowania δ_p .

2.2.3. Aktuacja termomechaniczna

Zasada stojąca za aktuacją termomechaniczną wynika z niedopasowania odkształceń termicznych w wielomateriałowym elemencie sprężystym. W elemencie idealnie symetrycznym naprężenia cieplne spowodują powstanie stanu wyężenia (ustalonego stanu naprężeń), gdzie naprężenia rozciągające i ściskające w różnych materiałach osiągną punkt równowagi. W elemencie asymetrycznym, równowaga zostanie osiągnięta po powstaniu ugięcia (Rysunek 6c).

Ujęcie ogólnego przypadku wyężenia cieplnego jest niemal niemożliwe, biorąc pod uwagę złożoność możliwych kombinacji. Istnieją modele opisujące membrany bądź belki o n warstwach, z czego najlepiej opisany i najprostszy jest przypadek dwuwarstwowy. Bez dużej straty ogólności, można do niego uprościć wiele bardziej skomplikowanych przypadków konstrukcji MEMSów. Układ taki klasycznie nazywany jest bimetałem, bardziej poprawnie – biwarstwą lub, bardziej ogólnie, *bimorfem*. Model wychylenia *bimorfa* przedstawia się następująco [66]:

$$\frac{1}{\rho} = \frac{6\Delta T(\alpha_1 - \alpha_2)(1+g')^2}{g\left(3(1+g')^2 + (1+g'o)\left(g'^2 + \frac{1}{g'o}\right)\right)}. \quad (13)$$

W powyższym równaniu ρ oznacza promień zakrzywienia belki (która wygina się po łuku), $\alpha_{1,2}$ to współczynniki liniowej rozszerzalności termicznej obu warstw, ΔT oznacza różnicę między temperaturą *bimorfa*, a temperaturą, dla której ρ rozbiega do nieskończoności, g to suma grubości warstw, g' to stosunek grubości warstw, natomiast o to stosunek ich modułów Younga. Jak widać, model nie opisuje jako takiej siły, która jest generowana, a przedstawia bezpośrednio wychylenie. Co więcej, model nie uwzględnia działania sił innych niż naprężenia strukturalne. Z tego względu wychylenie zależne jest wyłącznie od parametrów strukturalnych i zmiany temperatury, co czyni je jakościowo różnym od dotychczas omawianych. Sprawia też, że równanie oscylatora harmonicznego (7) zmienia formę na:

$$4 \frac{L^2}{2\rho^3} - 2\beta \frac{L^2}{2\rho^2} + \omega_0^2 \frac{L}{2\rho} = \frac{1}{m}, \quad (14)$$

Dla długości belki L i małych kątów ugięcia (czyli dużych promieni ρ) wychylenie z może być ujęte jako:

$$z \approx \frac{L^2}{2\rho}. \quad (15)$$

Zauważmy, że promień ugięcia jest tu funkcją dwóch zmiennych: czasu i temperatury, wobec tego wychylenie z również. Może to prowadzić do zjawiska rezonansu parametrycznego [67,68].

Ze względu na problematyczną ocenę parametrów mechanicznych cienkich warstw składających się na strukturę oraz utrudniony pomiar temperatury (i rozkładu temperatury) w obrębie urządzenia, model jest weryfikowalny, ale nie opisuje w satysfakcjonujący sposób przewidywanych właściwości MEMS-a.

Zwiększanie temperatury jest liniowo zależne od dostarczonej mocy (na razie bez większego względu na dokładną jej formę). Jeżeli więc scharakteryzować zależność wychylenia od dostarczonej mocy, wówczas równania (13) i (15) składają się na znacznie uproszczoną postać:

$$z = aQ_{th} = a_1 \frac{dP_{th}}{dt}, \quad (16)$$

gdzie a_1 jest ustalonym empirycznie współczynnikiem proporcjonalności, Q ciepłem, a P_{th} mocą termiczną. Dokładniejszy opis aktuacji termomechanicznej zależy od natury P_{th} . W opinii autora najczęściej wykorzystywane jest ciepło Joule'a wydzielające się na przewodniku o rezystancji R [47]:

$$z = a_1 \frac{dRi^2}{dt}. \quad (17)$$

Mowa wówczas o aktuacji elektrotermomechanicznej (bądź krócej – elektrotermicznej), a struktura MEMS-a musi integrować ścieżkę oporową [69]. Zauważmy, że w ten sposób w pewnych warunkach można w układach termomechanicznych budować również układy aktuowane elektromagnetycznie. Ze względu na problematyczną charakterystykę, początkowo ta metoda aktuacji znajdowała zastosowanie między innymi w przełącznikach bistabilnych [70], ale dokładniejsze modele i metody metrologiczne pozwoliły na lepsze zrozumienie mechanizmu [71], więc przez względną prostotę aplikacji i użytkowania metoda służy do konstrukcji zaawansowanych układów użytkowych i pomiarowych [72,73].

Drugą metodą jest aktuacja optotermiczna, opisana w poprzednim podrozdziale jako efekt niepożądany. Pochłonięte w postaci ciepła promieniowanie elektromagnetyczne może stanowić źródło aktuacji, jednak ze względu na szereg problemów analogicznych do opisanych dokładnie przy aktuacji optomechanicznej, efekt optotermiczny wykorzystywany jest stosunkowo rzadko – między innymi w układach do pozyskiwania energii [74,75].

Należy zauważyć, że aktuacja termomechaniczna wyróżnia się spośród innych metod aktuacji uniwersalnością realizacji dostarczania mocy do aktuatora. Wszystkie wspomniane mechanizmy opierają się na zwiększaniu temperatury ponad stan ustalony (zazwyczaj – warunki otoczenia).

Na koniec warto ocenić błąd wnoszony przez aktuację elektrotermiczną $\delta_{z_{th}}$, która będzie głównie wykorzystywana w konstrukcji *opMEMS*. Zasadniczą jej część będzie stanowić szum źródła prądowego δ_I , obarczony szumem standardowym dla sygnału elektrycznego (równanie 2):

$$\delta_{z_{th}} = \delta_I. \quad (18)$$

2.2.4. Aktuacja akustyczna

Ten rodzaj aktuacji wykorzystuje zewnętrzne drgania mechaniczne propagowane w objętości MEMS-a do wywołania wychylenia (Rysunek 6d). Nie jest możliwe wywołanie w ten sposób aktuacji stałosygnałowej (omówionej w późniejszych rozdziałach), ponieważ wymagałoby to ustalenia stanu stałego jednokierunkowego przyspieszenia. Możliwe jest jednak pobudzenie z dowolnymi częstotliwościami propagowanymi w strukturze; oznacza to naturalne tłumienie drgań o częstotliwości powyżej częstotliwości drgań swobodnych oscylatora [76]. Umieszczenie oscylatora w polu drgań

swobodnych może być przedstawione za pomocą wysokości punktu zamocowania z_0 zmiennej cyklicznie z pulsacją ω , co opisać można jako:

$$\ddot{z} + \beta\dot{z} + \omega_0^2(z - z_0 \sin(\omega t)) = 0. \quad (19)$$

Natężenie siły zależy więc od sprężystości samego elementu i amplitudy pobudzenia.

Ten rodzaj pobudzenia wykorzystywany jest w analizie urządzeń bądź, użytkowo, odzyskiwania energii (ang. *energy harvesting*) [77]. Istotniejszy jest jego wpływ na stabilność MEMSów z powodu akustycznego szumu tła. Drgania przenoszone przez ośrodki ciągłe pochodzące od infrastruktury, aktywności maszyn i ludzkiej stanowią jedno z głównych ograniczeń rozdzielczości układów mechanicznych, a choć stanowi to raczej charakterystykę otoczenia niż urządzenia, to włączenie tej wielkości do rozważań jest konieczne.

2.2.5. Aktuacja taktylna

Analogicznym przypadkiem do aktuacji akustycznej jest aktuacja taktylna¹⁰. Istotą tego rodzaju jest wywołanie przemieszczenia przez „dotyk”, czyli bez znajomości zadanego przemieszczenia lub siły. Przemieszczenie jest wymuszane przez kontakt mechaniczny z innym obiektem, jeżeli sztywność drugiego obiektu jest znacznie większa; w przeciwnym razie ustala się równowaga sił (Rysunek 6e). W kontekście aktuacji taktylnej mowa będzie niemal wyłącznie o pierwszym przypadku. Ze względu na sztywności i – zazwyczaj – masę takiego obiektu, aktuacja harmoniczna jest utrudniona lub może być stosowana z niewielkimi częstotliwościami, głównie prowadzi się jednak aktuację stałosygnalową.

Ten rodzaj aktuacji stosowany jest niemal wyłącznie eksperymentalnie, gdy konieczne jest wywołanie dużego przemieszczenia w celu wprowadzenia jakościowej zmiany w układzie. Pomiarowo tę aktuację wykorzystuje się w mikroskopii sił atomowych (ang. *atomic force microscopy*, AFM).

Aktuacja taktylna wymusza niemal wyłącznie zadane przemieszczenie (lub przemieszczenie równoważne sztywności obu obiektów). Wynika to z nieobecności wzorców sił w nanoskali, jak zostało to wspomniane we wstępie. Metodą wymuszenia siły pozostaje wykorzystanie strumienia cieczy lub ciśnienia parcjalnego, co jest pewnym rozwinięciem aktuacji taktylnej.

Problematyczne jest określenie rozdzielczości aktuacji taktylnej, uważam jednak, że nie jest ona kluczowym parametrem. Jak wspomniano, jest to metoda istotna eksperymentalnie, ale zgrubna, służy do wprowadzenia jakościowej zmiany w stanie układu.

2.2.6. Aktuacja elektrostatyczna

Źródłem aktuacji jest w tym wypadku siła Coulomba występująca pomiędzy naładowanymi okładkami (Rysunek 6f). Jedną z okładek może być sama struktura drgająca [78] lub zintegrowane z nią silniki elektrostatyczne [79]. Siła działająca na równoległe okładki (bez uwzględniania efektów krawędziowych) wynosi [80]:

$$F_{es}(U, z) = \frac{U^2 S \epsilon_0}{2(a_1 - z)^2}, \quad (20)$$

dla U będącego napięciem między okładkami, S powierzchnią jednakową dla obu okładek, ϵ_0 przenikalnością elektryczną próżni, a $(a_1 - z)$ odległością między okładkami. Wynika stąd bezpośrednio, że siła w tym wypadku jest funkcją kwadratową zależną od z – wychylenia MEMS-a. Postać ogólna oscylatora przyjmuje formę:

$$\ddot{z} + \beta\dot{z} + \omega_0^2 z = \frac{U^2 S \epsilon_0}{2m(a_1 - z)^2}. \quad (21)$$

¹⁰ Termin „taktylny” (łac. *tactus* – *tango*, dotykany – dotykać) może być zastąpiony z powodzeniem słowem „dotykowy”, zwłaszcza pod groźbą posądzenia o anglicyzm. Nastawał jednak błąd na pozostanie przy aktuacji taktylnej z trzech powodów: nie jest ona anglicyzmem, a latynizmem z pochodzenia; określenie „dotykowy” zostało silnie powiązane z technologiami haptycznymi czyli dotyczącymi zmysłu dotyku, z którym aktuacja taktylna nie ma do czynienia; na koniec – w polskiej nomenklaturze robotycznej utarło się opisywać czujniki dotykowe właśnie taktylnymi, do czego chciałbym nawiązywać [324].

Niewątpliwą zaletą metody elektrostatycznej jest możliwość wykorzystania jej do jednoczesnej detekcji wychylenia przez pomiar pojemności między okładkami [80]. Trudnością w stosowaniu metody są aspekty techniczne, ponieważ konieczne jest umieszczenie w strukturze MEMS-a dwóch naprzeciwległych okładek. Wymaga to albo wertykalnej budowy w celu wykorzystania powierzchni ścian bocznych – jak powszechnie konstruowane są tzw. napędy grzebieniowe (ang. *comb drive*) [81] – albo wprowadzenia wielowarstwowej budowy urządzenia, co znacznie komplikuje proces produkcyjny [82]. Nieliniowa zależność siły i przemieszczenia od wychylenia ogranicza również znacząco efektywny zakres roboczy urządzenia.

2.2.7. Aktuacja piezoelektryczna

Źródłem aktuacji może być element piezoelektryczny wykorzystujący zjawisko piezoelektryczne odwrotne, w którym pod wpływem przyłożonego napięcia powstają naprężenia w strukturze elementu (Rysunek 6g). Wykorzystanie tego efektu wymaga użycia materiału piezoelektrycznego, co znacząco ogranicza dostępne rozwiązania technologiczne. Niemniej, prowadzone są badania nad nowymi, technologicznie kompatybilnymi materiałami do wykorzystania w aktuacji MEMSów.

Zalety oferowane przez aktuację piezoelektryczną to liniowość działania (z powodu liniowej zależności naprężenia od napięcia) i symultaniczna detekcja wychylenia dzięki prostemu zjawisku piezoelektrycznemu. Wadą jest stosunkowo duża sztywność elementów, powodowana dużymi modułami Younga materiałów piezoelektrycznych i koniecznością przełożenia naprężeń na liniowe odkształcenie. Obejściem tego ograniczenia może być sporządzenie aktuatora rezonansowo połączonego z elementem drgającym, jak w publikacji [83] – jest to jednak aktuacja akustyczna, bowiem aktuator nie wywiera siły na przyrząd. Technologia piezoelektryków pozwala na wytwarzanie układów samowzbudnych czujników i aktuatorów o bardzo dużych rozdzielczościach [84–86].

2.2.8. Eksperymentalne metody aktuacji

Wymienione powyżej metody są w pewnym sensie standardowe; część z nich jest zasadniczo prezentacją pewnej zasady fizycznej w bardzo uproszczonej formie. Trwają prace nad obiecującymi, nowatorskimi metodami aktuacji, z których część objawia się samoistnie jako zakłócenie wykrywane w trakcie innych pomiarów.

Dla przykładu, podobnie jak strumień fotonów może wywierać siłę na powierzchnię, tak i inne wiązki cząstek oddziałują pewnym ciśnieniem. Wiązka elektronów lub jonów skierowana na urządzenie wywrze stały nacisk zależny od energii i prądu wiązki. Efekt jest niepożądany w przypadku pracy na rezonatorze, ponieważ okresowo zmieniana siła (na przykład w wyniku skaningowego charakteru urządzenia elektronowiązkowego) może prowadzić do wzbudzenia rezonansu – co połączone z dużymi wartościami dobroci w próżni prowadzić może do znacznych różnic w położeniu.

Możliwe jest również zastosowanie szybkozmiennego pola elektromagnetycznego do wywołania indukcji siły elektrodynamicznej na podobieństwo elektrycznego silnika obcowzbudnego [87]. Układ taki, choć cechuje się zaletami aktuacji elektromagnetycznej, nie wymaga doprowadzenia przewodnika do właściwego urządzenia, co upraszcza integrację. Zmianę indukcyjności można również wykorzystać jako detektor ruchu [88]. Wadą jest możliwość zastosowania wyłącznie aktuacji elektrostatycznej.

Podążając analogią do silników elektrycznych, można umieścić w urządzeniu element magnetyczny aktuowany zmianą zewnętrznego pola magnetycznego. Układy takie są stosunkowo popularne ze względu na szerokie zastosowania związane w dużymi siłami i stabilność mechaniczną – mikropompy czy nastawy zwierciadeł to tylko kilka przykładów [89,90]. Umieszczenie elementu magnetycznego czyni również układ kandydatem na urządzenie do pozyskiwania energii z otoczenia (ang. *energy harvester*, w wolnym tłumaczeniu – zbieracz energii) [91]. Naturalnie konstruuje się również magnetomechaniczne czujniki pola magnetycznego. Ograniczeniem w rozwoju tego typu aktuacji jest technologia cienkich warstw magnetycznych.

Specyficznym zastosowaniem są cienkie warstwy zdradzające właściwości magnetostrykcyjne bądź elektrostrykcyjne. Potencjalnym zyskiem jest zwiększenie czułości urządzenia na zmiany odpowiedniego pola, przez geometryczne wzmocnienie wydłużenia, jeśli materiał –strykcyjny jest jedną z warstw w *bimorfie* [92]. Podobnie jak powyżej, zasadniczym problemem rozwoju tej techniki jest uzyskanie jakościowych warstw magnetostrykcyjnych.

Całą grupę niestandardowych technik będą stanowić również układy tak zwane samowzbudne, czyli odpowiadające oscylacjami na stałą dostarczaną energię. Warunkiem koniecznym wystąpienia samowzbudzenia drgań jest występowanie pętli dodatniego sprzężenia zwrotnego. W przypadku przetworników wielkości nieelektrycznych będzie to związane z taką parą zjawisk, które powodują wzajemnie odwrotne przetwarzanie form energii, na przykład efekt piezoelektryczny i efekt piezoelektryczny odwrotny.

Jednym z lepiej opisanych zjawisk jest aktuacja piezorezystywna. Mechanizm piezorezystywności powoduje zmianę przewodności materiału przy występującym naprężeniu. Jeżeli w wyniku przepływu prądu i wydzielenia się ciepła nastąpi istotne odkształcenie piezorezystora, wówczas zmianie ulega rezystancja, strumień ciepłny zmniejsza się i następuje skurczenie aktuatora [93]. Modelowanie zjawiska w celu przewidzenia docelowych parametrów aktuatora jest zadaniem bardzo trudnym, ale silnik piezorezystywny stanowi obiecującą ścieżkę w nanotechnologii.

Występowanie samowzbudności wymaga występowania złożonego szeregu zjawisk, rzutujących na mechanizm aktuacji. Rozdzielić należy jednak urządzenia samowzbudne od układów, w których występuje aktuacja samowzbudna. W drugim przypadku mechanizm nie jest zależny od zjawiska fizycznego, ale od układu sygnałowego, który wykrywa i wzmacnia częstotliwość drgań własnych oscylatora [94]. Energia dostarczana do całego układu jest więc stała, lecz do samego urządzenia-oscylatora dostarczona zostaje w postaci przemiennej. Kwestią filozoficzną pozostaje, czy należy tę konstrukcję uznawać za samowzbudną mikrostrukturę.

Za urządzenia samowzbudne można uznać również struktury o lokalnie ujemnej sztywności; właściwość taką wykazują struktury przesztywnione. Urządzenia mogą zdradzać ujemną sztywność tylko pomiędzy dwoma stanami trwale stabilnymi, wykazują więc bifurkację. Jeśli energia wystarczająca do zmiany bifurkacji jest dostatecznie mała, urządzenie może wpaść w oscylacje przy pewnej energii szumu. Określa się je wówczas jako oscylatory stochastyczne [95,96]. Mechanizm, choć nieplanowany, może się przejawiać w takiego typu strukturach, powodując zwiększenie szumu mechanicznego.

2.3. Aktuacja w dziedzinie częstotliwości

2.3.1. Aktuacja zmiennosygnałowa¹¹

Drganiami swobodnymi nazywamy drgania, powstające na skutek naruszenia położenia równowagi układu mechanicznego, który następnie pozostawiony samemu sobie porusza się pod działaniem sił sprężystych i bezwładności, a zbiega do zatrzymania z powodu działania sił tłumienia. W układach z jednym stopniem swobody naruszenie położenia równowagi charakteryzuje się warunkami początkowymi: początkowym wychyleniem z_0 i początkową prędkością \dot{z}_0 . Drgania swobodne można przedstawić bez uwzględnienia siły zewnętrznej $F(t)$. Dla względnie niewielkich odkształceń układu można przyjąć liniowość relacji siły sprężystości do wychylenia, co opisano w rozdziale 1.6.2.

Przetwarzanie energii jest związane nieodmiennie z pewnymi stratami, tak jest i w tym przypadku – każdy okres drgań powoduje stratę pewnej ilości energii. Straty energii następują w wyniku oddziaływania sił innych niż sprężystość układu. Siły te pozostają w relacjach liniowych, stałych lub okresowo ciągłych do wychylenia lub prędkości. Dla urządzeń drgających, jakimi są opMEMS-y, można przyjąć dominujący wpływ sił lepkości ośrodka. Wówczas tłumienie, czyli stosunek energii traczonej w wyniku oscylacji do całkowitej energii oscylatora wyraża współczynnik tłumienia β . W większości

¹¹ Rozdział w oparciu o [97].

przypadków w dalszej części pracy mowa będzie o współczynniku znacznie mniejszym od 1, czyli o drganiach tłumionych podkrytycznie. Oznacza to, że urządzenia te są rezonatorami, czyli istnieje taka częstotliwość drgań, dla której energia drgań jest gromadzona.

Rozwiązaniem ogólnym rezonatora tłumionego o drganiach wymuszonych jest sinusoida o amplitudzie zależnej od siły F , masy drgającej m , współczynnika tłumienia β , pulsacji drgań swobodnych ω_0 i pulsacji drgań wymuszonych ω :

$$z = \frac{F}{m\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 2\beta\omega^2}} \sin(\omega t). \quad (22)$$

Równanie oparte jest na pełnej analizie przedstawionej w [97], w której występuje również człon określający poziom drgań swobodnych niewymuszonych; z powodu jednak wygaśnięcia ich po skończonym czasie, nie są istotne dla prowadzonej analizy.

Ze względu na walory użytkowe, zazwyczaj nie wykorzystuje się parametru β w opisie rezonatorów, a stosuje równoważny mu parametr dobroci rezonatora zwyczajowo oznaczany jako Q . W przeciwieństwie do współczynnika tłumienia, dobroć określa ilość energii zgromadzoną przez rezonans. Wartości Q w powietrzu zależą silnie od sztywności struktury, obszaru powierzchni i rozwinięcia krawędzi, głównym źródłem tłumienia jest bowiem lepkość ośrodka. Wartości Q w próżni zależą niemal wyłącznie od wewnętrznego tłumienia materiałowego, stąd są o wiele większe.

Równanie (22) pokazuje wyraźnie, że w pewnych warunkach nastąpi istotne – rezonansowe – wzmocnienie amplitudy. Efekt ten wykorzystuje się w badaniach przyrządów MEMS, ponieważ większe amplitudy pozwalają na efektywniejszą rejestrację sygnałów przez poprawienie stosunku sygnał-szum. Urządzenie pracujące w trybie rezonansowym jest bowiem filtrem pasmowo-przepustowym o wzmocnieniu energii drgań w paśmie przenoszenia wynoszącym Q , co wynika z definicji dobroci drgań – w stanie rezonansu gromadzona jest energia Q -krotnie większa, niż w oscylatorze poza rezonansem [98,99].

Aktuację zmiennosygnałową wykorzystuje się niemal wyłącznie przy częstotliwościach zbliżonych do rezonansowych, aby wykorzystać naturalnie występujące wzmocnienie sygnału. Jednak w pewnych sytuacjach korzystne jest aktuacja urządzenia z inną częstotliwością. Jedną z nich jest zbyt duża wartość dobroci drgań, mogąca zaburzyć planowe działanie urządzenia. Szczególnie istotne jest to w układach piezoelektrycznych. Inną jest symulacja pracy urządzenia przy wychyleniu statycznym, bowiem będzie ona jednakowa zmiennie- i stałosygnałowo pod warunkiem braku wzmocnienia. Jest to tak zwany tryb *quasi-DC*, w którym, korzystając z narzędzi pomiarowych zmiennosygnałowych, dokonuje się pomiaru właściwego aktuacji stałosygnałowej.

2.3.2. Aktuacja stałosygnałowa

Najprostszym i podstawowym zadaniem stawianym przed ruchomą strukturą mającą pełnić rolę wzorca długości jest odtworzenie pewnego przemieszczenia o zadanej wartości. Jak opisano w rozdziale 1.8, dla osiągnięcia stałego wychylenia układu o pewnej sztywności konieczne jest przyłożenie stałej siły. Stąd też potoczna nazwa tego trybu aktuacji – aktuacja DC – bowiem stała wartość tak wychylenia, jak siły oznaczana jest przez DC (ang. *direct current*, prąd stały). Określenie jest również ważne dla rozdzielania wychylenia statycznego, czyli opisanego w tym podrozdziale przypadku DC, od stanu ustalonego, który może oznaczać stały poziom drgań.

Przemieszczenie wynika z obciążenia siłą F obiektu o sprężystości k :

$$kz = F \quad (23)$$

Oczywiście jest to stan ustalony, którego osiągnięcie jest możliwe przez przyłożenie pewnej siły do urządzenia. Stała czasowa układu drgającego jest głównym ograniczeniem dynamicznym dla ustalania stałego wychylenia w prostym oscylatorze harmonicznym¹². Należy mieć na uwadze, że stan aktuacji DC jest wyidealizowanym przypadkiem, nie uwzględniającym doprowadzenia urządzenia do

¹² Choć jest ograniczeniem dla osiągania dowolnego stanu ustalonego, bowiem pod tym terminem może kryć się również stan drgań o ustalonej amplitudzie.

określonego wychylenia. Czynność ta z oczywistych względów musi następować. Dynamika urządzenia wskazuje, że dla zmiany stanu ustalonego potrzebny jest pewien minimalny okres nazywany stałą czasową. Przyłożenie siły jest równoznaczne ze skokiem jednostkowym przyspieszenia, a tego efektem jest wzbudzenie drgań swobodnych. Ich wygaśnięcie następuje po czasie τ wynikającym z dobroci rezonatora Q i częstości drgań własnych ω_0 [100]:

$$\tau = \frac{2Q}{\omega_0}. \quad (24)$$

Stała czasowa τ jest zasadniczym ograniczeniem dynamiki aktuacji stałosygnałowej, szczególnie istotnym podczas operacji w próżni, gdzie dobroci drgań osiągają wielkie wartości.

2.4. Projekt przyrządów *opMEMS*

2.4.1. Topologia rozwiązania

Przyrząd *opMEMS* musi integrować aktuator oraz punkt odniesienia. Z założenia element musi podlegać oddziaływaniu mechanicznemu – naprężeniom lub odkształceniom wywołanym przez aktuację. W istocie to oddziaływanie przyłożone do obiektu – nie względna zmiana położenia aktuatora – jest parametrem, nad którym potrzeba sprawować kontrolę.

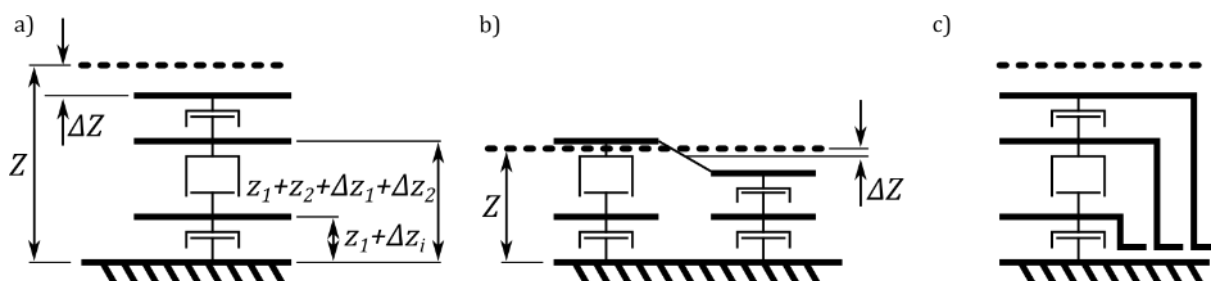
Do tej pory wspomniane były aspekty takie jak rozdzielczość i czułość samego aktuatora oraz metod aktuacji. Nie była jednak poruszona kwestia układu odniesienia, w którym wykonuje się ruch. W klasycznej realizacji, aktuator porusza się względem pewnego obszaru roboczego, połączony z nim za pomocą pewnej obudowy. Rozważmy oddziaływania, jakie wpływają na wzajemną stabilność położenia, przy założeniu na razie absolutnie stałej pozycji aktuatora.

Dla każdego elementu w układzie kinematycznym można napisać funkcję błędu położenia, równoważną dokładności; błąd dotyczy położenia w przestrzeni, ale sprowadzenie go to zagadnienia jednowymiarowego upraszcza rozważania. Rzadko kiedy funkcja błędu położenia jest możliwa do określenia metodami analitycznymi, stąd na podstawie danych eksperymentalnych dokonuje się interpolacji błędu szeregiem Taylora [101], który dla członu i przyjmuje postać:

$$\Delta z_i = n_1 z + n_2 z^2 + n_3 z^3 + \dots \quad (25)$$

Z praktyki inżynierskiej wynika, że przybliżanie błędu wielomianami wyższych rzędów rzadko kiedy poprawia dopasowanie do danych [101]; rozsądnym ograniczeniem jest przyjęcie jedynie dwóch pierwszych wyrażen lub nawet jednego, czyli funkcji liniowej błędu. Oczywiście postać uproszczenia zależy musi od dominującego zjawiska powodującego odchyłkę – a oczywistym i głównym źródłem powstawania odchyłek będą zjawiska termiczne, proporcjonalne do głównego wymiaru. Stąd całkowita odchyłka pozycji ΔZ w manipulatorze o jednym stopniu swobody, osiągającego położenie zadane Z przyjmuje postać:

$$\Delta Z = \sum \frac{\partial Z}{\partial z_i} z_i \quad (26)$$



Rysunek 7. Trzy rozważane układy manipulatora liniowego: z inkrementalnym łańcuchem kinematycznym (a), z równoległym łańcuchem kinematycznym (b) oraz z odniesieniem każdego członu do bazy wymiarowej (c).

Wpływ błędu każdego z członów kinematycznych na całościową odchyłkę zależy od wzajemnej relacji wymiarów elementów. Według [101] przyjąć można metodę zestawiania współczynników w postaci sumy geometrycznej. Metoda jest przekształceniem ciągłym, stąd możliwe jest stosowanie dowolnie małych wymiarów elementów składowych – a w granicy całkowanie po ciągłym połączeniu. Zauważmy również, że suma geometryczna jest liniowo zależna od proporcjonalnej wielkości wszystkich składników. Stąd wniosek, że sumaryczny błąd jest proporcjonalny do wielkości układu kinematycznego, co intuicyjnie wydaje się być poprawne.

W technice manipulatorów problem ten jest rozwiązywany dwojako. Wynikającym z niego paradygmatem projektowania jest utrzymywanie minimum członów wymaganych dla zrealizowania założonej trajektorii. Możliwe jest również zrównoleglenie szeregu kinematycznego, w którym to układzie błędy położenia każdego z łańcuchów wymiarowych nie sumują się do pozycji zadanej, a uśredniają [102] (Rysunek 7).

Z powyższego rozumowania wyciągnąć można wniosek, że najlepsze pod względem rozdzielczości będzie zaprojektowanie wzorca odnoszącego się do bezpośrednio z nim związanej bazy. Poszczególne części urządzenia muszą stanowić dwa punkty odniesienia dla generowanej odległości. Jest to zbieżne z głównym zastosowaniem urządzenia.

2.4.2. Synteza kinematyczna urządzeń

Przeniesienie teorii mechanizmów na grunt *opMEMS-ów* znajduje sens również w szerszym zakresie. Możliwe jest wyrażenie ich działania w języku formalnym kinematyki mechanizmów, jeśli tylko dokonać analizy konstrukcji w celu wyróżnienia brył sztywnych i wiążących je węzłów. Przeniesienie Mechaniki do mikroskali to podejście dotąd niespotykane w kontekście technologii MEMS, jednak uważam je za zasadne, gdy konieczna jest synteza przyrządu o większej złożoności ruchu.

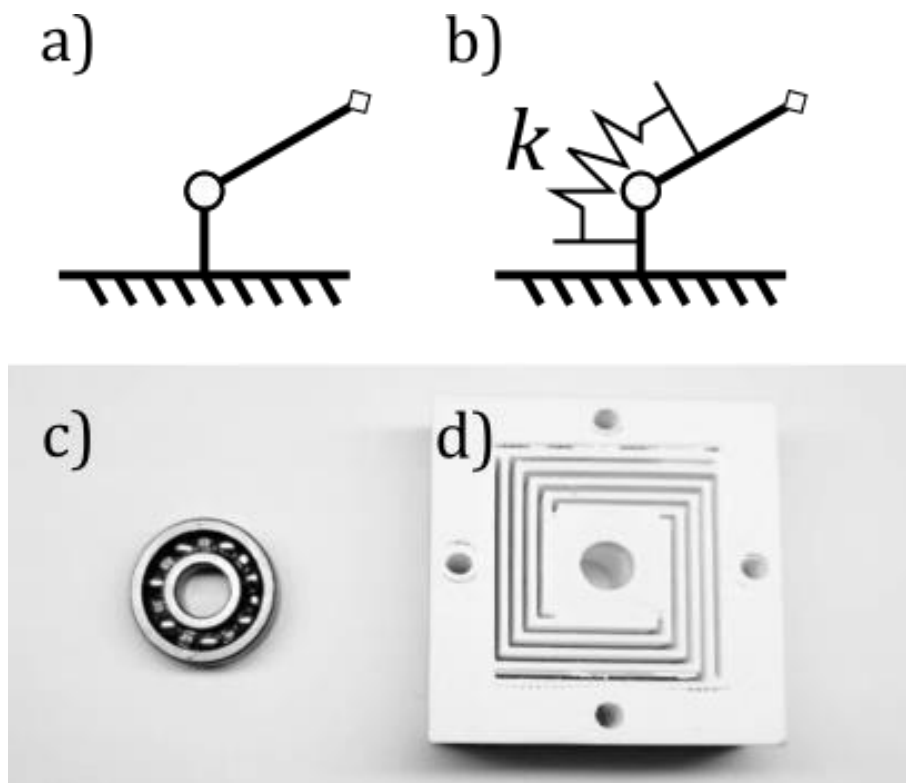
W klasycznym ujęciu układy mechaniczne składają się z brył sztywnych, a operują za wykorzystaniem węzłów kinematycznych, czyli takiego połączenia, które dwóm bryłom sztywnym odbiera określone stopnie swobody – zabrania działań z grupy obrotów i translacji w przestrzeni. Ze względu na uniemożliwienie ruchu względnego, węzły przekazują oddziaływania – siły i momenty sił. Bryły sztywne ani węzły z założenia nie podlegają żadnym oddziaływaniom, których efekty w kinematycznej teorii mechanizmów rozpatrywane są jako elementy przywołanych wyżej błędów położenia. Bryły sztywne zazwyczaj pełnią rolę ramion, toteż będą się do nich w ten sposób odnosić.

Węzły realizowane są za pomocą połączeń dwóch elementów, które w praktyce sprowadza się do połączenia ciernego (ślizgowego) bądź tocznego. Występują również tak zwane mechanizmy giętne (ang. *compliant mechanisms*), w których wykorzystuje się podatność mechaniczną łączników w celu uzyskania stopnia swobody ruchu [103]. Przykładem mechanizmu giętnego jest sprężyna; przykładem mechanizmu giętnego o jednym stopniu swobody jest spiralna sprężyna taśmowa (Rysunek 8).

W skali mikroukładów realizacja techniczna połączeń ślizgowych i tocznych jest awykonalna z powodu nieproporcjonalnie dużych oporów ruchu wynikających z tarcia i adhezji (w tej skali podobnych co do przyczyn fizycznych). Mechanizmy cierne są rozpatrywane w kategoriach mikroukładów jako wzorce mikrotrybologiczne [104–106]. Pozostawia to jedną grupę techniczną węzłów kinematycznych – mechanizmy giętne.

Mechanizmy giętne w sposób niedoskonały odwzorowują węzeł kinematyczny. Ich podatność musi być znacznie większa niż ramion mechanizmu elementów, które wiążą¹³. Wynika stąd, że stała sprężystości węzłów kinematycznych będzie istotnym elementem ruchu realizowanego w mechanizmie na ich podstawie.

¹³ W przeciwnym razie ramiona – bryły sztywne nie mogą być rozpatrywane jako „sztywne”. Choć taki opis byłby bliższy rzeczywistości, to utrudnia opis kinematyczny, bowiem mechanizmy giętne są uogólnieniem kinematycznego modelu na węzły kinematyczne wykonane z podatnych materiałów.



Rysunek 8. Realizacja i porównanie mechanizmu giętnego (b) z mechanizmem klasycznym (a) na przykładzie węzła kinematycznego klasy pierwszej – obrotowego. Węzeł taki jest realizowany przez łożysko obrotowe (c) lub przez sprężynę spiralną (d). Sprężyna została wykonana według projektu autora, posiada zakres ruchu co najmniej 30° od pozycji neutralnej.

Tym samym klaruje się obraz mechanizmu – pozycjonera przedstawionego w podrozdziale 1.8, zasadniczo charakteryzowanego przez funkcję $K()$ wiążącą siłę z przemieszczeniem.

Elementy giętne charakteryzują się sztywnością w każdym ze stopni swobody, która dla każdego z kierunków jest w oczywisty sposób różna. W ścisłym ujęciu należałoby opisywać element właściwym wektorem podatności, co jest bardzo niepraktycznym podejściem, ponieważ elementy te projektowane są celowo dla zapewnienia znaczących różnic w sztywnościach pomiędzy stopniami swobody. W praktyce rozpatrywanie elementu giętnego sprowadzi się więc do tych kierunków, które konstrukcyjnie uznane zostaną za istotne z powodu istniejących oddziaływań.

Najprostszym technicznie realizowalnym elementem giętym jest sprężyna płaska, czyli element belkowy. Element w założeniu odbiera 5 stopni swobody, pozostawiając przemieszczenie w kierunku normalnym do płaszczyzny belki. Węzeł taki zwyczajowo bywa nazywany przegubem. Zakładając obciążenie w postaci siły bądź momentu przyłożonych na końcu belki, otrzymuje się wielomianowo dany profil ugięcia, liniowo zależny od obciążenia. Zauważmy, że już taki prosty mechanizm daje możliwość realizowania założonych na początku tego rozdziału trajektorii. Wobec tego będzie się on składał z dwóch członów – bazy i ramienia – połączonych przegubem w postaci belki.

2.4.3. Realizacja za pomocą belek n-mocowanych

Ustalony w poprzednim rozdziale mechanizm prosty zawierający węzły kinematyczne w postaci belek korzysta z szerokiego opisu belek w mechanice, stanowią one bowiem jeden z podstawowych elementów konstrukcyjnych. By więzy kinematyczne faktycznie odbierały elementowi przestrzennemu 5 stopni swobody, muszą łączyć element kinematycznie nieruchomy. Wynika z tego, że belka musi być umocowana z odebraniem 6 stopni swobody. Nie będą tu rozpatrywane przypadki jarzm, które (wyprzedzając nieco część technologiczną rozprawy) nie mogą zostać efektywnie zrealizowane.

Belka zostanie więc utwierdzona. Jej zamocowanie traktuje się jako nieruchome i nieskończenie sztywne. O wygięciu elementu decyduje poziom naprężeń strukturalnych (ugięcie łukowe), przyłożony moment (wygięcie paraboliczne), siła (wygięcie zgodnie z funkcją trzeciej potęgi długości) lub pole sił (wygięcie zgodnie z funkcją wielomianową czwartego stopnia) [76]. Rozpatrując to w kontekście przedstawionych typów aktuacji, stabelaryzowano kolejne postaci ugięć (Tabela 2).

Zauważmy, że przynajmniej w części z przedstawionych zjawisk przegub jest zarazem aktuatorem. Sumowanie ugięć wywołanych współwystępującymi oddziaływaniami odbywa się na mocy superpozycji oddziaływań mechanicznych [76]. Niezależnie od postaci funkcji ugięcia, przemieszczenie maksymalne (czyli punkt zamocowania ramienia) zależy liniowo od głównego parametru odpowiedniego mechanizmu aktuacji. To co ulega drastycznej zmianie, to strzałka ugięcia φ , skierowana pod kątem wynikającym z pochodnej funkcji ugięcia. Wpływ tego czynnika na położenie OZ jest silnie zależny od długości ramienia.

Przedstawione postaci ugięć uwzględniają przemieszczenie od płaszczyzny belki, nie zaś całościowe przemieszczenie od pierwotnego punktu na tej płaszczyźnie. To trafne spostrzeżenie nakazuje uwzględnienie przemieszczenia w kierunku długości belki, które wynika z zachowania długości po zmianie trajektorii. Jeżeli jednak wychylenia urządzeń są małe, to znaczy co najwyżej trzy rzędy wielkości mniejsze od długości belki, wówczas przemieszczenie w długości jest pomijalnie małą składową.

Tabela 2. Postaci ugięć belki dla przemieszczenia jej końca z oraz strzałki ugięcia φ wywołanych określonymi typami aktuacji w zależności od długości belki x , promienia ugięcia ρ i współczynników a_n .

Funkcja ugięcia:	Strzałka ugięcia:	Forma aktuacji:
$z = a\sqrt{\rho^2 - x^2}$	$\varphi = \frac{ax}{\sqrt{\rho^2 - x^2}}$	Termomechaniczna Piezoelektryczna
$z = ax^2$	$\varphi = ax$	Taktylna (specyficzna)
$z = ax^3$	$\varphi = ax^2$	Taktylna Elektromagnetyczna Optomechaniczna
$z = a_1x^4 + a_2x^3 + a_3x^2 + a_4x$	$\varphi = a_1x^3 + a_2x^2 + a_3x + j$	Akustyczna Elektrostatyczna Optomechaniczna (wiązką rozproszoną)

Warunkiem konstrukcyjnym była również możliwość wywołania przemieszczenia w OZ z najmniejszą odległością nie większą niż mikrometr. Warunek ten jest wymiarem orientacyjnym, a został przyjęty w oparciu o zakresy ruchu *opMEMS-ów* (więcej w rozdziale 5.2). Można wskazać następujące rozwiązania tego problemu.

Ramię mechanizmu może być skierowane w kierunku przeciwnym niż belka i być równe jej długości. OZ pozostaje wówczas w dowolnie bliskim sąsiedztwie utwierdzenia belki. Ze względu na znaczną długość ramienia, większy wpływ na odległość OZ będzie miała strzałka ugięcia belki niż jej maksymalne ugięcie, co może być sytuacją korzystną.

Mechanizm może być wyposażony w więcej ramion, zamocowanych na różnych długościach belki. Z kinematycznego punktu widzenia, jest to struktura równoległa¹⁴. Odległość w OZ pomiędzy dwoma

¹⁴ Ponieważ pozycja kolejnego ramienia jest determinowana przez ugięcie belki względem bazy, nie względem poprzedniego członu, jakby to miało miejsce w belce naprzemiennie ułożonej ze sztywnymi ramionami.

ramionami wynika zarówno ze strzałek ugięcia, jak i położeń punktów zamocowania do belki, co znacznie komplikuje znalezienie właściwej odległości. Oczywiście jeżeli jedno z ramion zamocowane jest do utwierdzenia, wówczas zagadnienie sprowadza się do poprzedniego przypadku.

Rozwiązaniem problemu złożoności położenia dwóch ramion jest symetryzacja struktury. W belce jednostronnie zamocowanej, ugięcie nie jest symetryczne względem żadnego z punktów. Do osiągnięcia takiego stanu konieczne jest zastosowanie belki dwustronnie mocowanej, do której ramiona zamocowane są lustrzanie względem środka symetrii.

Możliwe jest również zastosowanie dwóch belek jednostronnie mocowanych w tym samym celu; wówczas odległość OZ staje się funkcją wychylenia dwu niezależnych układów kinematycznych.

Niezależnie od obranego rozwiązania kinematycznego, paradygmatem projektowania *opMEMS-ów* będzie zachowanie symetrii struktury. Pomimo rozbudowanych narzędzi do analizy (omówionych nieco dokładniej w kolejnym rozdziale), zastosowanie przypadku symetrycznego znacząco upraszcza model układu.

2.4.4. Symulacje metodą elementów skończonych

Struktura kinematyczna zawierająca element giętny nie jest idealnie opisywana wyłącznie przez układ kinematyczny. Oto bowiem w układzie, którego „punktem wyjścia w kinematyce jest tylko ruch elementów napędzających i geometria układu, bez uwzględniania wpływu mas tych elementów i działających na nie sił” [101] pojawia się element sprężysty. Wobec tego poza rozpatrywaniem kształtu trajektorii, konieczne dla zaprojektowania układu staje się wprowadzenie zagadnień dynamicznych oraz wytrzymałościowych.

Przyjęto względnie prosty układ zawierający trzy człony. Odejście od pojęcia bryły sztywnej nakazuje zrewidowanie założeń przyjętych przy definiowaniu każdego z nich. Jest to jednak układ możliwy do przeanalizowania przy pomocy podstawowych równań konstrukcji belkowych. Niejawnie posłużyłem się nim już przy podawaniu trajektorii zależnej od rodzaju aktuacji.

Rozwiązanie zagadnienia obciążenia elementu sprężystego w metodzie analitycznej następuje przez rozwiązanie zagadnienia równań równowagi w elemencie badanym. Ogólną postacią równań jest równanie energii potencjalnej dane w wyrażeniu algebry tensorów jako [76]:

$$\frac{\partial \sigma_{jn}}{\partial x_j} = \frac{E\sigma}{(1+\sigma)(1-2\sigma)} \frac{\partial \varepsilon_{jj}}{\partial x_j} + \frac{E\sigma}{1+\sigma} \frac{\partial \varepsilon_{jn}}{\partial x_j} \quad (27)$$

gdzie jako σ opisany jest tensor naprężeń, jako ε tensor odkształceń, a E określa moduł Younga. Oczywiście ogólna postać równania nie pozwala na proste rozwiązanie zagadnienia, ponieważ jest ono opisane na ośrodku ciągłym. Dyskretyzacja modelu jest jedną z metod technicznego uproszczenia, o czym mowa będzie w dalszej części.

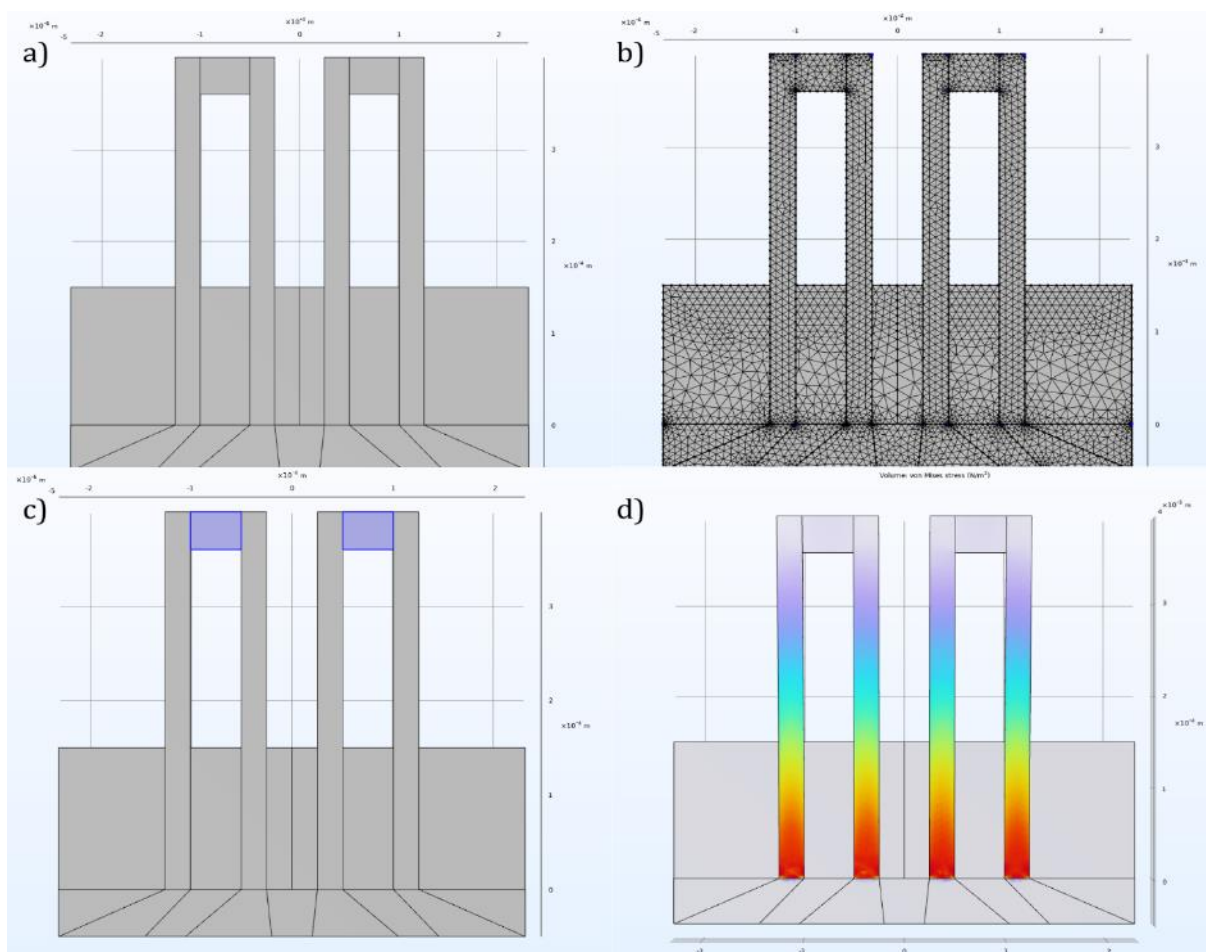
Metodą analitycznego uproszczenia jest przedstawienie przestrzennego układu naprężenie-odkształcenie w postaci zgromadzonej energii potencjalnej sprężystości. Energia przypisywana jest wówczas nie punktom przestrzeni, a pojedynczym przekrojom bryły, których choć wciąż jest nieskończenie wiele, to opisane mogą być prostszą w rozwiązaniu funkcją. Zagadnienie sprowadza się do ustalenia równowagi pomiędzy panującymi w ciele siłami sprężystości, a pracą wykonaną przeciw nim przez siły zewnętrzne.

W ogólnym rozwiązaniu zagadnienia ugięcia układu należy założyć pewne uproszczenia. Kluczowa jest zasada de Saint-Venanta, czyli założenie równomiernego rozłożenia naprężeń w przekroju poprzecznym. Zakłada się również prawdziwość hipotezy płaskich przekrojów Bernoulliego – płaskie przekroje struktury pozostają płaskie i prostopadłe do osi neutralnej w polu wyężenia. Wówczas można przedstawić całą trójwymiarową strukturę mechanizmu w postaci uproszczenia, opatrzonego odpowiednimi obciążeniami i momentami bezwładności.

Siłą rzeczy oba założenia-uproszczenia nie pozwalają na dokładną analizę dowolnej struktury. Podstawowymi problemami, jakich nie przewidują uproszczenia, jest wielomateriałowość przekroju (która może być kompensowana wymiarowo), występowanie naprężeń własnych czy nierównomierny rozkład naprężeń w przekrojach. Kolejną grupę niepożądaną stanowią komplikacje kształtu i wymiarów

na długości pojedynczego elementu – w szczególności istotne zmiany osi neutralnej – ponieważ utrudniają opis analityczny elementu. Dostateczna liczba takich komplikacji czyni zadanie w praktyce nierozwiązywalnym metodami analitycznymi.

Metoda elementów skończonych (MES lub ang. *finite element analysis*, FEA) pozwala uprościć zagadnienie do złożenia brył prostych, na które dzieli się model fizyczny na etapie dyskretyzacji. Każda z brył składowych (czyli rzeczonych elementów skończonych) opisana jest równaniami równowagi sprężystej, których warunki brzegowe opisane są oddziaływaniami panującymi na krańcach bryły [107]. Elementy skończone oddziałują z otoczeniem przez węzły – punkty w przestrzeni o ustalonych koordynatach, które powiązane są z pozostałymi w każdej bryle, do której należą. Dla całego modelu powstaje układ równań, opisujący powiązania węzłów i warunki brzegowe w postaci obciążeń i usztywnień. Rozwiązaniem zagadnienia jest znalezienie minimum energetycznego dla modelu według określonego kryterium w dziedzinie naprężenia, przemieszczenia lub obu [108].



Rysunek 9. Kolejne kroki przygotowania symulacji MES na przykładzie przyrządu *opMEMS* (belki mocowanej jednostronnie z symetryczną belką odniesienia z rodziny *opMEMS-SOI*): przygotowanie modelu numerycznego (a), dyskretyzacja modelu (b), założenie warunków brzegowych i parametrów materiałowych; utworzenie równań (c), obliczenia i prezentacja wyników (d).

Już tak przedstawiona MES jest metodą przybliżoną, obarczoną błędami dyskretyzacji modelu. Co do zasady im większa liczba elementów, tym mniejszy błąd kosztem złożoności obliczeniowej. Kolejny błąd wynika z liniowości założonych elementów skończonych. Można zakładać nieliniowe zachowanie elementów lub przybliżać je dodatkowymi wewnętrznymi węzłami albo nadelementami (*de facto* na różne sposoby zwiększając promień korelacji dla każdego węzła) – oczywiście również kosztem złożoności obliczeniowej. Źródłem błędów są również metody numeryczne, zazwyczaj wykorzystywane do rozwiązywania problemów MES [109].

Pomimo obecności błędów, MES pozostaje niezwykle użytecznym narzędziem, również w analizie MEMS-ów (w tym *opMEMS-ów*). Równania mechaniki klasycznej znajdują zastosowanie w przybliżaniu działania również układów mikro i nanomechanicznych [110,111].

MES służyć może do modelowania nie tylko układów mechanicznych, ale w zasadzie dowolnego deterministycznego rozkładu wielkości fizycznej. Korelacja takich wielkości również jest możliwa do opisania funkcjonalą, a więc możliwa do zasymulowania. Odpowiednio zaawansowany model fizyczny pozwoli więc na symulację pracy całego urządzenia, wraz z oddziaływaniami w postaci aktuacji, naprężeniami własnymi i odpowiedzią układu w dziedzinie czasu lub stanu ustalonego. Jest to potężne narzędzie, pozwalające na wierne symulacje złożonych urządzeń [112].

Istnieją dwie potencjalne przeszkody w wykorzystaniu MES w projektowaniu MEMS-ów. Pierwszą z nich jest obecność oddziaływań charakterystycznych dla nanoskali, które zostaną pominięte w przybliżeniach numerycznych modelu. Problem ten jest rozwiązywany przez przyjęcie odpowiedniej skali modelu i dokładności obliczeń [113]. Odpowiednio małe układy mogą być modelowane za pomocą metod ujmujących pojedyncze cząsteczki lub atomy – na przykład metody wykorzystujące teorię funkcjonałów gęstości (ang. *density functional theory*, DFT) – i oddziaływania na poziomie kwantowo-mechanicznym [114]. Praktyczne zastosowanie tego typu metod do symulowania układów większych niż dziesiątki nanometrów jest wątpliwe ze względu na złożoność obliczeniową modelu [115].

Drugim potencjalnym i praktycznym problemem jest niedokładna znajomość parametrów technicznych fizycznego układu, co tyczy się niestety również metod analitycznych. Jest to problem uniwersalny i zasadniczy. Trudność objawia się przede wszystkim w ustaleniu dokładnych wartości stałych materiałowych, co jest nietrywialnym zagadnieniem w technologiach mikroelektronicznych. Zagadnienie zostanie dokładniej omówione w kolejnym rozdziale.

Niezależnie od potencjalnych trudności, analiza MES jest uniwersalnie przydatnym narzędziem w projektowaniu układów MEMS i NEMS (Rysunek 9). W tej pracy została wykorzystana do wstępnego zaprojektowania całych rodzin urządzeń, modelowania naprężeń resztkowych i własnych, a także pól oddziaływań niemechanicznych.

W dalszej części rozprawy będzie się ukazywać przydatność metody MES w syntezie i badaniach *opMEMS-ów*. Szczególna jej przydatność ujawnia się w modelowaniu naprężeń własnych w przyrządach o wieloosiowym stanie wytwężenia.

2.5. Naprężenia własne

Na osobny rozdział pracy zasługuje zagadnienie naprężeń własnych występujących w strukturach mechanicznych. W pierwotnej definicji (*def.*) naprężenia własne występują w strukturze, pomimo braku obciążeń [116]. Oznacza to, że naprężenia własne równoważą się nawzajem w ciele swobodnym, jak przewidywał w 1957 roku Eshelby [117]. W przypadku ciała zamocowanego, naprężenia spowodują powstanie siły. W literaturze anglojęzycznej spotyka się określenie (ang.) *eigenstress* (oznaczające właśnie naprężenie własne), jednak znacznie powszechniejsze jest pojęcie (ang.) *eigenstrain*, oznaczające raczej odkształcenie własne. Uznając naprężenia za pierwotne w stosunku do odkształceń, w pracy tej będzie stosowane jako główne pierwsze z pojęć.

Klasyczna mechanika, w myśl omówionych wcześniej założeń, przyjmuje istnienie naprężeń i odkształceń małych w stosunku do wartości granicznych dla badanych elementów. Naprężenia własne mogą osiągać jednak znaczne wartości, wystarczające by doprowadzić do zniszczenia struktury. Zagadnienie naprężeń własnych rozciąga się na wielu skalach, od mikroelektroniki po medycynę, gdzie wartości naprężeń własnych wpływają na działanie szeroko pojętych urządzeń [118,119]. Co do zasady, stosowanie przerw dylatacyjnych w konstrukcjach budowlanych jest sposobem niwelowania potencjalnych naprężeń własnych.

Naprężenia własne bywają również nazywane naprężeniami wewnętrznymi lub resztkowymi, przez podobieństwo do efektów występujących w elementach poddanych obróbce plastycznej lub cieplnej (naprężenia w blachach walcowanych, w metalach hartowanych), jak również w elementach

wielomateriałowych (na przykład kompozytach ceramiczno-polimerowych) [120]. W rzeczy samej, za wytworzenie naprężeń własnych odpowiadają w głównej mierze efekty materiałowe, za które odpowiadać może szereg zjawisk: niedopasowanie sieci krystalicznej, wtrącenia w materiał, niejednorodności, niedopasowanie rozszerzalności termicznej, fazy, pełzanie, płynięcie. Najpowszechniej obserwowanym efektem działania naprężeń własnych jest, omawiany już wcześniej, efekt wprawiający w ruch *bimorfa*. Część z wymienionych zjawisk jest procesami zachodzącymi w czasie, nieraz samorzutnie. Nadaje to sens starzeniu materiałów, które może powodować zmniejszenie naprężeń własnych.

W MEMS-ach efekty naprężeń własnych są nad wyraz widoczne. Pochodzą w głównej mierze od niedopasowania materiałów, w niektórych wypadkach wynikają z charakteru procesu technologicznego. Ze względu na ograniczony zbiór materiałów technologicznych, właściwości materiałowe muszą być przyjęte jako stała w procesie projektowym. Jednym z celów projektowania jest taki dobór materiałów, aby wprowadzały jak najmniejsze naprężenia. Szczególną uwagę należy zwracać na dopasowanie modułu Younga, rozszerzalności termicznej, przewodności termicznej, stałej sieci krystalicznej i liczby Poissona (oraz innych czynników powodujących potencjalną asymetrię strukturalną).

Wiedząc, że naprężenia wynikają ze zjawisk między innymi termicznych, można próbować minimalizować ich skutki przy wykorzystaniu modelu *bimorfa*, na przykład przez zwiększenie proporcji grubości warstw. Podejście to jest najbardziej klasyczne i rozwiązywalne metodami wariacyjnymi, a nawet podatne na optymalizację [121]. Oczywiście rozwiązanie optymalne nie musi (i zazwyczaj nie zdoła) wyeliminować naprężeń, jeżeli poruszać się tylko w obrębie narzuconej technologii.

Naprężenia własne mogą prowadzić do powstania trwałych odkształceń własnych; te są wynikiem pełzania lub płynięcia materiału [122,123]. Procesy polegają na plastycznym odkształceniu materiału pod wpływem naprężenia odpowiednio większego i mniejszego od granicy plastyczności. Wystawienie materiału na naprężenia w wydłużonym okresie czasu powoduje jego restrukturyzację. Zjawisko to dotyczy przede wszystkim materiałów amorficznych, ale również metali [124].

Należy zwrócić uwagę na szczególną charakterystykę MEMS-ów, które zazwyczaj zbudowane są na bazie elementów niskowymiarowych – to jest takich, których stosunek powierzchni do objętości jest znacząco większy, niż w makroskopowym przypadku. Implikuje to szereg właściwości, z których większa część dokładnie zostanie omówiona później, ale szczególnie istotną dla naprężeń własnych jest zagęszczenie naprężeń w powierzchni materiału (z powodu kontaktu z ośrodkiem, dyslokacji itd.). Powoduje to, że cienkie warstwy charakteryzują się szczególnym opisem [125]. Nie jest możliwe zniwelowanie większości z tych stanów, ale część z nich może zostać zredukowana w procesie odpuszczania¹⁵, jako że wynikają ze specjalnych warunków panujących w procesie [40].

Szczególnie trudnymi przypadkami są materiały kompozytowe. Zazwyczaj ich właściwości rozpatrywane są makroskopowo z ujęciem właściwości materiału złożonego; uwzględnienie naprężeń własnych wymaga jednak dokładnej analizy relacji pomiędzy materiałami składowymi. Dla pewnych kombinacji materiałów prowadzi się badania stanu naprężeń wewnętrznych, czasem nawet z uwzględnieniem niemożliwych do poznania parametrów materiałowych jednej z faz [126]. Modelowanie naprężeń własnych w strukturach, w tym MEMS-owych, jest zadaniem trudnym ze względu na nieznaną parametry występujących międzyfaz i dokładnych stałych materiałowych. Dla względnie prostych przypadków, w których struktura materiałowa jest znana i opisywana pewną geometrią, prowadzone są prace, również z wykorzystaniem MES [127,128].

Naprężenia własne (i wynikające z nich odkształcenia własne) są obecne także w wiotkich, elastycznych strukturach, w szczególności w *opMEMS-ach*, które są oparte konstrukcyjnie na wiotkich

¹⁵ Celowo używam tu pojęcia metalurgicznego, ponieważ istota procesu odpuszczania polega właśnie na przemianach fizyko-chemicznych zachodzących w materiale w wysokiej temperaturze. Właściwym pojęciem angielskim jest jednak relaksacja (ang. *relaxation*), w języku polskim oznaczająca proces samoistny: „powolne samoczynne ustępowanie naprężeń w materiale odkształconym”, według definicji 3. PWN.

elementach giętych. Metody niwelowania naprężeń własnych stanowiąc będą jeden z głównych elementów praktyki laboratoryjnej.

2.6. Podsumowanie rozdziału

Przedstawione metody aktuacji tworzą obszerny zbiór, z którego wybrać można szereg komplementarnych metod do sterowania ruchem urządzenia w różnych warunkach i środowiskach. Wybrane z nich zostały zastosowane w projektowanych urządzeniach, a technologiczność każdego rozwiązania zostanie omówiona w następnym rozdziale.

Przedstawiona ogólna – kinematyczna struktura urządzenia jest podyktowana prostotą rozwiązania. Zaproponowany łańcuch kinematyczny posiada minimalną długość konieczną do wykonania założonych przemieszczeń. Opis analityczny trajektorii wskazuje na założoną liniowość przemieszczenia od sterowanego elektrycznie parametru elektrycznego.

Tym samym zostały spełnione założenia 1. i 2. konstrukcji *opMEMS-ów* przedstawione na początku tego rozdziału.

W rozdziale przytoczone zostały metody analizy kinematycznej i wytrzymałościowej belek, jak również krótkie przedstawienie metody elementów skończonych. W dalszej części pracy metoda ta będzie wykorzystywana za pośrednictwem środowiska COMSOL Multiphysics do symulacji coraz bardziej złożonych przyrządów *opMEMS*.

3. Technologia *opMEMS*

Koniecznym krokiem w tworzeniu *opMEMS-ów* było wykonanie projektu technologicznego platformy MEMS według rozwiązania o kształcie opisanym w poprzednim rozdziale. Zaproponowano technologię oraz dokładny projekt urządzeń we współpracy z Instytutem Mikroelektroniki i Fotoniki w Piasecznie.

Metody wytwarzania i weryfikacji przyrządów MEMS objęto zbiorczą nazwą technologii *opMEMS*, w myśl definicji „technologii” ukutej poniżej. Jest to jednak dopiero wstęp do zbioru technik niezbędnych do wykonania funkcjonalnego przyrządu *opMEMS*, bowiem dopiero w kolejnych rozdziałach omówione zostaną stosowane nanostruktury umieszczane w roli przetwornika wewnątrz *opMEMS-a*. Ze względu na ich odrębność technologiczną oraz konieczność stosowania innego zbioru narzędzi, umieszczono je w osobnej części pracy.

3.1. Technologie MEMS

Technologia¹⁶ wytwarzania mikrouządzeń elektromechanicznych wywodzi się bezpośrednio ze stosowanych już wcześniej metod i technologii mikroelektronicznych. Trudno jest jednoznacznie określić wspólny mianownik wszystkich z nich, można jednak wskazać na pewne cechy wspólne dobrane ewolucyjnie. Jest to dobra powtarzalność, skalowalność i oczywiście osiąganie rozdzielczości wymiarowych w zakresie mikrometrycznym i nanometrycznym.

Praktycznie wszystkie klasycznie stosowane technologie polegają na wytwarzaniu struktur za pomocą umiejętnego przeniesienia na powierzchnię zadanych wzorów (ang. *patterning*) w celu lokalizowanego umieszczania materiału (ang. *deposition*), usuwania materiału przez trawienie bądź rozpylanie (ang. *etching/milling*) lub modyfikacji podłoża. Dokładniej metody modyfikacji zostaną omówione w następnych akapitach.

Każda z metod wytwarzania struktur wymaga selektywnej modyfikacji podłoża wybraną metodą. Aby dokonywać tej operacji w sposób powtarzalny, ale masowy – to jest w jak najkrótszym czasie (najlepiej jednakowo) na całej powierzchni podłoża, konieczne jest zastosowanie maski. Łatwo można sobie wyobrazić, że stosowanie maski niezależnej od podłoża, a tylko na nie nakładanej prowadziłyby od powstawania błędów w odwzorowaniu z powodu – choćby – nieuniknionych przestrzeni pomiędzy maską a podłożem. Konieczne jest naniesienie na podłożę warstwy kopiowej¹⁷, będącej

¹⁶ Technologia (gr. *τεχνη* i *λογος*, rzemiosło i wiedza) to termin problematyczny pod wieloma względami. Wedle definicji SJP, technologia oznacza tyle, co „metoda przeprowadzania procesu produkcyjnego lub przetwórczego” bądź „dziedzina techniki zajmująca się opracowywaniem nowych metod produkcji wyrobów lub przetwarzania surowców” – stąd jest określeniem dość wąskim znaczeniowo, pomimo swojego źródłosłowu. Paradoksalnie, szersza znaczeniowo jest sama technika (przypomnijmy – z greckiego tyle, co „rzemiosło”), która oznacza zarówno metodę jak i tyle co „wiedza na temat praktycznego wykorzystania osiągnięć nauki w przemyśle, transporcie, medycynie itp.; też: praktyczne wykorzystanie tej wiedzy”. Na dodatek polskie rozumienie obu terminów stoi w opozycji do anglojęzycznego, co owocuje ich pozorną zamiennością – ponieważ adaptowane w różnych okresach terminy są określane techniką (np. technika próżniowa) bądź technologią (np. technologie informatyczne).

Na potrzeby tej rozprawy przyjmuję dla mnie intuicyjne, a zarazem spójne znaczenie technologii jako (def.) ogółu technik koniecznych dla realizacji problemu technicznego. Definicja celowo nie jest twarda, by ujmować sobą również te zagadnienia techniczne, które nie są ściśle związane z wytwarzaniem – technika pomiarowa jest bowiem nieodłączną częścią każdej technologii. Tym manewrem prawdopodobnie przybliżyłam język polski do zamiany przestrzeni znaczeniowych techniki i technologii, jednak uważam zamianę taką za słuszną.

¹⁷ Kolejny termin wymagający ukucia w sytuacji braku polskiego odpowiednika. Anglojęzyczne zapożyczenie to fotorezyst (ang. *photoresist*), często już współcześnie używane. Alternatywnie wykorzystuje się termin emulsja światłoczuła, jest on jednak niepoprawny technicznie, bowiem warstwa niekoniecznie musi być emulsją, a zmiany zachodzą nie tylko przez naświetlanie. Termin warstwa kopiowa wywodzi się z poligrafii i oznacza „warstwę, w której przestrzenie naświetlone są rozpuszczane, a przestrzenie nienaświetlone – nierozpuszczane w roztworach wywołujących” [UKD 655.34:001:4]. Jest to niemalże definicyjny opis metod litograficznych, stąd warstwa kopiowa zostanie terminem obowiązującym w rozprawie.

odwzorowaniem maski w materiale stanowiącym fizyczną całość z podłożem. Warstwa kopiowa powstaje na powierzchni przez naniesienie materiału, który następnie zostaje napromieniowany selektywnie przez maskę w procesie litografii. Do napromieniowania może zostać wykorzystane światło widzialne (fotolitografia), krótkie promieniowanie ultrafioletowe (ang. *extreme ultra-violet lithography*, EUV), a także wiązki cząstek – elektronów (elektronolitografia) bądź jonów (jonolitografia). W przypadku metod wykorzystujących promieniowanie elektromagnetyczne, maska przybiera formę przezroczysta, w którym obszary zaciemniane są przez nieprzejrystą warstwę – obecnie najczęściej metalu, przykładowo chromu – bądź tlenków metali. Dla metod wykorzystujących wiązki cząstek, maska jest wirtualna, a odwzorowanie odbywa się np. przez rastrowe kierowanie wiązki w kształt cyfrowego wzoru.

Warstwa kopiowa wykonywana jest z materiału czułego na stosowany rodzaj oddziaływania. Jeżeli pod wpływem napromieniowania następuje degradacja materiału, jest to warstwa kopiowa pozytywna; jeżeli dochodzi do utrwalenia, jest to warstwa negatywna. W procesie wywoływania nieutrwalony bądź zdegradowany materiał jest usuwany chemicznie. Zastosowany materiał decyduje również o selektywności warstwy kopiowej, którą należy rozumieć jako trwałość na warunki procesu. Najistotniejszym czynnikiem jest selektywność trawienia, mówiąca wprost o osiągalnej głębokości trawienia dla jednostkowej grubości warstwy kopiowej. Dla procesów innych niż trawienie, warstwa kopiowa ma niemal nieograniczoną selektywność, o ile zapewniona jest jej minimalna grubość.

Pierwszą historycznie metodą uzyskania elementów trójwymiarowych jest trawienie anizotropowe monokrystalicznego krzemu. W 1962 roku zauważono, że w roztworach alkalicznych następuje duża rozbieżność w prędkości trawienia pomiędzy podstawowymi płaszczyznami krystalograficznymi [129]. Przyczyna tego stanu rzeczy jest wciąż przedmiotem dyskusji, jednak najbardziej prawdopodobnym źródłem wydaje się być różnica w gęstości obsadzeń płaszczyzn przez atomy w kryształach. Mając więc podłoże z monokrystalicznego krzemu o znanej orientacji krystalograficznej, można w sposób przewidywalny projektować trawienie struktur, które zostaną zorientowane również w głębokości, nie tylko na płaszczyźnie. Wobec skądinąd wiodącej roli krzemu jako materiału mikroelektronicznego, technologia MEMS krzemowych stała się wiodącą aż po dziś dzień.

Naturalnie występujące w głębokim anizotropowym trawieniu monokrystalicznego krzemu zatrzymywanie się procesu na płaszczyznach o mniejszym tempie trawienia jest podstawą wytwarzania trójwymiarowych struktur. Bez dodatkowych zabiegów, a przy znajomości orientacji płaszczyzny podłoża, pozwala na tworzenie szeregu podstawowych struktur, takich jak v-rowki, piramidalne zagłębienia, sześciokątne otwory [130]. Ta skromna rodzina podstawowych kształtów pozwala już na wytwarzanie złożonych struktur. Jeżeli do repertuaru rozwiązań dodać również stopowanie trawienia na określonej głębokości, wówczas otrzymać można membrany rozumiane jako struktury o grubości małej względem wymiarów poprzecznych ograniczone dwiema równoległymi płaszczyznami.

Na bazie membrany uzyskiwać można struktury przestrzenne o ustalonej grubości. Wykorzystanie procesów trawienia w roztworach wodnych lub w plazmie (tzw. trawienie suche) pozwala ustalać pożądany kształt ścian bocznych. W ten sposób wytwarzane są standardowo belki krzemowe w różnych konfiguracjach i zamocowaniach. Trawienie suche rozdziela się ze względu na opis medium na trawienie plazmą (ang. *plasma etching*), jonami reaktywnymi (ang. *reactive ion etching*, RIE) lub zogniskowaną wiązką jonów (ang. *focused ion beam*, FIB). Dwa pierwsze typy są metodami mieszanymi – chemiczno-fizycznymi, ostatnia jest typowo fizyczna, choć możliwe jest również zastosowanie jonów reaktywnych do utworzenia wiązki [131]. Metody trawienia suchego są szczególnie istotne w kontekście złożonych struktur przestrzennych, jako że kierunek trawienia materiału może być uniezależniony do pewnego stopnia od orientacji kryształów w podłożu. Bardziej złożone procesy obejmują wielostopniowe procedury naprzemiennego trawienia i pasywacji (np. proces Bosha), które zapewniają niemal doskonałą selektywność procesu.

Dopełnieniem formowania przestrzennego MEMS jest prowadzenie procesów materiałowych. W klasycznym ujęciu ustanowionym przez autorów [132] funkcjonuje ścisły podział na procesy epitaksjalne, wytwarzania warstw dielektrycznych, metalizacji oraz domieszkowania. Tym samym

przedstawiona została technologia wytwarzania elementów przewodzących, półprzewodzących i izolacyjnych, co służy tworzeniu obwodów i urządzeń elektronicznych.

Techniki nakładania różnych materiałów zależą od docelowej grubości warstwy, pożądaných właściwości oraz oczywiście samego materiału. Najcieńsze warstwy o grubościach pojedynczych warstw atomowych uzyskuje się metodami epitaksjalnymi, czyli – z definicji – uporządkowanego nakładania materiału. Realizowane mogą być bezpośrednio z wiązki molekularnej (ang. *molecular beam epitaxy*, MBE), z par i cieczy pierwiastków (ang. *liquid-phase epitaxy*, *vapour-phase epitaxy*, odpowiednio LPE i VPE) lub z rozkładanych na powierzchni związków metaloorganicznych (ang. *metalorganic chemical vapour deposition*, MOCVD). Grubsze warstwy uzyskuje się przez naparowanie, napylenie i osadzenie materiałów różnymi metodami. Nie wszystkie materiały są możliwe do uzyskania bezpośrednio przez dostarczenie na powierzchnię (lub nie zawsze jest to technologiczne); niekiedy prościej jest wykorzystać materiał pośredni, później modyfikowany powierzchniowo. Przykładem niech będzie utlenianie powierzchniowe krzemu lub domieszkowanie wszelkich materiałów.

Procesy domieszkowania, szczególnie istotne mikroelektronicznie, prowadzą do zmian właściwości materiału, przede wszystkim elektronicznych (co jest zasadniczym celem), ale również chemicznych i mechanicznych. Uzyskanie znanej ilościowo domieszki wymaga starannego prowadzenia procesu i właściwego doboru techniki do istniejącego materiału. Domieszkowanie może być prowadzone przez fizyczne wprowadzenie wtrąceń w materiał – tak zwaną implantację – lub dyfuzję domieszki w głąb materiału.

Gotowe urządzenia często muszą być łączone z innymi materiałami lub większymi częściami urządzenia przy pomocy technik tzw. bondingu¹⁸ (ang. *to bond* – wiązać, łączyć). W ramach tej pracy wytwarzane były wyłącznie monolityczne urządzenia, wobec czego metody bondingu służące do tworzenia połączeń warstw wielomateriałowych nie znalazły zastosowania. Nie były również stosowane metody hermetyzacji, bowiem stałoby to w sprzeczności z założeniami projektu urządzeń. Wykorzystany został natomiast montaż połączeń drutowych (ang. *wire bonding*). Mikrodruty (o średnicach ok. 20 μm) były mocowane do urządzenia oraz podstawki z płytek obwodów drukowanych (ang. *printed circuit board*, PCB) w celu doprowadzenia sygnałów elektrycznych. Mocowanie odbywało się w technice zgrzewania ultradźwiękowego.

Ten krótki przegląd technologii MEMS ma na celu przekazanie ogólnego pojęcia na temat możliwości wytwarzania, nie wyczerpuje na pewno możliwych metod, a tym bardziej możliwych konfiguracji urządzeń. W następnym podrozdziale bardziej szczegółowo zostaną omówione wykorzystane techniki.

3.2. Wytwarzanie przyrządów opMEMS

3.2.1. Rodzina opMEMS-SOI

Co do zasady projektant zakłada kontrolę nad parametrami fizycznymi układu, spośród których grubość stanowi jeden ze szczególnie istotnych, jako że sztywność prostej belki zginanej siłą punktową zależy od grubości w trzeciej potęgze. Jednocześnie grubość struktury jest parametrem najtrudniejszym do ustalenia oraz kontroli w procesie technologicznym (*vide* – stopowanie trawienia wspomniane w poprzednim podrozdziale). Przypomnijmy, że technologie MEMS choć są – co do zasady – technologiami przestrzennymi, to podstawowy środek techniczny w postaci technik litograficznych

¹⁸ Jeszcze jeden termin wymagający doprecyzowania przestrzeni znaczeniowej. Pod hasłem bondingu kryje się szereg procesów technologicznych mających na celu łączenie elementów składowych w urządzenie. Montaż nie jest jednak wyłącznym celem, bowiem istotne jest również wykonanie elementów funkcjonalnych, między innymi połączeń elektrycznych czy dla mediów roboczych. W obrębie bondingu będzie się również zawierać hermetyzacja i enkapsulacja urządzenia. Nie ma w języku polskim określenia równie szerokiego, stąd pozostać należy przy anglojęzycznym zapożyczeniu.

wymaga zastosowania dwuwymiarowych warstw kopiowych. Tym samym kontrola trzeciego wymiaru – grubości – jest jednym z kluczowych punktów technologii.

Stosunkowo prostą metodą jest wykorzystanie „półproduktu” w postaci zawczasu wytrawionej membrany. Jej grubość nie ulega zmianie (z dokładnością do parametrów procesu) przy wytworzeniu końcowego urządzenia, stąd popularność tej techniki [133]. Problematiczne jest jednak zapewnienie płaskości i małej falistości membrany [134]. Procesy fotolitograficzne prowadzone są również po przeciwnej do wytrawienia, nienaruszonej stronie podłoża, stąd konieczność zastosowania wiarygodnego mechanizmu ustalania pozycji warstw.

Rozwiązaniem problemu kontroli grubości struktury przyrządu opMEMS jest technologia SOI (ang. *silicon-on-insulator*, krzem na izolatorze) [135]. Struktura podłoża jest następująca: warstwa czystego krystalograficznie monokrystalicznego krzemu o określonej orientacji (tzw. warstwa przyrządowa, ang. *device layer*) położona jest na warstwie izolatora – dwutlenku krzemu (również zwanego tlenkiem zagrzebanym, ang. *buried oxide*, BOX), obie zaś spoczywają na podłożu z trzeciego materiału, zazwyczaj krzemu, służącemu parametrom mechanicznym (ang. *handling wafer*, również zwana *bulk* ze względu na objętościowy charakter).

Umieszczenie cienkiej warstwy krzemu na izolatorze niesie szereg zalet elektronicznych – przede wszystkim zmniejszenie pojemności pasożytniczych w strukturach elektronicznych, co zapewnia ich mniejszą energochłonność i pozwala na pracę ze znacznie większymi częstotliwościami. Dodatkowo domieszkowanie warstwy przyrządowej jest bardziej jednorodne, ponieważ stopowanie domieszki następuje w BOX-ie. Parametry elektroniczne urządzeń na dużej powierzchni są jednakowe ze względu na jednorodną grubość warstwy przyrządowej i BOX-u.

Przez rozdzielenie warstwy przyrządowej od podłoża warstwą BOX, która usuwana jest jako ostatnia, istnieje konieczność prowadzenia procesów technologicznych po obydwu stronach podłoża. W rodzinie *opMEMS-SOI* musi zająć w ten sposób co najmniej jeden proces trawienia. Wprowadza to komplikację do przebiegu procesu.

Podłoże o takich parametrach stanowi doskonały półprodukt dla mikromechaniki. Jednorodna (i dokładnie określona) grubość warstwy przyrządowej zapewnia lepszą kontrolę nad dynamiką MEMSów. Warstwy Si i SiO₂ mogą być trawione z bardzo dużą selektywnością, pozwalając na precyzyjne zdefiniowanie kształtu urządzeń bez ich późniejszej degradacji.

Urządzenia wytworzone na podłożach SOI mogą integrować dodatkowe warstwy materiałów. Rolą dodatkowych warstw jest przede wszystkim zmiana właściwości optycznych lub elektrycznych przez zmniejszenie rezystancji urządzenia lub zwiększenie refleksyjności. Dodatkowe warstwy mogą stanowić również o właściwościach aktuacji. Zostanie to podjęte w kolejnych podrozdziałach.

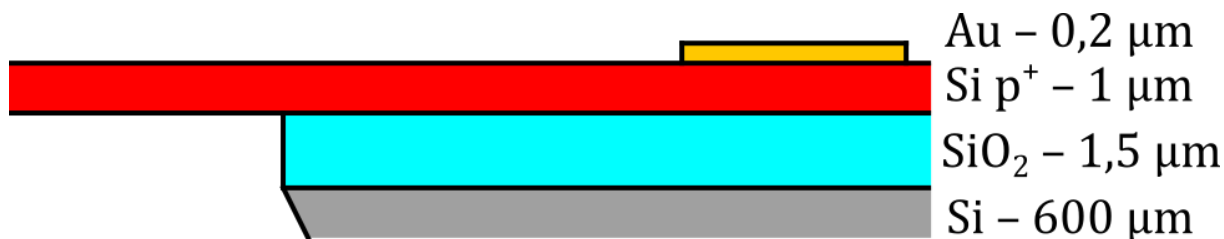
W rozdziale 2.2.2. określono aktuację termomechaniczną jako efekt pasożytniczy stowarzyszony z innymi formami aktuacji. Nie mogąc zapanować nad ilością rozpraszanej mocy termicznej, należy zlikwidować źródło mechanizmu aktuacji – biwarstwę. Metoda SOI jest wyjątkowa spośród technologii mikromechanicznych, ponieważ jako jedyna¹⁹ pozwala na wytworzenie struktury aktywnej (czyli przewodzącej) o jednorodnym profilu materiałowym – będzie to jej główne zastosowanie.

Metody głębokiego domieszkowania krzemu pozwalają dostosować wartość rezystywności w zasadzie w dowolnym zakresie od rezystywności krzemu do metalicznej [136]. Metody przez dyfuzję z warstwy powierzchniowej (ang. *solid state diffusion*) pozwalają wytworzyć jednorodny profil domieszkowania. Wielkości urządzeń krzemowych wytworzonych na SOI nie są pryncypialnie ograniczone, jeśli materiał warstwy przyrządowej nie zostanie zdegenerowany.

Wszystkie wymienione zalety związane z podłożami SOI sprawiają, że te nie mają konkurencji w dziedzinie przyrządów *opMEMS* o nie więcej niż jednej parze połączeń elektrycznych. Realizacja techniczna większej liczby kontaktów jest mocno utrudniona przez konieczność separacji struktury

¹⁹ Jak zwykle w przypadku kwantyfikacji absolutnej, można podać również inne przykłady. Będą nimi układy metaliczne, symetryczne w przekroju oraz nanomechaniczne. Pierwsze, choć są stosowane, ustępują pod wieloma względami układom krzemowym; drugie są wysoce nietechnologiczne. Trzecie z trudem można uznać za pozbawione mechanizmu aktuacji termomechanicznej ze względu na dużą zależność wychylenia od naprężeń wewnętrznych, które w nanoskali rzadko bywają perfekcyjnie symetryczne.

nośnej wraz z elektryczną. Podłoża SOI są również kosztowne, co jest między innymi związane ze specyfiką procesu technologicznego stosowanego do ich wytwarzania. Z tego względu konieczne jest stosowanie innych rodzajów podłoży.



Rysunek 10. Schemat materiałowy *opMEMS-SOI*.

3.2.2. Rodzina *opMEMS-Si₃N₄*

Pozostając w obrębie technologii krzemowej, można zdecydować się na wykorzystanie innych niż krzem warstw do wytworzenia MEMS-ów. Powiedziano, że materiały przewodzące, które mogą zarazem stanowić strukturę mechaniczną, są technologicznie ograniczone; skoro nie można wykonać struktury z przewodnika, należy wykorzystać izolator, na którym posadzi się przewodnik.

Jednym z bardziej standardowych materiałów jest azotek krzemu o wzorze stechiometrycznym Si₃N₄. W praktyce określa się go niekiedy jako Si_xN_y ze względu na gorszą jednorodność bądź stechiometryczność warstwy. Stanowi to od razu pewną wskazówkę wobec głównego mankamentu tego materiału – parametry fizykochemiczne są mocno zależne od procesu technologicznego; tym samym są również znane jedynie z pewną dokładnością.

Azotek krzemu cechuje się dużą względną przenikalnością elektryczną, wynoszącą nawet 7,5 w idealnych warunkach; w mniej idealnych, wartości potrafią spadać nawet do poziomu 4 [137]. Są to wciąż małe wartości w odniesieniu do czystego krzemu²⁰ – ok. 11,7 – jednak większa niż dla SiO₂ – ok. 3,4 [138]. Z tego powodu azotek bywa stosowany jako warstwa podłożowego izolatora zmniejszającego pojemność układów (nie jest jednak tak skuteczny jak SiO₂, o czym za chwilę). Co jednak istotniejsze, azotek krzemu zdradza ogromną odporność na przebicie elektryczne – wytrzymałość elektryczna wynosi ponad 10 MV/cm (a według niektórych źródeł nawet do 60 MV/cm) [139]. Jest to wartość większa niż dla dwutlenku krzemu (która nawet w najlepszym przypadku termicznie utlenionego krzemu wynosi 30 MV/cm, ale dla większych grubości i innych metod – poniżej 10 MV/cm) [140–142].

Wytrzymałość elektryczna jest kluczowym parametrem *opMEMS*, ponieważ ogranicza maksymalne natężenie pola elektrycznego możliwe do uzyskania w obszarze zainteresowania. Dowolny przyrząd *opMEMS* wytwarzany z dielektryka będzie grubości jego warstwy na powierzchni podłożowej – czyli krzemie. Oprócz struktury nośnej azotek będzie więc stanowił barierę elektryczną.

Oczywistym rozwiązaniem wydaje się być zwiększenie grubości podłoża, jednak niesie to ze sobą pewne konsekwencje. Przede wszystkim, jak opisano w rozdziale 2., grubość jest bardzo czułym parametrem dla struktur giętych. Pojawiają się również problemy technologiczne – z rosnącą grubością warstwy azotku, degraduje on coraz bardziej, a choć wynikowa wytrzymałość elektryczna wzrasta, to zaczynają pojawiać się naprężenia własne [143]. Oczywiście wartość i symetria naprężeń, zależy od procesu, podłoża i temperatury [144]. Z tego względu, struktury na azotku krzemu wykonuje się możliwie cienkie (grubości rzędu poniżej 100 nm). Z mechanicznego punktu widzenia jest to grubość nie gwarantująca samonośności struktury jednostronnie utwierdzonej, toteż lepszym zastosowaniem jest belka dwustronnie utwierdzona.

²⁰ Warto jednakże pamiętać, że przedstawione wartości wyznaczone zostały metodami optycznymi. Oznacza to, że wartości przenikalności są właściwe dla częstotliwości terahercowych. Dla dielektryków, wartości przenikalności elektrycznej dla niewielkich częstotliwości pozostają zbliżone, jednak dla krzemu jako półprzewodnika wartość przenikalności silnie zależy od częstotliwości; krzem nie jest wykorzystywany w roli izolatora. Podana wartość pozwala jednak nabrać intuicji dotyczącej rzędu wielkości.



Rysunek 11. Schemat materiałowy *opMEMS-Si₃N₄*.

3.2.3. Rodzina *opMEMS*-kanapka

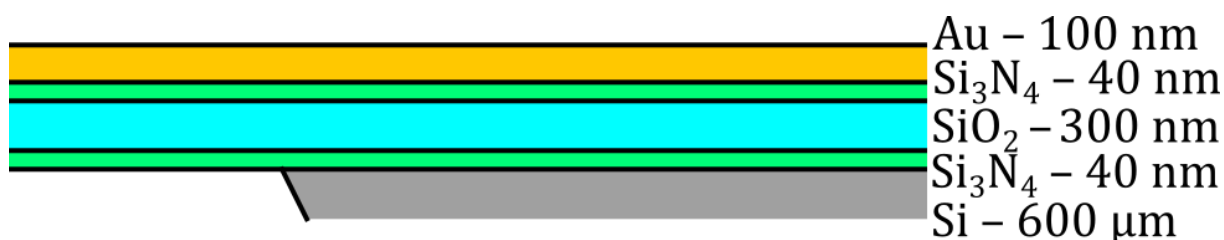
SiO_2 jest najbardziej naturalnym izolatorem w technologii mikroelektronicznej. W najprostszej postaci powstaje przez utlenienie powierzchni krzemu krystalicznego. Metoda ma szereg wad, w tym prowadzenie procesu w wysokiej temperaturze (ok. 1000 °C); nie może być stosowana do nałożenia warstwy SiO_2 na podłoże niekrzemowe [145]. Inne metody obejmują osadzenie z fazy gazowej (w tym przy pomocy zogniskowanej wiązki elektronów), wówczas jednak właściwości elektryczne tlenku krzemu nie są już tak dobre, jak wspomniano w poprzednim podrozdziale.

Wykorzystanie SiO_2 w konstrukcji MEMS ograniczone jest technologicznie. SiO_2 trawiony jest izotropowo w roztworach tak zasadowych jak kwaśnych, zaś trawienie suche daje niewielką selektywność względem procesów trawienia metali tworzących ścieżki przewodzące. Rozwiązaniem problemu jest pokrycie tlenku warstwą azotku krzemu, znacznie bardziej odpornego chemicznie. Proces osadzania jest wówczas wieloetapowy, ale korzysta z jednego etapu litografii.

Rozwiązanie takie niesie ze sobą szereg zalet. Azotek krzemu, posiadając większą wytrzymałość elektryczną, podnosi jej wartość dla całej struktury mimo relatywnie niewielkiej grubości. Mechaniczną wytrzymałość struktury zapewnia SiO_2 , który pozwala na wytwarzanie nawet stosunkowo grubych (ponad 1 μm) warstw pozbawionych pęknięć czy nieciągłości. Okrycie SiO_2 azotkiem krzemu sprawia, że przekrój przybiera strukturę kanapkową, stąd potoczna używana w Katedrze Nanometrologii nazwa – *opMEMS-kanapka*. Ten zestaw materiałów został zastosowany w projekcie MARS²¹ do wytwarzania czułych sond piezorezystancyjnych do pomiarów powierzchni. Badania w ramach projektu, w których autor rozprawy miał przyjemność uczestniczyć, dowiodły użyteczności takiego składu materiałowego.

Ze względu na możliwe do zastosowania większe grubości tlenku (setki nanometrów) i sztywność wynikającą z naprężeń rozciągających w powierzchniowych warstwach azotku krzemu (którego moduł Younga jest około trzykrotnie większy niż SiO_2), takie złożenie materiałów nadaje się do wytwarzania belek jednostronnie zamocowanych w różnych konfiguracjach.

Niedopasowanie materiałowe może jednak prowadzić do powstania naprężeń własnych, zwłaszcza gdy technologicznie dojdzie do osadzenia asymetrycznej grubości warstw azotku krzemu. Jest to zagrożenie typowo technologiczne, które – gdy nastąpi – wymaga poprawy procesu. Docelowo jednak symetria struktury zapobiega jej ugięciu, zaś naprężenia powodują wstępne usztywnienie, poprawiając stabilność.



Rysunek 12. Schemat materiałowy *opMEMS-kanapka*.

²¹ Projekcie europejskiego konsorcjum EURIPIDES „Market Ready Self-sensing probes for wide range of applications in Scanning probe microscopy – MARS”.

3.2.4. Pozostałe elementy urządzeń

Aby *opMEMS*-y były funkcjonalne, konieczne jest wprowadzenie również mechanizmów aktuacji i kontaktów dla zintegrowanych przyrządów pomiarowych (nanotermorezystorów, nanoemiterów polowych itd.). Są one realizowane za pomocą ścieżek przewodzących. Jeżeli struktura wykonana jest z przewodnika (*opMEMS-SOI*), wówczas każde niezależne ramię struktury stanowi osobną ścieżkę przewodzącą. Struktury na izolatorach mogą w obrębie jednego elementu mechanicznego (ramienia struktury) integrować wiele ścieżek przewodzących w postaci ścieżek metalizacji.

Wykorzystywane mikroelektronicznie materiały przewodzące to przede wszystkim metale szlachetne, wybrane między innymi ze względu na dużą przewodność i obojętność chemiczną. Do powszechnie wykorzystywanych pierwiastków należą: srebro, glin, złoto, chrom, miedź, nikiel, platyna, tantal, tytan i wolfram, jak również ich stopy [145]. W strukturach opisywanych w tej pracy były to jednak wyłącznie złoto i platyna ze względu na niereaktywność oraz dobre właściwości optyczne. Materiały były dostarczane przez współpracujący Instytut Mikroelektroniki i Fotoniki.

Do podobieństw obu metali należy zaliczyć umiarkowaną adhezję do omówionych powyżej warstw nośnych. Jako bufor i jednocześnie warstwę zwilżającą stosuje się cienkie (ok. 5 nm) warstwy tytanu, niklu lub chromu. Niezastosowanie takowej może prowadzić do przeważenia sił spójności nad siłami przylegania i powstanie odwarstwienia lub, w przypadku cieńszych warstw, zbrylenia.

Oba metale mogą być wykorzystane do wykonania ścieżek służących aktuacji elektromagnetycznej i elektrotermicznej (*vide* – rozdziały 2.3.1, 2.3.3). Platyna, posiadając mniejszą przewodność, dla tych samych wymiarów ścieżki może potencjalnie powodować wydzielanie się większej ilości ciepła Joule'a. Jednocześnie jej moduł Younga jest większy i zbliżony do modułu Younga krzemu i azotku krzemu, co zgodnie z modelem aktuatora termomechanicznego sprzyja wychyleniu. Z tych samych powodów, złoto będzie lepszym materiałem dla zmniejszenia naprężeń termicznych i własnych w strukturach oraz do zmniejszenia pasożytniczego wpływu aktuacji termomechanicznej. Spośród ich dwóch, złoto posiada większy współczynnik odbicia światła w zakresie podczerwonym i czerwonym, dzięki czemu znajduje zastosowanie w wytwarzaniu zwierciadeł dla wiązek laserowych – co istotne w badaniach wykonywanych interferometrycznie, wibrometrycznie i przetwornikiem OBD (*vide* – rozdział 3.3) [59].

Wadą złota jest tendencja do restrukturyzacji cienkich warstw do postaci polikrystalicznej pomimo zastosowania warstwy adhezyjnej. W wyniku procesów technologicznych podnoszących temperaturę powierzchni (np. RIE), złoto cienkowarstwowe ulega agregacji [146]. Konieczne jest przeprowadzenie procesu zabezpieczającego w celu uniknięcia tego zjawiska, w przeciwnym razie warstwa traci ciągłość.

Dowolny metal może być wykorzystany do wykonania ścieżki czujnikowej. Technologicznym ograniczeniem ścieżek będzie natomiast gęstość ich upakowania na powierzchni. Doświadczenia własne nabyte przy produkcji kolejnych serii struktur pokazały, że minimalna szerokość, przy której ścieżka przewodząca zachowuje ciągłość niezależnie od potencjalnych wad procesu, to 2 μm . Uznano ten wymiar za wymiar charakterystyczny projektowanych urządzeń.

Podobnie, odległość między ścieżkami, przy której wartość prądów upływu nie wzrasta znacznie, to ok. 4 μm . Wynika z tego, że średnio na szerokości ramienia struktury d możliwe jest umieszczenie $(\lfloor (d - 2)/6 \rfloor + 1)$ ścieżek przewodzących. *opMEMS* o założonej liczbie dwóch doprowadzeń czujnikowych i symetrycznie ułożonym aktuatorze musi być zatem nie węższy, niż 14 μm .

3.2.5. Metody aktuacji *opMEMS*

Spośród omówionych w rozdziale 2.2 wykorzystywanych metod aktuacji, należy dokonać wskazania metod właściwych dla *opMEMS*-ów. Przyrządy *opMEMS* będą podlegać dwóm powszechnym rodzajom aktuacji czyli akustycznej i taktylnej. Aktuacja akustyczna jest realizowana przez doprowadzenie do urządzenia drgań przez jego zamocowanie. Aktuacja taktylna – co do zasady – jest możliwa pod warunkiem braku szczelnej obudowy, a że konstrukcyjne założenie 5. (*urządzenie nie może być zamknięte, musi posiadać doprowadzenia elektryczne wykonane w sposób niezakłócający prowadzenie manipulacji*) pozostaje w mocy, to również będzie możliwa dla wszystkich urządzeń.

Kolejne rodzaje aktuacji wymagają zaplanowania na etapie konstrukcji. Aktuacja optycznej natury (optotermiczna lub optomechaniczna) wymaga doboru materiału o dostatecznie dużej refleksyjności bądź zdolności absorpcyjnej. Obie wielkości zależą jednak nie tylko od materiału, ale też od topografii i wymiarów obiektu, a z natury MEMSów wynika, że wymiary wykorzystanych warstw materiałów będą porównywalne z długościami fal światła widzialnego.

Aktuacja elektromagnetyczna i elektrotermiczna wymagają doprowadzenia do urządzenia ścieżek przewodzących, integrowanych z zewnętrznym zasilaniem. Poza tym celem ogólnym, szczegółowe charakterystyki obu aktuatorów są różne. Aktuacja elektrotermiczna zyskuje z wzrostem mocy rozpraszanej, więc z rezystancją przewodnika, co nie ma znaczenia dla aktuacji elektromagnetycznej. Ze zbyt dużą mocą rozpraszaną w urządzeniu wiąże się jednak uszkodzenie termiczne, wobec czego aktuacja elektromagnetyczna będzie potencjalnie skuteczniejsza dzięki możliwości zastosowania prądów o większych wartościach. Ponadto w definicji aktuacji elektromagnetycznej założono prostopadłość pola i przewodnika, co nie jest wymagane dla elektrotermicznej – co więcej, pożądane jest zwiększenie drogi przewodnika w urządzeniu w celu zwiększenia rezystancji.

Materiałami powszechnie wykorzystywanymi jako przewodniki są złoto, platyna lub aluminium. Aluminium, jako najbardziej reaktywne z wymienionych, wymaga pokrycia warstwą izolatora, na przykład tlenku lub azotku krzemu [147,148]. Złoto, jak już wspomniano, wymaga ostrożnego prowadzenia procesu technologicznego, w celu uniknięcia agregacji. Platyna pod wieloma względami jest prostszym technologicznie metalem, jednakże jej duży moduł Younga oraz duży współczynnik rozszerzalności termicznej sprawiają, że nierzadko wprowadza do urządzenia duże naprężenia własne.

Wykonanie aktuatora elektrostatycznego wymaga wykonania pary polaryzowanych elektrostatycznie elementów, najlepiej równoległych. Przeprowadzenie tego procesu planarnie staje się problematyczne, ponieważ konieczne jest wykonanie wielowarstwy z co najmniej dwiema warstwami przewodzącymi, z których wykonana być musi również struktura ruchoma. Niemniej, takie układy są wykonywane, również w bardziej złożonych formach [149,150]. W celu zwiększenia pojemności między elektrodami aktuatora, więc siły aktuatora, częściej wykorzystywane są układy wertykalnych elektrod, powodujących wytworzenie siły w płaszczyźnie MEMSa. Metody głębokiego trawienia anizotropowego (np. DRIE) pozwalają na wytworzenie elektrod o dużej powierzchni bocznej, a rozwinięcie powierzchni uzyskuje się przez zwielokrotnienie układu w napędzie grzebieniowym [151,152]. Odwrócenie kierunku działania układu narzuca zupełnie inną topologię rozwiązania, wobec czego nie może być stosowane w ujęciu *opMEMS*.

Eksperymentalne metody aktuacji (opisane skrótowo w podrozdziale 2.2.8) nie posiadają stowarzyszonej z nimi technologii. Niektóre z nich są na tyle nowoczesne, że technologia służąca ich wdrożeniu nie została jeszcze opracowana lub pozostaje w fazie eksperymetalnej; inne, mimo dobrego poznania zjawiska i obecności już od dziesiątek lat, nie są efektywnie realizowane na dużą skalę. Wyróżnić spośród nich należy metodę piezoelektryczną, której wyjątkowe zalety motywują do poszukiwania coraz doskonalszych materiałów kompatybilnych technologicznie [153,154].

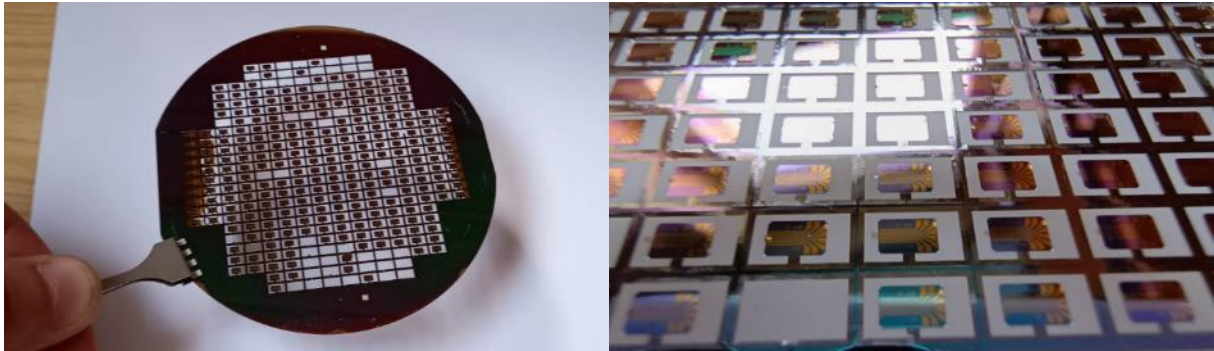
Podsumowując – przedstawiony zarys technologiczny pozwala wnioskować, że możliwe jest wytworzenie przyrządu *opMEMS* aktuowanego jednocześnie: elektromagnetycznie, elektrotermicznie i optomechanicznie. Są to trzy metody dopełniające się kinematycznie i dynamicznie, wymagają jednocześnie względnie prostego zabiegu technologicznego w postaci dodatkowej warstwy metalizacji, niezależnie wymaganej w celu doprowadzenia sygnałów elektrycznych do OZ *opMEMS-a*.

3.2.6. Montaż *opMEMS*

Podstawą do wytwarzania MEMS-ów jest podłoże krzemowe, przez kalkę z języka angielskiego niekiedy nazywane niepoprawnie waflem (ang. *wafers*). Podłoża krzemowe występują w postaci krążków o różnych grubościach (ale standardowo nie więcej, niż 500 μm) i średnicach

w wielokrotnościach cali²². Obecnym standardem technologicznym stały się krążki 12", ale poza produkcją wielkoseryjną wciąż spotyka się mniejsze średnice, tańsze do celów prototypowania. Laboratoria badawcze wykorzystują również inne wymiary charakterystyczne, wypracowane dla użytku własnego [155].

Oczywistym jest, że korzystanie z urządzeń umieszczonych na tak dużych podłożach (w porównaniu do wymiaru pojedynczego urządzenia) jest co najmniej niepraktyczne, nawet w praktyce eksperymentalnej. Gotowe urządzenia są rozdzielane i integrowane w osobnych obudowach. Ten sam proces musi dotyczyć *opMEMS-ów*.



Rysunek 13. Przykład przyrządów z rodziny *opMEMS-kanapka* na pośrednim etapie produkcji – po procesie uwalniania przez trawienie, a przed wyłamaniem pojedynczych przyrządów i umieszczeniem na podstawkach. Dla tak lekkich chipów pozostawiono jedynie pojedyncze przęsło mocujące do podłoża. Fotografie wykonane podczas wizyty stażowej w Instytucie Mikroelektroniki i Fotoniki, gdzie autor uczestniczył we wszystkich etapach produkcji przyrządów.

Podział na pojedyncze urządzenia lub części funkcjonalne (tzw. *chipy*, czyt. cziipy) odbywa się na różne sposoby, które można jednak zakwalifikować w dwie rozdzielne podgrupy. Podstawową dla przemysłu mikroelektronicznego jest metoda z wykorzystaniem piły szybkoobrotowej. Oddzielne chipy są podcinane, a następnie łamane wzdłuż linii cięcia. MEMS-y, w szczególności *opMEMS-y* w trakcie takiego procesu mogą ulec zanieczyszczeniu przez pyły bądź ciecze procesowe; podlegają również niekontrolowanej aktywności akustycznej. Można jednakże przeprowadzić podcięcie podłoża na wcześniejszym etapie wytwarzania, pod warunkiem, że kolejne procesy mogą być prowadzone pomimo istnienia szczeliny. Stosuje się również montaż elektryczny z enkapsulacją MEMS-ów jeszcze przez oddzielenie urządzeń (ang. *wafer-scale packaging*), co niweluje problem kontaminacji. Niestety nie pozwala uniknąć oddziaływań akustycznych, niejednokrotnie niszczących dla przyrządów [147]. Alternatywą dla piły są procesy ablacji laserowej. Integracja z obudową urządzeń w dowolnym procesie wymaga jednak przewidzenia odpowiedniego zapasu przestrzeni pomiędzy urządzeniami.

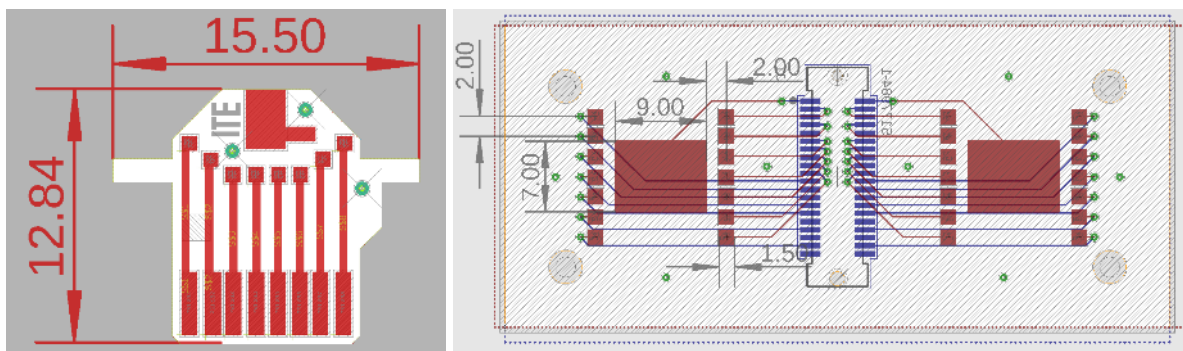
Alternatywną metodą jest przygotowanie dodatkowego procesu uwalniania przez trawienie podłoża. Materiał, który klasycznie zostałby usunięty mechanicznie, usuwany jest chemicznie. Pozwala to na wykonanie znacznie mniejszych chipów z przyrządami. Przed losową utratą urządzenia w trakcie procesu chronią pozostawione zawiesia krzemowe lub z warstw powierzchniowych. Technika nie jest możliwa na każdym rodzaju podłoża i różni się w zależności od zastosowanych warstw urządzenia. Utrudnia również automatyzację transferu chipów ze względu na konieczność usunięcia (przełamania) zawiesi, stąd stosowana jest głównie w transferze ręcznym.

Eksperymentalne linie produkcyjne, ze względu na zmiany parametrów procesowych i formy urządzeń, cechują się często stosunkowo niewielkim uzyskiem. Sprawia to, że dominującą formą transferu jest ręczny wybór urządzeń, ponieważ ich stan sprawdzany jest na tym etapie przez pracownika.

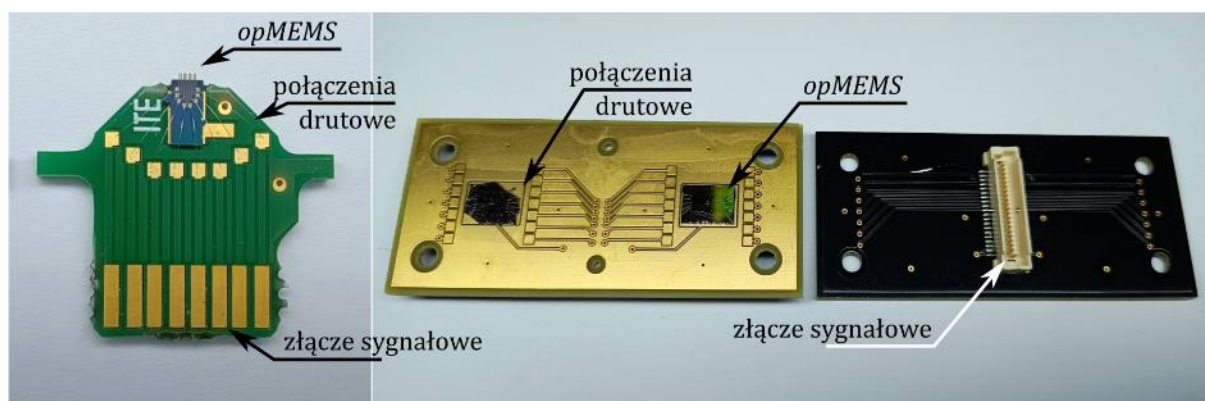
²² W szeregu: 1'', 2'', 3'', 4'', ~5'', ~6'', ~8'', ~12'' – ostatnie wartości są w istocie zaokrągleniami do najbliższych dziesiętnych wartości metrycznych.

W celu doprowadzenia sygnałów elektrycznych konieczne jest wytworzenie trwałego połączenia przewodzącego. Wykorzystuje się w tym celu techniki bondingu drutowego, w których przy pomocy sondy termicznej lub ultradźwiękowej cienki drut przewodnika mocowany jest trwale do podłoża.

Doprowadzenie sygnału w większej skali integracji prowadzone jest na poziomie obudowy, która zazwyczaj jest formą zamkniętą w celu ochrony urządzenia. Dostępne są jednak otwarte obudowy dla linii eksperymentalnych, na przykład w standardzie DIP czy QFJ. Tak przygotowane opakowania mocowane są następnie w układach elektronicznych. Alternatywnie, możliwa jest rezygnacja z obudowy na rzecz bezpośredniego mocowania kości do laminatu (Rysunek 14).



Rysunek 14. Schemat płytek drukowanych – podstawek pod kości krzemowe *opMEMS*. Wymiary podano w milimetrach. Obrazy umieszczone dzięki uprzejmości dr. inż. Krzysztofa Kwoki.



Rysunek 15. Płytki drukowane w roli podstawek pod *opMEMS*-y według schematów z poprzedniego rysunku. Fotografie wykonane w maju 2023, podczas spisu przyrządów *opMEMS-SOI* oraz *opMEMS-Si₃N₄*.

W Katedrze Nanometrologii do mocowania belek jednostronnie mocowanych wykorzystywany jest standard „opakowań” – podłoża z PCB, przenoszących kontakt elektryczny na złącze typu microSD. Płytki PCB wyposażone są w ramiona pozwalające na bezpieczne uchwycenie pęsetą lub opuszkami palców. Standard złącza microSD zapewnia powszechną dostępność złączy i bibliotek elektronicznych. Asymetryczna konstrukcja płytki PCB pozwala na wytworzenie sondy, której najdalej wysuniętym punktem jest właśnie belka MEMS.

W ramach tej rozprawy we współpracy z dr. inż. Krzysztofem Kwoką zaprojektowano również standardowe podłoża dla belek dwustronnie mocowanych (Rysunek 14). Celem było takie umieszczenie chipów *opMEMS* w taki sposób, by stanowiły najwyższy wystający punkt całego układu aby zapewnić możliwość swobodnej manipulacji strukturą i w jej obrębie. Wobec tego dobrano złącze pionowe, umieszczane po stronie płytki PCB przeciwnej niż *opMEMS*. Złącze zostało umieszczone również na innej wysokości płytki, niż *opMEMS*, więc w celu zapewnienia symetrii przewidziano miejsce pod dwie struktury na łączną liczbę 28 sygnałów wychodzących.

3.3. Metody metrologii przyrządów *opMEMS*

3.3.1. Użytkowy opis przyrządów

Koniecznym elementem technologii są metody pomiarowe dostosowane do wytwarzanych przyrządów. Konieczne jest przeprowadzenie weryfikacji działania *opMEMS-ów* (bądź, posługując się terminem projektowym, walidacji). W kolejnych podrozdziałach zostaną omówione metody pomiarowe kluczowe dla realizacji tego zadania.

W myśl założeń projektowych, *opMEMS-y* muszą charakteryzować się szeregiem parametrów:

- Rozdzielczość położenia musi wynosić mniej niż 10 pm położenia statycznego – jak zostało powiedziane we wstępie, jej głównym ograniczeniem dla częstotliwości roboczych w tej rozprawie jest szum termomechaniczny. Narzędziem tego pomiaru jest wibrometria interferometryczna.
- Analiza rozdzielczości położenia musi uwzględniać również parametry zmiennosygnałowe, wpływające na rozdzielczość prowadzenia aktuacji. Narzędziem tego pomiaru jest analiza szumu termomechanicznego.
- Czułość przetwarzania położenia, to jest aktuacji, musi zostać określona pomiarowo. Narzędziem służącym do tego celu jest analiza drgań wymuszonych obserwowana z użyciem wibrometrii interferometrycznej bądź głowicy OBD.
- Rozdzielczość pomiaru prądu musi być lepsza niż 10 pA. Ograniczeniem tego parametru są rezystancje pasożytnicze powodujące występowanie prądów upływu, których wielkość musi zostać określona.
- Zakres pomiaru wielkości elektrycznych musi wynosić więcej niż 100 V. Konieczna jest weryfikacja wytrzymałości elektrycznej urządzeń pod kątem przebicia warstw dielektrycznych do podłoża oraz pomiędzy ścieżkami przewodzącymi.

Przedstawiona zostanie również istotna rodzina metod diagnostycznych w postaci zastosowań zogniskowanych wiązek elektronów i jonów.

3.3.2. Wibrometria interferometryczna

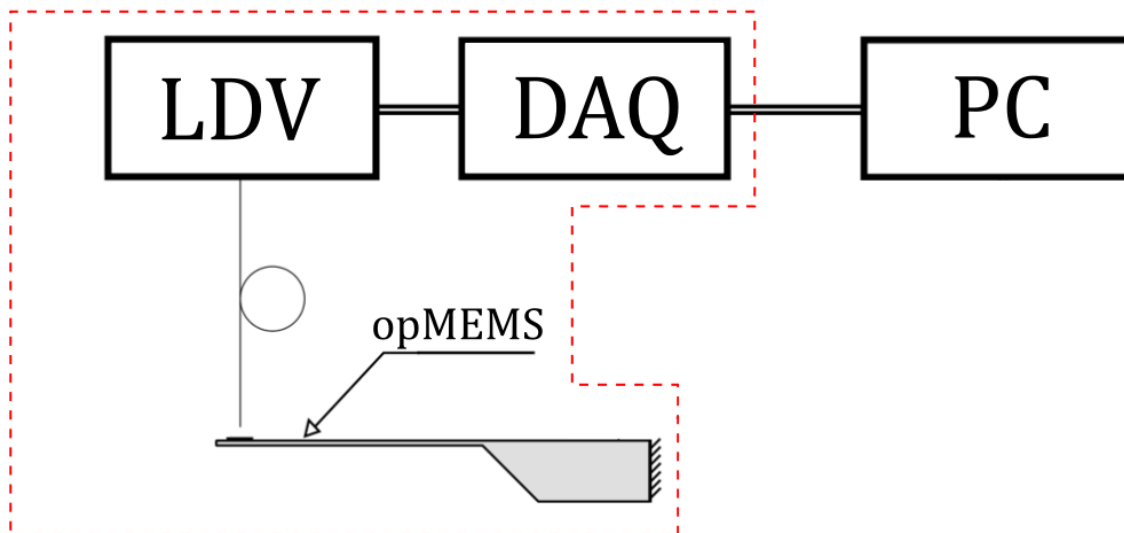
Prawdopodobnie najdokładniejszą spójną metrologicznie rodziną metod pomiaru przemieszczeń są metody interferometryczne. Rozdzielczość pomiaru jest tutaj determinowana przez zdolność do określenia fazy spójnej fali świetlnej odbitej od obiektu przez obserwację wzoru interferometrycznego. Rozdzielczości uzyskiwane dla fal elektromagnetycznych w zakresie widzialnym osiągają ułamki nanometra.

Określanie przemieszczenia w skali MEMS-ów jest zakłócanie przez wszystkie zjawiska negatywnie wpływające na pozycjonowanie, a które zostały omówione w poprzednich rozdziałach. Największe zakłócenia dotyczą najniższych częstotliwości, a związane są z dryftem i relaksacją w układach mechanicznych oraz szumami niskoczęstotliwościowymi w układach elektronicznych. Z tego powodu istotne jest prowadzenie pomiarów przemieszczeń przez porównywanie stanów możliwie niewiele oddalonych w czasie. Innymi słowy zachodzi konieczność obserwacji urządzenia drgającego.

Choć pomiary interferometryczne drgań są możliwe, to urządzeniem właściwym do obserwacji drgań jest wibrometr. Pierwsze pomiary obiektów drgających były prowadzone w układach interferometrów sprzęgniętych z wibratorami [156]. Wibrometria interferometryczna wywodzi się z tej techniki i jest metodą ograniczoną ze względu na pasmo urządzenia. Podobna co do realizacji optycznej, bo również w oparciu o układ Michelsona, lecz różna co do interpretacji wyników jest wibrometria dopplerowska (ang. *laser doppler vibrometry*, LDV) [157]. Zakłada się, że obserwowana różnica w fazie pochodzi nie tylko od zmiany położenia obiektu mierzonego, lecz również od jego prędkości w kierunku zgodnym z osią optyczną układu. Pierwotnie technika ta była wykorzystywana do weryfikacji działania elektromechanicznych mikrouządzeń optycznych (ang. *micro-opto-electromechanical systems*, MOEMS) [158]. Później rozwój objął również pomiary prędkości w innych mikrouządzeniach, przede wszystkim oscylatorach i rezonatorach [159]. Rozwój LDV pozwala

na wykonywanie map wychyleń dla całych urządzeń [160]. Rozdzielczości uzyskiwane w LDV są subpikometryczne, z perspektywą redukcji skali [161].

W Katedrze Nanometrologii używany jest wibrometr dopplerowski marki SIOS – model Nano Vibration Analyzer [162]. Jest to urządzenie jednowiązkowe z ustawieniem ręcznym. Głowica interferometru umieszczona jest na mechanicznej podstawie mikroskopu metalurgicznego i sprzężona w jednym układzie optycznym z kamerą i oświetlaczem (Rysunek 16). Tor sygnałowy zakończony jest kartą przetworników analogowo-cyfrowych (ang. *data acquisition card*, DAQ) firmy National Instruments (model NI PCI5122).



Rysunek 16. Schemat układu pomiarowego do wibrometrii interferometrycznej. W przerywanej obwiedni znajduje się część sygnałowa układu.

3.3.3. Analiza szumu termomechanicznego

Temperatura jest miarą średnich energii drgań swobodnych cząstek w materiale, toteż znając temperaturę określić można ilość energii posiadanej przez obiekt. Zasada ekwipartycji energii termicznej w układzie stanowi zaś, że energia drgań swobodnych rozłożona jest równo pomiędzy stopnie swobody układu.

Bez dużej straty ogólności można przyjąć, że układ belki drgającej opisać można za pomocą modelu prostego oscylatora harmonicznego o jednym stopniu swobody, czyli punktu masy m zawieszono na elemencie sprężystym o sztywności k . W oscylatorze harmonicznym większość energii drgań swobodnych skupiana jest w głównym modzie rezonansowym na pulsacji ω_0 [163]. Tym samym średnie obserwowane drgania²³ będą bezpośrednio zależne od całkowitej energii termicznej E , danej w postaci zasadniczej zależnej od temperatury T i stałej Boltzmana k_b :

$$E = \frac{1}{2} k_b T. \quad (28)$$

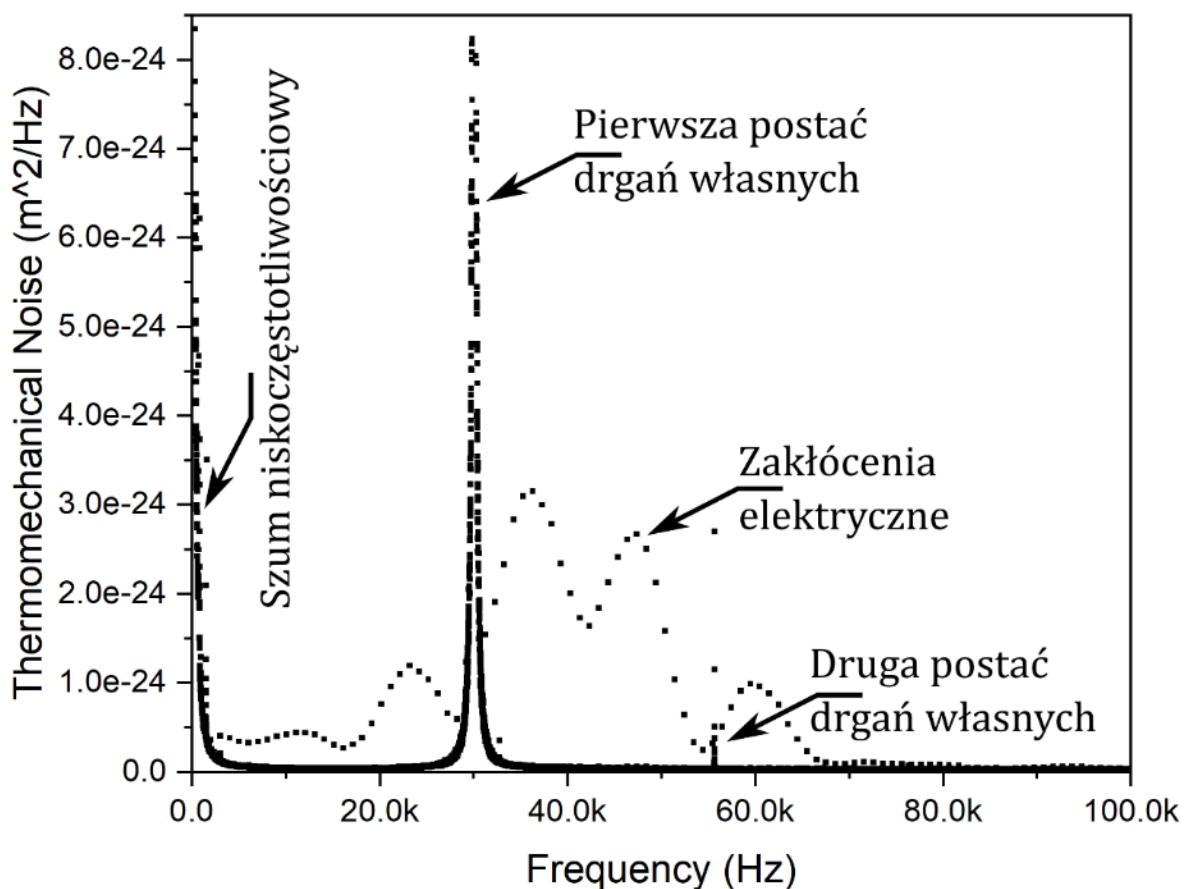
Ponieważ przyjęto, że drgania występują niemal wyłącznie w głównym modzie rezonansowym, toteż można przybliżyć układ modelem prostego oscylatora harmonicznego. Całkowita energia drgań oscylatora wychylającego się z pozycji równowagi na odległość z dla każdej częstotliwości f równa jest całkowitej energii drgań termicznych:

$$\int \frac{1}{2} m \omega_0^2 z^2 df = \frac{1}{2} k_b T. \quad (29)$$

²³ Drgania opisywane w jednym stopniu swobody, podobnie jak ich energia i szum termomechaniczny, bowiem od rozdziału 2. rozpatrywany jest wyłącznie rezonator o jednym stopniu swobody. Dla obiektu o wszystkich stopniach swobody energia termiczna drgań swobodnych byłaby potrojona.

Iloczyn pulsacji drgań swobodnych oraz masy drgającej równe są sztywności oscylatora. Przez przeniesienie kwadratu wychylenia uogólnionego w widmie na prawą stronę, otrzymuje się postać wzoru pozwalającą na wyznaczenie sztywności na podstawie sumy kwadratów wychylenia w widmie:

$$k = \frac{k_b T}{\int z^2 df} \quad (30)$$



Rysunek 17. Typowy wykres widmowy w przeciwdziedzinie PSD zarejestrowany przez obserwację szumu termomechanicznego struktury o dużej dobroci pierwszej postaci drgań własnych.

Analiza szumu termomechanicznego polega na zarejestrowaniu samoistnych drgań urządzenia, a następnie przeprowadzeniu analizy widmowej. Drgania termomechaniczne formują krzywą rezonansową w dziedzinie częstotliwości i przeciwdziedzinie widmowej gęstości mocy lub energii (ang. *power spectral density* i *energy spectral density*, PSD i ESD²⁴), gdzie energia opisuje wariancję sygnału opisywanego spektralnie (Rysunek 17). Odczytać można wielkości potrzebne do wyznaczenia sztywności (amplitudę drgań), dobroci (szerokość krzywej w połowie wysokości w przeciwdziedzinie PSD) oraz samą częstotliwość rezonansową. Samo zarejestrowanie drgań urządzenia wykonywane jest za pomocą LDV ze względu na uniwersalność metody [164]. Możliwe jest jednakże przeprowadzenie analizy szumu zarejestrowanego innym wysokoczułym urządzeniem pomiarowym, na przykład detektorem z odchylaną wiązką laserową czy wibrometrem tunelowym [165].

Metoda wyznaczania sztywności obarczona jest uchybem silnie zależnym od układu pomiarowego. Przede wszystkim niecisłe jest uznanie jakiegokolwiek struktury fizycznej za prosty oscylator harmoniczny. Dla prostopadłościennych, jednorodnych belek przyjąć można empiryczny współczynnik

²⁴ Nie należy mylić tego pojęcia z wyładowaniem elektrostatycznym (ang. *electrostatic discharge*, ESD), niebezpiecznym zjawiskiem związanym z lawinowym wyładowaniem nagromadzonego ładunku. Choć wyładowanie elektrostatyczne będzie omawiane w dalszej części tej rozprawy, nie będzie wykorzystywany akronim ESD, jako właściwy zjawisku makroskopowemu – pozwoli to uniknąć pomyłek.

korekcyjny, wynoszący 0,971 [166]; dla innych form, konieczne jest wyznaczenie osobnego współczynnika, co jest zadaniem bardzo kłopotliwym. Ponadto mierzone drgania nie pochodzą wyłącznie z szumu termomechanicznego, ale również z innych źródeł, przede wszystkim akustycznych i elektronicznych. Większość ze źródeł zakłóceń powoduje powstanie dudnień wąskopasmowych, jednak szerokopasmowe szумы sumują się w dziedzinie częstotliwości z mierzonymi drganiami. Stąd uzyskiwana wartość sztywności jest obciążona błędem tym większym, im większa jest ilość szumów tła.

Samo prowadzenie pomiaru również może być obciążone pewnymi błędami, do których należy nieidentyczność padania plamki lasera detekcyjnego na belkę – może to prowadzić do nawet kilkudziesięcioprocentowych rozrzutów w uzyskiwanych wartościach [167]. Jest to zarazem swoboda tej metody, ponieważ niekiedy ważniejszą informacją jest sztywność struktury w jej określonym punkcie lub nawet różnica sztywności pomiędzy różnymi wysokościami [168].

Alternatywną metodą wyznaczania sztywności jest obliczenie analityczne na podstawie wymiarów geometrycznych. Wymiary planarne są mierzone za pomocą mikroskopii optycznej, zaś grubość jest szacowana na podstawie częstotliwości rezonansowej. Autorzy [169] przekonują, że metoda jest obciążona mniejszym błędem niż analiza szumu termomechanicznego. W opinii autora poważną wadą jest oparcie wyliczonej sztywności o parametry materiałów, z których składa się belka. Dla urządzenia o nieznanym pochodzeniu (bądź objętym tajemnicą) zadanie jest niemożliwe do wykonania. Dla belek o niejednorodnych przekrojach zagadnienie również staje się znacząco bardziej skomplikowane.

3.3.4. Przetwornik OBD

Wibrometria jest metodą ograniczoną do określenia wielkości zespolonych wibracji – amplitudy i fazy względem pobudzenia, mierzy bowiem prędkość obiektu. Z tego powodu określenie statycznego wychylenia jest niemożliwe. Do wykonania bezpośredniej obserwacji statycznego wychylenia, nie tyle w celu określenia jego amplitudy, co kierunku potrzebny jest inny układ precyzyjnego pomiaru wychylenia.

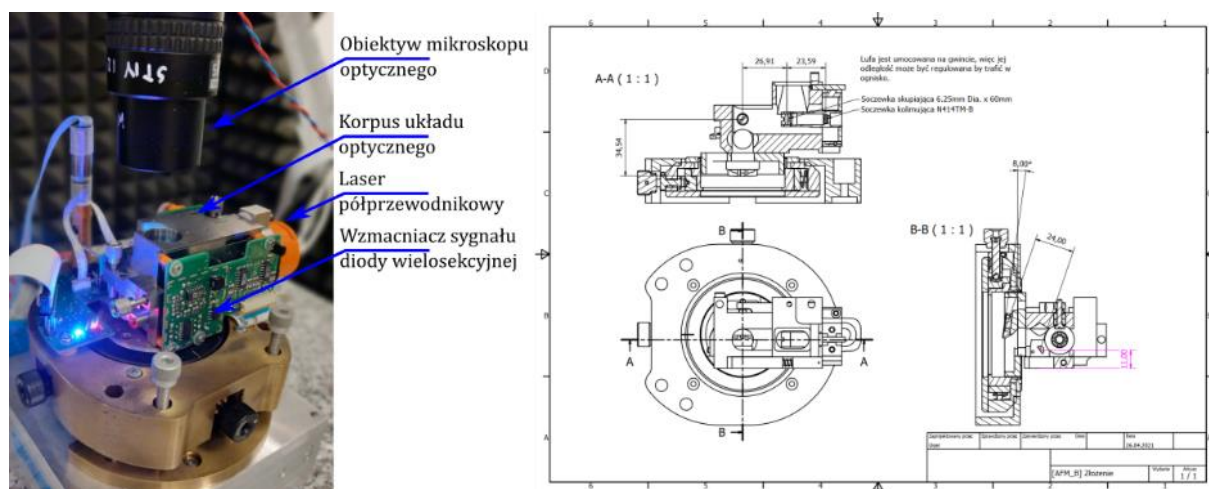
Układ do pomiaru odchylenia wiązki odbitej (ang. *optical beam deflection*, OBD) służy do określenia kąta odchylenia struktury uginanej (Rysunek 18). Rozdzielczości uzyskiwane przez przetwornik OBD mogą być porównywalne z rozdzielczościami interferometrów, choć różnią się pasmem pomiarowym [170,171]. Pomiary przetwornikiem OBD mogą być stosowane tylko dla belek jednostronnie mocowanych, ponieważ tylko one spełniają następujący warunek: dla małych wychyleń kąt (czyli strzałka ugięcia) jest liniowo proporcjonalny do przemieszczenia. W układzie wiązka światła laserowego pada na strukturę badaną pod pewnym ustalonym kątem, a po odbiciu trafia w detektor czuły na położenie rozogniskowanej plamki światła. Najlepszą czułość układu uzyskuje się ogniskując wiązkę na strukturze, tak by zarówno moc wiązki odbitej, jak i wielkość plamki rozproszonej była duża. Poprawę rozdzielczości można również uzyskać stosując układ ogniskujący o dużej aperturze numerycznej, co wykonałem konstruując przetwornik OBD przedstawiony w pracy [165].

Detektorem położenia plamki jest zazwyczaj wielosekcyjna dioda, a wynikiem pomiaru – sygnały napięciowe odpowiednich sekcji detektora. Bezpośrednim wskaźnikiem położenia jest różnica pomiędzy sygnałem dwu części, na które jednocześnie pada wiązka. Metoda detekcji jest nieliniowa dla większych wychyleń – wynika to z konstrukcji samej diody, kształtu plamki, nieliniowości relacji wychylenia do strzałki ugięcia. Innymi słowy nie jest metodą metrologiczną. Z tego względu detektor bywa wykorzystywany jako wskaźnik zera w układach dążących do równowagi w pętli sprzężenia zwrotnego [171,172].

W Katedrze Nanometrologii funkcjonuje szereg rozwiązań przetworników OBD stosowanych do rozwoju mikroskopii bliskich oddziaływań (ang. *scanning probe microscopy*, SPM), a skonstruowanych między innymi przez autora pracy. Głowice pomiarowe mają charakter otwarty, umożliwiające prowadzenie aktuacji wszystkimi założonymi metodami (elektrotermiczną, elektromagnetyczną i optomechaniczną). Ich czułość została określona przez odniesienie do wibrometru

interferometrycznego jako metrologicznej referencji na 110 nanometrów wychylenia na volt sygnału detektora; rozdzielczość pomiaru jest nie mniejsza niż 1 pikometr.

Wykorzystanie układu jest możliwe do jakościowego określenia charakteru wychylenia belki aktuowanej, co jest szczególnie istotne w przypadku nieznanymi właściwościami struktur.



Rysunek 18. Układ przetwornika OBD w formie obecnej w laboratorium oraz w rysunku złożeniowym z przekrojami A-A i B-B prezentującymi tor optyczny wiązki detekcyjnej. Fotografia głowicy wykonana przy realizacji serii pomiarów nanostruktur ZnO; rysunek złożeniowy wykonany na potrzeby złożenia głowicy według projektu autora.

3.3.5. Obserwacje SEM i FIB

Wymienione dotychczas techniki pozwalają na określenie wielkości charakterystycznych dla aktuacji *opMEMS-ów*. Ich wykorzystanie opiera się na założeniu działania urządzenia zgodnie z przyjętym modelem, nie pozwalają natomiast na ustalenie dokładnego zachowania urządzenia. Istnieją również bardziej subtelne zjawiska (np. występowanie naprężeń własnych), które niemożliwe są do opisanego wyłącznie metodami oceny aktuacji. Konieczne jest zastosowanie metody obserwacji zdolnej do zobrazowania urządzenia w skali nanometrycznej.

Jedynym znanym rodzajem wszechstronnej mikroskopii o względnie dużej głębi ostrości i nanometrycznych rozdzielczościach obrazowania jest skaningowa mikroskopia elektronowa i jonowa (ang. *scanning electron microscopy* i *focused ion beam*, SEM i FIB²⁵). Razem tworzą rodzinę metod skaningowej mikroskopii wiązkowej (które to pojęcie nie jest powszechnie spotykane, ale oddaje charakter działania).

SEM i FIB można rozpatrywać korpuskularnie i falowo, przy czym ideowe wytłumaczenie falowe jest łatwiejsze – by zwiększyć rozdzielczość obrazowania, zastąpiono falę świetlną (relatywnie długą) falą materii – o trzy rzędy wielkości krótszą. Dla elektronu spoczywającego długość fali materii (fali de Broglie’a) wynosi ok. 400 pm, spada zaś z rosnącym pędem. Opis jest właściwy dla elektronów, ponieważ ich natura falowa została zaobserwowana eksperymentalnie (na przykład w oryginalnym doświadczeniu Davissona i Germera). Długość fali materii określa teoretyczną granicę rozdzielczości SEM.

Dla jonów opis falowy staje się niezręczny, ponieważ długość fali będzie o rzędy mniejsza, zależnie od ciężaru użytego jądra, a tym samym efekty falowe staną się w opisie coraz mniej istotne (dla ciężkich

²⁵ Niezręcznością w angielskim nazewnictwie jest oderwanie członu „mikroskopii” od określenia na technikę jonowego obrazowania. Wynika to z pierwotnego zastosowania zogniskowanej wiązki jonów jako narzędzia w mikrofabrykacji (którym pozostaje do tej pory). Nieliczne źródła wspominają o ang. *scanning ion microscopy*, SIM [325]. By zachować spójność z angielską terminologią pozostaną przy określeniu na wiązkę jonową, zaznaczając gdy jest wykorzystywana do obrazowania.

jąder w zasadzie nieobserwowalne, dla lekkich również w niewielkiej liczbie prac [173]). Wygodniejszy staje się więc opis korpuskularny, według którego cząstki o pewnym pędzie ulegają sprężystym i niesprężystym zderzeniom z obiektem obserwowanym, uwalniając cząstki o odpowiedniej dla charakteru interakcji energii. Dla ścisłego opisu należy uzupełnić obraz zderzeń sprężystych i niesprężystych o związane z nimi uwalnianie kwantów promieniowania.

Obserwacje SEM i FIB klasycznie mogą być wykonywane tylko na próbkach przewodzących, w przeciwnym razie dojdzie do ładowania się podłoża; opracowane są jednak metody modyfikacji próbek cienkimi warstwami przewodzącymi bądź obrazowania różnoimiennymi wiązkami w celu eliminacji ładunku powierzchniowego. *opMEMS*y z założenia integrują struktury przewodzące.

Istotne w wykorzystaniu wiązek cząstek jest uwzględnienie ich trwałego wpływu na strukturę badaną. Najbardziej niszczącym działaniem cechują się jony – duża masa sprawia, że materiał może być lokalnie rozpylany (co wykorzystuje się w roli narzędzia do obróbki mechanicznej w nanoskali). Jony zostają również zaimplantowane w obszarze obrazowanym, przyjmując rolę domieszki – w zależności od pierwiastka wiązki, może być to zmiana niepożądana, na przykład z powodu zwiększenia przewodności powierzchni. Elektryony i jony mogą powodować rozbicie i przyłączenie do powierzchni znajdujących się nad nią par materiałów, co również wykorzystuje się jako narzędzie do lokalizowanej depozycji. Niszczącym efektem oddziaływania wiązki może być również lokalne dostarczenie dużej ilości ciepła [174].

SEM i FIB są jednocześnie jedynymi metodami, dzięki którym możliwa jest jakościowa obserwacja mikrostruktur – jakościowa, ponieważ metody nie są metrologiczne. Dzięki ostrożnej kalibracji mikroskopu oraz zachowaniu procedur obrazowania, możliwe jest wystarczająco wiarygodne wskazanie wartości wielu wymiarów w skali (i co istotniejsze – w wymiarach) niedostępnych innym metodom mikroskopowym.

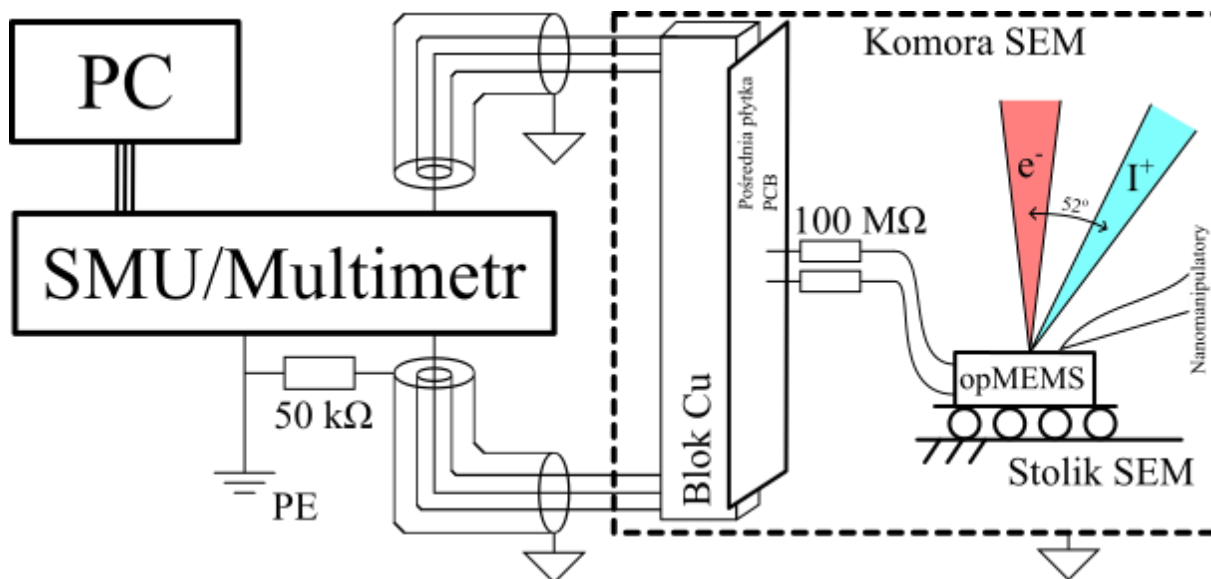
Zastosowanie zogniskowanej wiązki jonów w charakterze narzędzia skrawającego jest komplementarne do stosowanych metod obróbki mikroelektronicznej. Rozdzielczości osiągnęte przez wiązkę jonową są mocno zależne od charakteru obróbki, ale generalnie pozostają w zakresie poniżej 50 nm. Modyfikacje wiązką jonową stanowią konieczny etap produkcji *opMEMS*ów – wytworzenie obszaru zainteresowania odpowiednio małego dla badanych nanostruktur jest możliwe tylko przy użyciu tej metody. Ilekroć będzie wspomniane w rozprawie „cięciu” struktur, należy je rozumieć jako operację prowadzoną przy użyciu FIB.

3.3.6. Lab-in-SEM

W Katedrze Nanometrologii opracowany został układ pomiarowy LiS (ang. *laboratory in scanning electron microscope, Lab-in-SEM*, laboratorium w skaningowym mikroskopie elektronowym) według pomysłu dra Krzysztofa Kwoki i dr. hab. inż. Tomasza Piaseckiego (Rysunek 19). Układ łączy możliwości prowadzenia pomiarów elektrycznych stałych i zmiennoprądowych z obserwacjami SEM i FIB. Tym samym pomiary modyfikowanych przyrządów *opMEMS* wykonywane są *in situ*. Znacząco skraca to czas prowadzenia dowolnego pomiaru, ponieważ w przeciwnym razie konieczny byłby każdorazowy demontaż przyrządu. Zbliża to całość procesu badawczego do sprawności, z jaką prowadzone jest szybkie prototypowanie (ang. *rapid prototyping*). Umieszczenie całego układu w komorze próżniowej zapewnia również odporność na szkodliwy wpływ oddziaływania atmosferycznego, w szczególności wilgotności. Zarazem jest to środowisko adekwatne do badania nanoelektroniki próżniowej, również badanej za pomocą *opMEMS*-ów.

Sygnaly pomiarowe doprowadzone zostały do komory próżniowej przepustami koncentrycznymi typu *triaxial*. Do pomiarów wykorzystywano multimetr precyzyjny Keithley 2000, a także SMU (ang. *source measurement unit*, źródło mierzące) Keithley 2634b oraz Keithley 2400. Przewody sygnałowe były również typu *triaxial* w celu doskonalszej eliminacji szumów. Wewnątrz komory pomiarowej sygnaly zostały doprowadzone przewodami koncentrycznymi z masą-oplotem przewodu *triaxial* zwartym z komorą próżniową do bloku miedzianego, stanowiącego masę elektryczną i bezwładnościową w linii przewodów. Doprowadzenie sygnałów pomiarowych do próbki zostało

zrealizowane przewodami licowymi ze względu na ich bardzo małe bezwładności i sztywności. Dzięki tak zrealizowanej serii połączeń, próbka została niemal całkowicie odcięta od oddziaływań mechanicznych. Całość pojemności pasożytniczych w układzie nie przekraczała 1 pF.



Rysunek 19. LiS widziany z zewnątrz wraz z jednym z operatorów i pomysłodawców – dr. inż. Krzysztofem Kwoką.

Mimo, że jest to niewielka wartość, to przy względnie dużych napięciach (rzędu 100 V) może gromadzić ładunek destrukcyjnych wielkości. W przypadku bowiem zwarcia elektrycznego w przyrządzie *opMEMS*, prądy zwarciove znacznie przekraczają wytrzymałość prądową, prowadząc do termicznego zniszczenia przyrządu. Metodą zabezpieczenia jest szeregowe połączenie rezystorów w linii zwarcia o rezystancji ponad 100 MΩ. Maksymalne prądy zwarciove nie przekraczają wówczas 1 μA, co jest wartością na granicy bezpiecznej pracy *opMEMS-ów*. Istotne jest umieszczenie rezystorów jak najbliżej przyrządu, więc w komorze pomiarowej, a wręcz w obrębie samej struktury *opMEMS-a*. Wykonanie rezystora o takim oporze metodami mikroelektronicznymi jest zadaniem problematycznym,

wobec czego nie było podejmowane; zamiast tego wykorzystano precyzyjne rezystory grubowarstwowe marki Maxi-Mox włączane w obwód podłączenia elektrycznego.

Układ uzupełniają trzy nanomanipulatory MM3A-EM firmy Kleindiek Nanotechnik oraz nanomanipulator EasyLift firmy FEI. Nanomanipulatory firmy Kleindiek montowane są w komorze na przewidzianym przez producenta uchwycie bądź w specjalnie do tego celu zaprojektowanych uchwytach – dwa sporządzono w celu przeprowadzenia niestandardowych eksperymentów. Ich zakresy ruchu obejmują pełen zakres roboczy mikroskopu elektronowego, a rozdzielczość ruchu wynosi poniżej nanometra²⁶. Nanomanipulator EasyLift posiada mniejsze pole robocze, a kwant ruchu wynosi 400 nm.

Ponadto LiS może integrować dodatkowe przyrządy pomiarowe, w tym stolik grzejny z termostatem czy doprowadzenia światłowodowe pozwalające na pomiary interferometryczne [168,175].

3.3.7. Analiza drgań wymuszonych

opMEMS-y z założenia mają być urządzeniami aktywnymi. Konieczne jest więc wykonywanie pomiarów urządzeń aktuowanych. W tym celu wykorzystywano układ pomiarowy, zawierający detektor wychylenia (jeden ze zbioru dotychczas opisywanych) oraz układ pobudzania do drgań. W każdym przypadku układ składał się z generatora funkcyjnego oraz przetwornika odpowiedniej wielkości.

Dla aktuacji elektromagnetycznej i elektrotermicznej wykorzystywane było stabilizowane źródło prądowe o przekładni 1000 Ω . Pole magnetyczne generowane było przez jarzmo z magnesem trwałym; indukcyjność pola wynosiła około 0,4 T. Sterowanie wartością prądu jest korzystne ze względu na liniowe przełożenie na siłę elektrodynamiczną, nie zmienia zaś złożoności opisu aktuacji elektrotermicznej. Modulowany sygnał napięciowy przetwarzany był na modulowany sygnał prądowy, a ten stanowił bezpośrednio sygnał aktuujący.

Dla aktuacji optomechanicznej dobrano źródło światła w postaci diody superluminescencyjnej (S-LED) o długości fali 1310 lub 1550 nm²⁷. Promieniowanie podczerwone doprowadzane było do belki przy pomocy układu optycznego składającego się ze światłowodu wielomodowego oraz układu kolimująco-skupiającego. Zogniskowany strumień kierowany był na *opMEMS*. Wykorzystane układy S-LED (Thorlabs S5FC1018S i S5FC1005S) posiadają możliwość modulacji zewnętrznym sygnałem napięciowym w paśmie do 100 kHz, wobec czego zastosowano ten sam generator funkcyjny.

Pobudzenie akustyczne prowadzono przy wykorzystaniu elementów piezoelektrycznych. W układy mocowania *opMEMS*-ów wprowadzono elementy drgające w postaci piezostosów lub piezopastelek – przykładowo PA3JEAW czy TA0505D024W firmy Thorlabs. Piezostosy były pobudzane sygnałem napięciowym, pochodzącym bezpośrednio z generatora. Alternatywnym źródłem aktuacji akustycznej były głośniki, symulujące odtwarzaną muzyką akustyczny szum tła [176]. Tak zrealizowane źródło dźwięku może być stosowane wyłącznie porównawczo – jakościowo, bowiem technicznie niemożliwe jest określenie dokładnego poziomu energii akustycznej w otoczeniu *opMEMS*.

Nie stosowano intencjonalnej aktuacji elektrostatycznej, choć w przypadku niektórych urządzeń objawiła się ona w wyniku indukcji elektrostatycznej. *opMEMS*-y nie były projektowane z myślą o zastosowaniu pobudzenia elektrostatycznego.

²⁶ Co istotne – rozdzielczość, ale nie powtarzalność, jako że nanomanipulatory tego typu pozbawione są sprzężenia zwrotnego położenia. Jedyne kontrola nad ich położeniem pochodzi z obrazowania SEM, z czego wynika ograniczenie powtarzalności położenia do rzędu 10 nm. Teoretyczna rozdzielczość ruchu związana z przemieszczeniem układu sterującego wynosi jednak poniżej nanometra.

²⁷ Podane długości nie wynikają z wymagań projektowanego układu, ale z popularności źródeł spójnego promieniowania elektromagnetycznego występujących na rynku. 1330 nm oraz 1510 nm to tzw. drugie i trzecie okno telekomunikacyjne, czyli wartości długości fali, dla których tłumienność krzemionki (najczęściej występującego materiału światłowodowego) jest najmniejsza, toteż dla tych długości fal najbardziej opłacalne jest konstruowanie falowodowych układów telekomunikacyjnych.

Te posiadają jednak pewną skończoną przewodność i przenikalność elektryczną [177]. Z tego względu istotna staje się czystość i jakość wykorzystanych materiałów. Rozpatrywany pod względem upływu będzie wyłącznie przypadek stałoprądowy (lub prądów zmiennych z niewielką częstotliwością²⁸). Motywacją dla takiego ujęcia jest planowane zastosowanie *opMEMS*-ów.

W przypadku *opMEMS*-ów można więc wskazać trzy zasadnicze drogi niepożądanego przewodzenia. Dwie z nich obejmują przewodność dielektryka – Si_3N_4 lub SiO_2 . Przewodzenie może występować pomiędzy ścieżkami przewodzącymi w objętości izolatora lub pomiędzy ścieżką a przewodzącym podłożem poprzez izolator. Podłoże, jeśli nie jest w żaden sposób spolaryzowane elektrycznie, przyjmie potencjał równowagowy wynikający z potencjałów na okolicznych ścieżkach i takie też będzie napięcie powodujące prądy upływu. Rozkład pola elektrycznego może powodować faworyzowanie którejś z dróg. Wpływać na to może również anizotropia warstwy, wynikająca np. z charakterystyki procesu [178]. Dobór materiałów może więc podlegać pewnej optymalizacji w zależności od zadania stawianego przed urządzeniem [179,180]. W przypadku przyrządów *opMEMS* priorytetem są właściwości mechaniczne i wykonalność technologiczna.

Trzecia droga wynika z właściwości powierzchniowych urządzenia. Pomimo zachowania czystości powierzchni, ta adhezyjnie przylacza substancje występujące w otoczeniu, w tym parę wodną. Zależnie od ilości zanieczyszczeń, wilgotności i składu atmosfery, wartość rezystancji powierzchni może ulec znacznemu obniżeniu. Zjawisko jest wykorzystywane w czujnikach atmosferycznych, tam stosowane są dodatkowo specjalne warstwy adhezyjne [181].



Rysunek 21. Komora pomiarowa ekranowana elektromagnetycznie według projektu dr. hab. inż. Tomasza Piaseckiego. Układ zawiera wszystkie elementy niezbędne do prowadzenia pomiarów mikrostruktur elektrycznie przewodzących i elementów electronicznych.

Zdjęcie własne, zamieszczone dzięki uprzejmości dr. inż. Marcina Palewicza oraz dr. hab. inż. Tomasza Piaseckiego.

W celu zapobieżenia osadzania powierzchniowej warstwy wodnej, stosuje się warstwy o przeciwnych właściwościach – hydrofobowe. Nie stanowią one jednak dostatecznego zabezpieczenia, zwłaszcza gdy niemożliwa jest zmiana składu materiałowego przyrządu. Warstwa powierzchniowa formuje się nawet w warunkach próżniowych. Do jej usunięcia konieczne jest odparowanie wody z powierzchni w temperaturze powyżej $100\text{ }^\circ\text{C}$ w ciśnieniu atmosferycznym bądź odpowiednio niższej w warunkach próżniowych – zabieg niemożliwy do wykonania przy *opMEMS*-ach ze względu na

²⁸ Przy czym niewielka częstotliwość zostanie zdefiniowana jako taka, przy której właściwości znacząco nie odbiegają od przypadku stałoprądowego.

wykorzystanie podstawek PCB. Możliwe jest również wprowadzenie rozwinięcia powierzchni w celu wydłużenia drogi prądowej – zabieg jednak nie jest neutralny wobec parametrów mechanicznych. Stosować można materiały pokrycia o niewielkim powinowactwie do ewentualnych zanieczyszczeń; warstwa kryjąca równomiernie strukturę przewodzącą również wyeliminuje ten problem, wymaga jednak dodatkowego zabiegu technologicznego i – przede wszystkim – stoi w sprzeczności z założeniem swobodnej manipulacji w obrębie struktury przewodzącej *opMEMS*. Na szczęście istnieje możliwość, że przewodność powierzchniowa będzie niewielka w porównaniu do przewodności materiałowych.

Pomiar prądów upływu odbywa się w układzie z wysokorozdzielczym SMU lub omomierzem o odpowiednio dużym zakresie pomiarowym (Rysunek 21). Do pomiarów wybiera się ścieżki przewodzące normalnie rozwarne, leżące nieopodal. Dla pełnego sprawdzenia działania można również uszkodzić strukturę testową, celowo rozwierając ścieżki normalnie zwarte. Oczekiwane wartości rezystancji leżą co najmniej powyżej 1 G Ω , czyli prądy upływu powinny pozostać poniżej 10 pA dla różnicy potencjałów 1 V. Dobre wartości prądów upływu będą jednak znacznie mniejsze, a rezystancja powinna dążyć do wartości 1 T Ω .

3.3.9. Ocena wytrzymałości elektrycznej

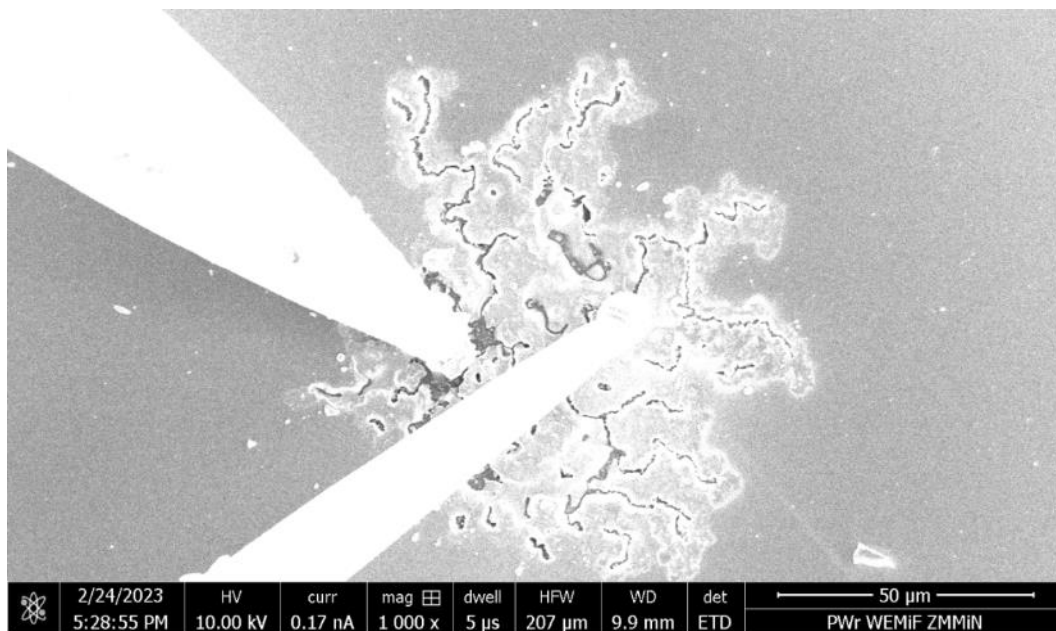
Określenie przebicia elektrycznego obejmuje szereg możliwych zjawisk fizycznych. Każde z nich jest o tyle niebezpieczne dla struktury, że jest niekontrolowane i może prowadzić do powstania uszkodzeń. Głównym źródłem uszkodzeń jest duża ilość ciepła powstająca w małej objętości przy gwałtownym wzroście prądu związanym z przebicciem.

Mechanizmy wyładowania elektrycznego związane są zazwyczaj z przewodzeniem przez pewne medium np. przez jonizację powietrza w obecności dużego pola elektrycznego. Możliwe jednak jest również wystąpienie wyładowania w warunkach próżniowych, jeżeli obiekt sam dla siebie jest źródłem nośników ładunków. Przykładem są oczywiście wszelkie typy emisji elektronów w obecności dużych energii wewnętrznych (termoemisja), dostarczanych zewnątrz (fotoemisja) lub wymuszanych polem elektrycznym (emisja polowa). Każdy z nich może prowadzić jednak do powstania temperatur wystarczających do sublimacji materiału, który następnie ulega jonizacji i prowadzi do lawinowego wzrostu prądu wyładowania co, nawet jeśli samo w sobie nie okaże się niszczące dla struktury, prowadzi do powstania destrukcyjnej wiązki jonowej [182]. Sposobem na uniknięcie tego typu sytuacji nie jest jednak odpowiedni projekt urządzenia, a odpowiednia metodyka prowadzonych działań.

Mniej groźne, lecz równie szkodliwe jest przebiccie przez warstwę izolatora [183]. Przy dostatecznie dużym polu elektrycznym wnikającym w izolator, może nastąpić lawinowy wzrost prądu dzięki mechanizmom fizycznym podobnym jak przy wyładowaniu. Istotną różnicę stanowi trwała degradacja warstwy dielektrycznej, kanał przewodzący zostaje bowiem utrwalony w materiale przez dyfuzję przewodnika w głąb warstwy [184]. Degradacja zostaje przyspieszona przez następującą przy przebicciu perkolację jonów przewodzących [185].

Wielkość napięcia przebicia decyduje w zasadzie wyłącznie o możliwych napięciach pracy *opMEMS-ów*. Wobec tego określenie tej wielkości jest kluczowe dla przewidywalnej pracy z urządzeniami. Jej teoretyczne określenie jest możliwe, bowiem znane są wytrzymałości elektryczne wykorzystywanych materiałów; oczywiście znane są wartości zgrubne, nie zaś właściwe dla materiału uzyskanego w danej iteracji procesu. Ponadto wytrzymałość warstwy dielektryka zależeć będzie nie tylko od własności materiałowych, lecz również od jego grubości na całej powierzchni – wystarczy bowiem jedno miejsce przebicia by doprowadzić do trwałego zwarcia przewodnika. Pomimo wystarczających parametrów, pewne materiały nie nadają się do konstruowania z nich warstw izolacyjnych o względnie dużych powierzchniach [186]. Gotowe warstwy izolacyjne mogą również zmieniać swoje właściwości pod wpływem zjawisk zmęczeniowych – przez analogię do mechanicznego zmęczenia materiałów, również częste obciążanie materiału prowadzi do wzrostu zanieczyszczeń dyfuzyjnych i – w czasie – zmniejszenia wytrzymałości elektrycznej [187]. Proces degradacji następuje również samoistnie w czasie życia urządzenia [188].

Pomiar napięcia przebicia prowadzi się w układzie identycznym z układem do pomiaru prądów upływu, przy czym urządzenie pomiarowe musi być zdolne do wygenerowania napięć takich, jakie będą panowały w pracującym *opMEMS-ie* (Rysunek 22).



Rysunek 22. Efekt przebicia elektrycznego w strukturze planarnej wywołany napięciem przykładanym za pomocą nanomanipulatorów do powierzchni wewnątrz LiS. Obraz SEM wykonany przez autora przy testach przewodności powierzchniowej cienkich warstw izolacyjnych.

3.4. Podsumowanie rozdziału

W rozdziale zostały przedstawione metody produkcji, użytkowania i pomiarów przyrządów *opMEMS* – jak opisano na początku rozdziału, są to niezbędne elementy składowe technologii. Innymi słowy opanowanie powyższych punktów prowadzi tok prac płynnie od koncepcji urządzenia po możliwość wykonania badań. Wszystkie elementy technologii stanowią również element tej rozprawy, ponieważ były wprost stosowane przez autora lub przynajmniej uczestniczył w ich przebiegu.

Zastosowanie dotychczas opisanych technik zostanie przedstawione dopiero w rozdziale siódmym, ponieważ dopełnieniem technologii *opMEMS* będą dopiero kolejne dwa rozdziały, poświęcone integracji z NEMS oraz poprodukcyjnej orientacji *opMEMS*.

4. Przyrządy NEMS w układach *opMEMS*

opMEMS to przyrząd z definicji złożony z platformy MEMS wspierającej nanostrukturę kluczową dla przetwarzania wielkości fizycznych. Dotychczas omawiano właściwości platformy – jej pożądaną formę oraz technologię, w której może zostać technicznie zrealizowana. Konieczne jest jednak również przedstawienie, jakie nanostruktury możliwe są do integracji wewnątrz *opMEMS-ów*.

Rozdział tych dwóch etapów wykonania *opMEMS-a* wynika przede wszystkim z odrębności technologicznej nanostruktur, które wymagają osobnych procesów produkcji. Skoro jest zatem niemożliwe, by w jednej technologii wykonać całość przyrządu, to konieczne staje się również przedstawienie metod integracji technologii MEMS z technologią NEMS. Temu zagadnieniu poświęcona jest znaczna część tego rozdziału, wraz z opisem metod technologicznych modyfikacji *opMEMS-ów* by uczynić je dostosowanymi do integracji z NEMS-ami.

Wynikiem zastosowania metod przedstawionych w tym rozdziale będzie osiągnięcie zintegrowanego przyrządu *opMEMS* wyposażonego w aktuator (zapewniony przez platformę MEMS) oraz przetwornik (w postaci nanostruktury NEMS).

4.1. Technologia NEMS

Przedstawione w poprzednich rozdziałach zalety mikrouządzeń wynikają z efektu skali. Sugerowałoby to, że dalsze zmniejszanie rozmiarów urządzeń przyniesie kolejne korzyści. W istocie efekt skali powoduje, że właściwości odpowiednio małych struktur różnią się drastycznie od większych odpowiedników; co więcej, w nanoskali ujawniają się również nierejestrowane makroskopowo zjawiska, co jest przecież jedną z motywacji dla rozwoju *opMEMS-ów*.

Powtarzalne wytwarzanie elementów o wymiarach nanometrycznych jest możliwe technologicznie, opanowane zostało również wytwarzanie urządzeń elektronicznych o wymiarach nanometrycznych. Technologia MEMS nie osiągnęła jednak wciąż dojrzałości niezbędnej do masowej produkcji nanourządzeń elektromechanicznych – NEMS.

Pomimo początkowych trudności, technologia NEMS jest i będzie rozwijana przez wzgląd na – wspomniane już – niepowtarzalne właściwości przynależne nanoskali. Najważniejsze z nich zostaną omówione w rozdziale 4.2. Tam również przedstawione będą główne rodzaje struktur od pojedynczych nanourządzeń i ich form, po bardziej złożone nanosystemy w postaci struktur tzw. kwantowych.

Istnieją po temu dwa zasadnicze powody. Po pierwsze, technologie wytwarzania NEMS-ów na bazie materiałów przeznaczonych dla MEMS-ów podlegają mocnym ograniczeniom, choć rozwój technologiczny pozwala zmniejszać te ograniczenia. Niedosięgnięte pozostają jednak (i zapewne pozostaną) nanourządzenia wykonane z materiałów i dzięki metodom pozostającym poza klasyczną technologią. Stanowi to o drugim powodzie – konieczna jest efektywna integracja NEMS-ów wewnątrz układów MEMS.

Transferowi NEMS-ów do obszaru zainteresowania zostanie poświęcony rozdział 4.3. Przedstawione będą tam metody integracji elementów NEMS i MEMS wykonanych w różnych technologiach. Omawiane metody uszeregowane są w kolejności od najmniej technologicznej – wymagającej pracy operatora – do automatyzowanych metod bezpośredniej syntezy urządzeń NEMS. Te ostatnie przybliżone zostaną w osobnym rozdziale – 4.4.

4.2. Nanostruktury

Właściwości nanostruktur zależą przede wszystkim od ich morfologii, jednak ich część pozostaje wspólna ze względu na charakter nanostruktur i wymaga omówienia w zbiorczym opisie. Nanostruktury mieszczą się wymiarami w zakresie „nano” – poniżej 100 nm. Tym samym wymykają się klasycznym metodom obrazowania, manipulacji i wytwarzania. O ich wyjątkowości stanowią jednak właściwości fizyczne, atrakcyjne ze względów naukowych i technologicznych.

4.2.1. Nanodrut

Nanodrut (ang. *nanowires*, NWs) są – jak nazwa wskazuje – elementami o wymiarach nanometrycznych i co najmniej jednostkowym współczynniku kształtu – tj. długości zauważalnie większej od średnicy²⁹ [189]. W przybliżeniu nanodrut traktować można jako elementy jednowymiarowe, które przekazują tylko oddziaływania osiowe. Z mechanicznego punktu widzenia będzie to prawdziwe tylko dla drutów o względnie dużych współczynnikach kształtu – dla mniejszych zachowanie drutu jest złożeniem obciążenia normalnego i ścinającego [190,191]. Pozostałe oddziaływania są jednak również faworyzowane w kierunku osiowym nanodrutu, w którym poszukuje się zwiększonej przewodności elektrycznej i termicznej [192,193].

Charakterystyczny dla nanodrutów (jak i dla wszystkich nanomateriałów) jest niezwykle duży stosunek powierzchni do objętości. Sprawia to, że potencjalne interakcje z otoczeniem zachodzą ze zwiększoną intensywnością, co jest podstawą zastosowań czujnikowych [194].

Należy zauważyć, że nanodrut nie muszą być wykonane z jednolitego materiału. Możliwe jest wykonywanie nanodrutów wielomateriałowych, na przykład w celu poprawy pewnych właściwości, takich jak kierunkowo selektywna przewodność termiczna [195]. Ukoronowaniem całej technologii jest jednak wykonanie kompletnych nanourządzeń, które czerpią ze wszystkich korzyści jakie oferują nanodrut. Przykładem niech będą koncentryczne złącza fotowoltaiczne w postaci nanodrutów [196].

Sprowadzenie nanodrutu do formy elementu jednowymiarowego sprawia, że można abstrahować od przestrzennego aspektu materiału, z którego został wykonany. W takim idealnym przypadku właściwości całego nanodrutu są złożeniem szeregowo zachodzących interakcji. Poznawczo jest to niezwykle cenna sytuacja, ponieważ badając pewien złożony obiekt, de facto można wyrokować o właściwościach relacji międzyatomowych. Otwiera to możliwości w zakresie badań elektrycznych i mechanicznych [197]. Taki układ pozwala również na zaobserwowanie zjawisk naturalnie występujących w ciele stałym, ale uśrednianych po objętości – jak tunelowanie, hopping elektronów czy transport fononów.

Należy zdawać sobie sprawę, że omawiany idealny przypadek to łańcuch składający się z pojedynczych, połączonych szeregowo atomów – czyli cząsteczka. Badanie takich obiektów zostało zrealizowane przez rozmaite zespoły badawcze [198]. Ponadto badanie interakcji pomiędzy dwoma atomami wymaga co najmniej tychże dwu atomów, czyli nanodrut może posiadać jedynie pojedyncze „przewężenie” – miejsce, w którym zachodzić będzie badana interakcja³⁰.

Nanorurki są jakościowo, bo topologicznie, różne od nanodrutów – jak sama nazwa wskazuje, posiadają pustą przestrzeń wewnątrz objętości. Kojarzone są przede wszystkim z nanorurkami węglowymi (ang. *carbon nano tubes*, CNT), które pozostają najczęściej badanym typem nanorurek [199], jednak obejmują również inne materiały takie jak dichalkogenki metali [200]. Ponadto trwają prace nad uzyskaniem nanorurek metodami technologicznymi, jak na przykład układy tzw. *core-shell* [201].

Nanorurki węglowe są alotropową odmianą węgla, którą można opisać jako połączoną dłuższymi krawędziami wstążkę grafenową (choć pierwotnie nanorurki zostały uzyskane przez szeregowo połączenie fulerenów, co jednak mniej trafia do wyobraźni). Są nieamorficznymi strukturami węglowymi najbliższymi wymiarom nanodrutu. Nanorurki dzielą wiele właściwości z nanodrutami, przede wszystkim duże przewodności termiczne i elektryczne w kierunku osiowym. Charakter przewodnictwa zależy ponadto od morfologii rurki.

²⁹ Definicja drutu bywa różna w zależności od źródła i kontekstu – standardem maszynowym jest przyjęcie granicy współczynnika kształtu wynoszącemu 15 dla elementów wiotkich. Dla nanodrutów niekiedy wprowadza się rozróżnienie pomiędzy nanodrutami i nanoprętami (ang. *nanowires* i *nanorod*), gdzie nanopręty obejmują mniejszy zakres współczynników kształtu – na przykład 1-20 wg. [326]. W tej rozprawie nie wprowadzam takiego rozróżnienia, które jest czysto arbitralnym kryterium, w związku z czym nanodrut będą ogólnie używaną nazwą.

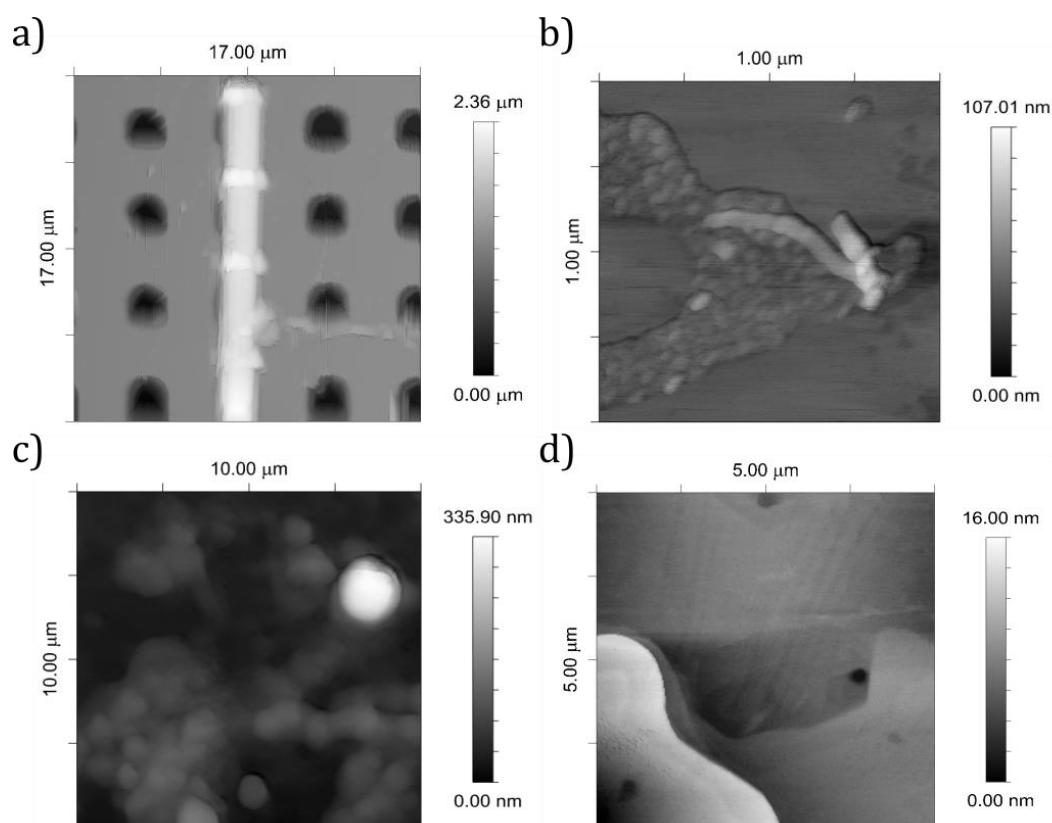
³⁰ Dokładnie na tej samej zasadzie opiera się mikroskopia bliskich oddziaływań, w której interakcja pomiędzy mikrometryczną sondą i powierzchnią zostaje sprowadzona do jednego punktu o umownym wymiarze. W przypadku niektórych metod punkt ma rozmiar pojedynczego orbitalu atomowego [327].

Podobnie jednak jak omawiane jeszcze materiały dwuwymiarowe, nanorurki przedstawiają zależność właściwości od topologii. Rozróżnia się przede wszystkim jakościowe zmiany w przewodnictwie w zależności od układu atomowego. Ta zależność otwiera również właściwości czujnikowe nanorurek jako detektorów naprężeń. Istnieją już pierwsze doniesienia o wysoce czułych czujnikach piezorezystancyjnych tego typu [202], co może być przyszłym zastosowaniem tych nanostruktur. Innym obiecującym zastosowaniem nanorurek jest wytwarzanie magazynów energii chemicznej bądź elektrochemicznej [203] lub stosowanie w roli wypełnienia materiałów nanokompozytowych [204].

4.2.2. Nanokulki

Do tego typu materiałów zaliczyć należy wszystkie niezwiązane chemicznie nanoelementy, których wymiary przestrzenne pozostają zbliżone we wszystkich kierunkach. Tendencją do tworzenia nanokulek będą wykazywały przede wszystkim przetapiane metale, które w fazie ciekłej siłami kohezji dążą do formy kulistej. Nanokulki mogą występować naturalnie w materiałach wieloskładnikowych, gdzie jedna z frakcji będzie podlegać agregacji. Znajdują zastosowanie technologiczne jako jądra krystalizacji w procesach przyrostowych, nanomaski, wypełnienia nanokompozytowe [205].

Podobnie jak nanorurki, różne od nanokulek będą nanosfery. Zastosowanie tych ostatnich to przede wszystkim składowanie i uwalnianie czynników chemicznych. Do tego zadania wykorzystuje się również materiały organiczne lub biologiczne, niekiedy naturalnie formujące się w kuliste kształty (jako najstabilniejsze mechanicznie w przestrzeni). Operacje metrologiczne prowadzone na nanokulkach przybliżają nanometrologię do dziedziny zagadnień biologicznych.



Rysunek 23. Przykłady nanostruktur badanych w Katedrze Nanometrologii według kategorii wymienianych w opisie: nanodrutów krystalicznych ZnO i organicznych z białka – amyloidu β (a-b), nanokulek liposomalnych (c) oraz dwuwymiarowej wielowarstwy grafenowej na kryształach węgliku krzemu (d). Obrazy autora wykonane za pomocą skonstruowanych przez niego mikroskopów bliskich oddziaływań, w różnym czasie od 2021 do 2023.

4.2.3. Materiały dwuwymiarowe

Podobnie jak nanodrutu przybliżyć można w postaci obiektu jednowymiarowego, tak pewne materiały można opisać jako płaszczyznę pozbawioną wysokości. Opis jest o tyle ściślejszy, że możliwe jest uzyskanie pojedynczej warstwy atomowej (lub pojedynczej komórki krystalograficznej), toteż nie zachodzą żadne oddziaływania w kierunku normalnym do warstwy.

Materiały dwuwymiarowe badane są również ze względu na obiecujące właściwości w postaci dużych przewodności termicznych i elektrycznych w kierunku płaszczyzny oraz funkcjonalizacji przewodnictwa przez modyfikacje topologiczne [206].

Właściwości warstwy materiału dwuwymiarowego silnie zależą od oddziaływań, którym jest poddawana. Sprawia to, że możliwe stają się zastosowania czujnikowe, lecz utrudnia integrację [207]. Stosuje się eksperymentalne, beznaprężeniowe metody mocowania z wykorzystaniem struktur zawieszonych [208]. Jest to jedną z motywacji dla rozwoju MEMS-ów jako platformy pod badanie nanomateriałów.

4.3. Metody umieszczania urządzeń NEMS w obszarze zainteresowania

4.3.1. Transfer stochastyczny

Transfer nanostruktur pomiędzy substratem, na którym zostały wytworzone, a docelowym urządzeniem, może odbyć się przez naniesienie losowe. Mechanicznie uwolnione nanostruktury zostają przeniesione grawitacyjnie bądź w zawieszynie na podłoże docelowe, gdzie następuje losowe rozłożenie na powierzchni [209,210].

Metoda prezentuje kilka zalet, z których największą jest prostota. Do wykonania transferu nie są konieczne złożone urządzenia. Do wad należy losowe rozmieszczenie nanostruktur. Nie stanowi ono problemu dla elementów o zbliżonych właściwościach i podłożu o niewielkim zróżnicowaniu powierzchni. Wówczas wysoce prawdopodobne jest znalezienie nanostruktury umieszczonej w korzystnym położeniu; prawdopodobieństwo można zwiększać przez modelowanie zachowania zawiesziny [211]. Z tego względu metoda ta znajduje zastosowanie jako środek przygotowawczy do badania losowych egzemplarzy nanostruktur za pomocą metod mikroskopowych oraz wstępnego umieszczenia nanostruktur pod późniejszy transfer nanomanipulatorami.

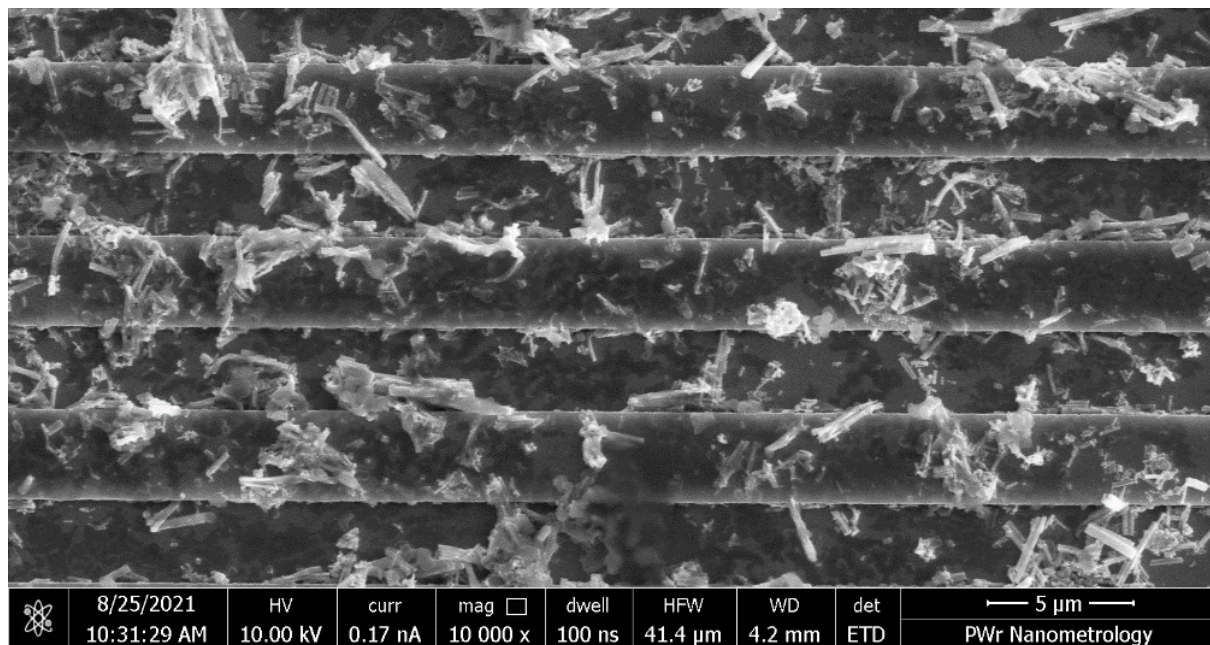
Metody stochastyczne stanowią również wstęp do rozwoju metod samoorganizacji materiałów. Wówczas jednak, powstająca struktura nie jest losowa, ale zbudowana według reguł danego procesu [212]. W ramach prac przygotowawczych do rozprawy wykonano badania nanodrutów rozłożonych losowo na powierzchni podłoża eksperymentalnego we współpracy z dr. inż. Januszem Fidelusem z Głównego Urzędu Miar (GUM-u)³¹ oraz z Politechniką Gdańską. Nanodrutu zostały przeniesione grawitacyjnie oraz – dla porównania metody – przez sonifikację w roztworze 50% alkoholu izopropylowego (Rysunek 24). Nanodrutu wykonane były z krystalicznego tlenku cynku (ZnO) oraz fosforu arsenu (AsP), a badane były ich właściwości mechaniczne. Podłoże składało się z jednomikrometrowej warstwy SiO₂ położonego na krzemie 110, a zawierało szereg detali powierzchniowych w postaci otworów okrągłych o średnicach od 2 do 20 μm oraz szczelin o takich samych szerokościach. Ponadto podłoże posiadało znaczniki lokalizacyjne ułożone w siatce o interwale 50 μm, opisane koordynatami. Losowo naniesione nanodrutu zostały zlokalizowane za pomocą mikroskopii optycznej, później zaś zbadane za pomocą mikroskopu sił atomowych.

Spośród umieszczonych na powierzchni nanodrutów, część losowo spoczęła na krawędziach detali, tworząc belki podparte jedno- lub dwustronnie. Na nich możliwe było przeprowadzenie badania trwałości zamocowania przez obserwację pozycji nanodrutu przed i po transferze podłoża; ponadto

³¹ W ramach współpracy w projekcie Horyzont2020 European Metrology Programme for Innovation and Research (EMPIR) "Metrologia o dużej przepustowości dla urządzeń do pozyskiwania energii z nanodrutów - Nanowires".

wykonano badania właściwości mechanicznych. Te ostatnie są dokładniej omówione w rozdziale 6.4 oraz w publikacji [213].

Do metod stochastycznych należy również zaliczyć nielosowy transfer warstw strukturalnych. Możliwe jest przeniesienie wytworzonego na podłożu materiału bez naruszania jego spójności, jak opisali to autorzy [214]. Zbiorowy transfer nanodrutów zapewnia ich lokalizację, eliminując losowość metody, jednak konieczne jest utrzymanie jednakowości podłoża technologicznego i docelowego, co samo w sobie stanowi poważne ograniczenie użytkowe.



Rysunek 24. Przykład powierzchni, na której przeprowadzono naniesienie stochastyczne nanodrutów. Widoczne na powierzchni poziome pasy są obszarami o naprzemiennej wysokości 0 i 1 μm. Pomimo długości niektórych nanodrutów pozwalających na ich rozpięcie w poprzek pasów, w obserwowanym obszarze nie miało miejsca żadne tego typu zdarzenie. Obraz umieszczony dzięki uprzejmości mgr inż. Eweliny Gackiej, wykonany podczas wspólnych prac prowadzonych razem z dr. inż. Januszem Fidelusem z GUM w ramach projektu Nanowires³¹.

4.3.2. Transfer nanomanipulatorami

Transfer stochastyczny nie sprawdzi się wówczas, gdy konieczne jest umieszczenie nanostruktury w konkretnym obszarze zainteresowania – prawdopodobieństwo takiego zdarzenia jest relatywnie niskie, zaś nanostruktury naniesione losowo poza OZ mogą zaburzać działanie całego urządzenia.

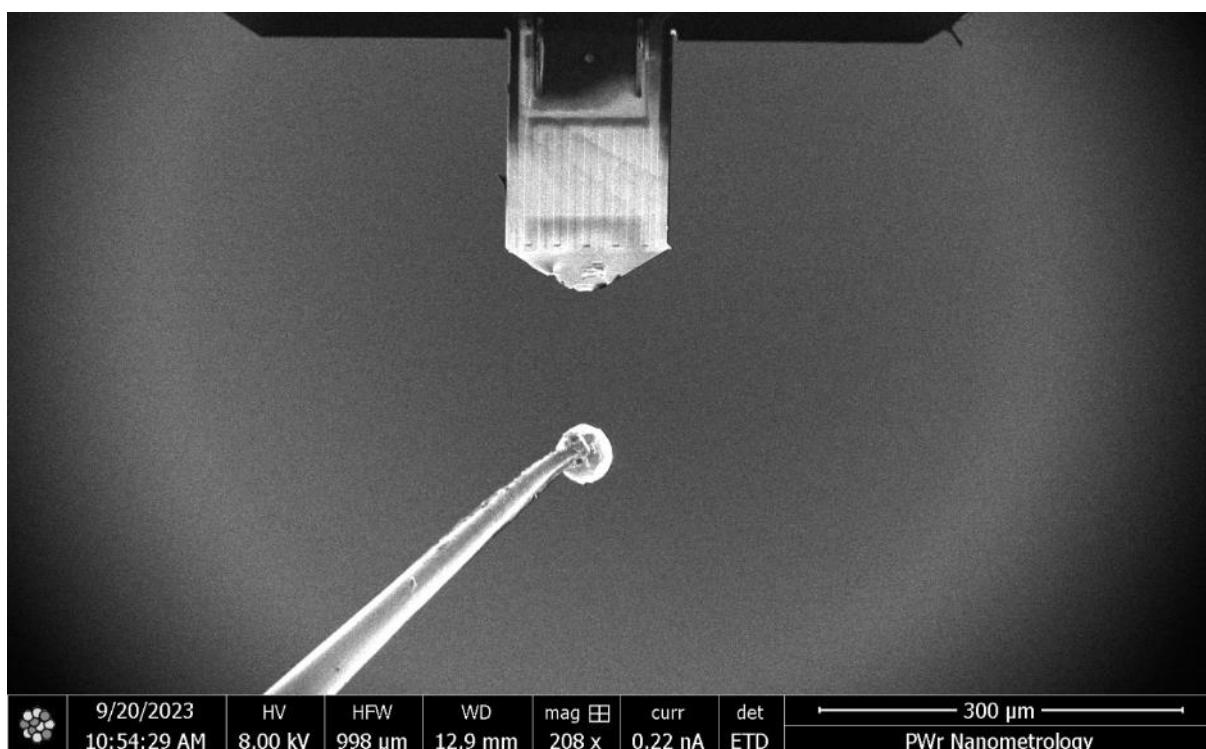
Pojawia się więc potrzeba umieszczenia pojedynczej nanostruktury w precyzyjnie wybranym obszarze. Zapotrzebowaniu temu sprostać mogą metody nanomanipulacji. Nanomanipulatory konieczne do tego zadania będą urządzeniami różnymi od diskutowanych w tej rozprawie *opMEMS-ów*. Charakterystyczna dla nich jest nanometrowa rozdzielczość ruchu połączona z o rzędy wielkości większym zakresem roboczym (nawet centymetrowym); nie są zaś wymagane powtarzalność ani stabilność położenia, bowiem pozycjonowanie wykonywane jest przez operatora bądź system regulacji w oparciu o sprzężenie zwrotne. Na rynku dostępne są rozwiązania nanomanipulatorów pozycjonowanych przy pomocy liniowych aktuatorów piezoelektrycznych, elektromagnetycznych czy napędów typu *slip-stick*. W prowadzonych w ramach rozprawy pracach wykorzystywano nanomanipulatory MM3A-EM firmy Kleindiek Nanotechnik oraz nanomanipulator EasyLift firmy FEI, będące częścią układu pomiarowego LiS.

Przemieszczanie nanostruktur wymaga uchwycenia ich nanomanipulatorem. Typowe szczegółowe efekторы kojarzone z manipulacją nie są realizowalne w nanoskali – zamiast tego efektorom

nanomanipulatora zazwyczaj jest zastrzona metalowa igła. Nanostruktury przywierają do niej dzięki kilku różnym metodom.

Podstawowym rodzajem pół-trwałego połączenia jest kontakt adhezyjny, w którym nanostruktura przylega do nanomanipulatora wystarczająco ściśle dla pokonania adhezji i grawitacji [215]. Metoda jest szybka, ponieważ nie wymaga żadnych operacji poza doprowadzeniem obiektów do kontaktu mechanicznego. Z doświadczeń nabytych w trakcie prowadzenia prac wynika jednak, że metoda ma dwie poważne wady. Pierwsza dotyczy nietrwałości powstałego połączenia, stąd nie jest właściwa dla przenoszenia nanostruktur na większe odległości (gdzie „większe” oznacza setki mikrometrów). Druga wada dotyczy kompatybilności materiałów i wzajemnej adhezji nanomanipulatora, nanostruktur i podłoża – tylko dla niektórych zestawów materiałów możliwe jest podniesienie nanostruktury. Za przykład niech posłuży eksperyment z przenoszeniem nanodrutów krzemowych igłą wolframową – możliwe było podniesienie ich z powierzchni SiO₂, jednak nie z metalicznej.

Podobnie szybka, lecz nieco węższa metoda dotyczy wytworzenia potencjału elektrostatycznego pomiędzy nanostrukturą a nanomanipulatorem; węższa, ponieważ nanostruktura nie może być elektrycznie przewodząca. Podnoszenie i odkładanie nanostruktury odbywa się wówczas przez odpowiednią polaryzację nanomanipulatora. Drobną modyfikacją tej metody jest posłużenie się przewodzącym manipulatorem i izolacyjnym pokryciem. Wówczas w nanostrukturze – nawet przewodzącej – zostaje wyindukowany ładunek powodujący jej przyciągnięcie; odłożenie następuje poprzez rozładowanie nanostruktury kontaktem z przewodzącym podłożem.



Rysunek 25. Przykład transferu mikrokulki złotej za pomocą nanomanipulatora EasyLift wewnątrz

LiS. Wykonana operacja umożliwiła wykonanie zadania tak precyzyjnego, jak posadowienie mikrokulki na czubku aktywnej belki piezorezystancyjnej. Obraz wykonany podczas współpracy z dr. Tomaszem Dąbrową w ramach współpracy w temacie badania wytrzymałości materiałów protetycznych w nanoskali. Praca „Wear measurements in cylindrical telescopic crowns using an active piezoresistive cantilever with an integrated gold microsphere probe” opisująca te badania przeszła pomyślnie pierwszy etap recenzji w czasopiśmie *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*.

Jeżeli nanostruktura nie musi być transferowana na dużą odległość poza podłoże, na którym już się znajduje, wówczas wykorzystane może zostać narzędzie niewymagające wytworzenia stałego kontaktu, wystarczy bowiem, że nanostruktura zostanie przepchnięta w inne położenie. Znajdują tu zastosowanie również nanomanipulatory oraz mikroskopy bliskich oddziaływań, bowiem istnieją metody transferu nanostruktur za pomocą sond mikroskopu sił atomowych [216].

W celu wytworzenia trwałego kontaktu nanostruktury z nanomanipulatorem konieczne jest stworzenie wiązań chemicznych. Dostępne są środki, które opisać można jako kleje do nanotransferu [217]. Nakładane są w niewielkich ilościach na nanomanipulator oraz obszar zainteresowania, a następnie utwardzane w celu uchwycenia nanostruktury. Spoistość kleju ogranicza minimalny obszar, który możliwy jest do pokrycia, stąd istnieje potrzeba jeszcze bardziej precyzyjnej metody spajania, którą jest osadzanie materiału przy pomocy wiązki elektronowej bądź jonowej, opisane dokładnie w rozdziale 4.4 (Rysunek 25).

4.3.3. Transfer technologiczny

Przy odpowiednim projekcie urządzenia, możliwe jest wytworzenie nanodrutów metodami technologicznymi od razu w obszarze zainteresowania, czyli zintegrowane z urządzeniem. Metody należy podzielić na ubytkowe (ang. *top-down*, dosł. „z góry do dołu”) oraz przyrostowe (ang. *bottom-up*, dosł. „z dołu w górę”).

Metody ubytkowe wytwarzania nanostruktur częściowo pokrywają się z przedstawionymi w poprzednich rozdziałach technologiami MEMS. Nie wszystkie techniki wytwarzania w mikroskali są jednak skalowalne do nanoskali [218,219]. Wytwarzane są jednak nanodruty krzemowe metodami DRIE (ang. *deep reactive ion etching*, trawienie w plazmie reaktywnego gazu) lub trawienia ze stopowaniem np. W metodzie Bosha [220]. Tak powstałe struktury są przeważnie ograniczone przestrzennie do wyłącznie planarnych, zawieszonych nanodrutów. Niemniej, znajdują zastosowanie w urządzeniach czujnikowych [221]. Miało to miejsce w urządzeniu, którego badanie było prowadzone w ramach współpracy z Uniwersytetem w Koc³² (Rysunek 26). Nanodrut zostały wykonane w procesie DRIE z głęboko domieszkowanego krzemu, która to operacja zapewniła im właściwości elektryczne oraz odporność na trawienie w procesie technologicznym. Zintegrowane zostały w ten sposób z ruchomą platformą, dla której stanowiły czujniki wychylenia. Procesy wytwarzania i pomiaru zostały przedstawione na konferencji Micro and Nano Engineering 2023 w Berlinie. Inne przykłady obejmują jeszcze bardziej złożone struktury przyrządowe, jak na przykład tranzystory polowe [222].

Zróźnicowanie kierunków ułożenia nanodrutów jest większym problemem technologicznym. Istnieją prace, w których podejmuje się tematykę uzyskiwania pionowych nanodrutów przez trawienie materiału podłożowego z maskowaniem elektronolitograficznym obszaru nanodrutu [223]. Rozwój wertykalnych trawionych struktur przyrządowych stanowi podstawę do rozwoju kompletnych urządzeń wewnątrz nanodrutu [224,225]. Jest to korzystne ze względu na wszystkie podawane wcześniej zalety nanodrutów. Nanodrut trawione pionowo osiągają średnice tak niewielkie jak 10 nm [226]. Ograniczony jest jednak ich współczynnik kształtu, co wynika ze skończonej selektywności stosowanych masek oraz niezerowych prędkości trawienia w płaszczyźnie materiału. Nie jest to jednak ograniczenie fundamentalne, bowiem nieliczne prace udowadniają możliwość wytworzenia metodami ubytkowymi nanodrutów o współczynnikach kształtu ponad 100 [227].

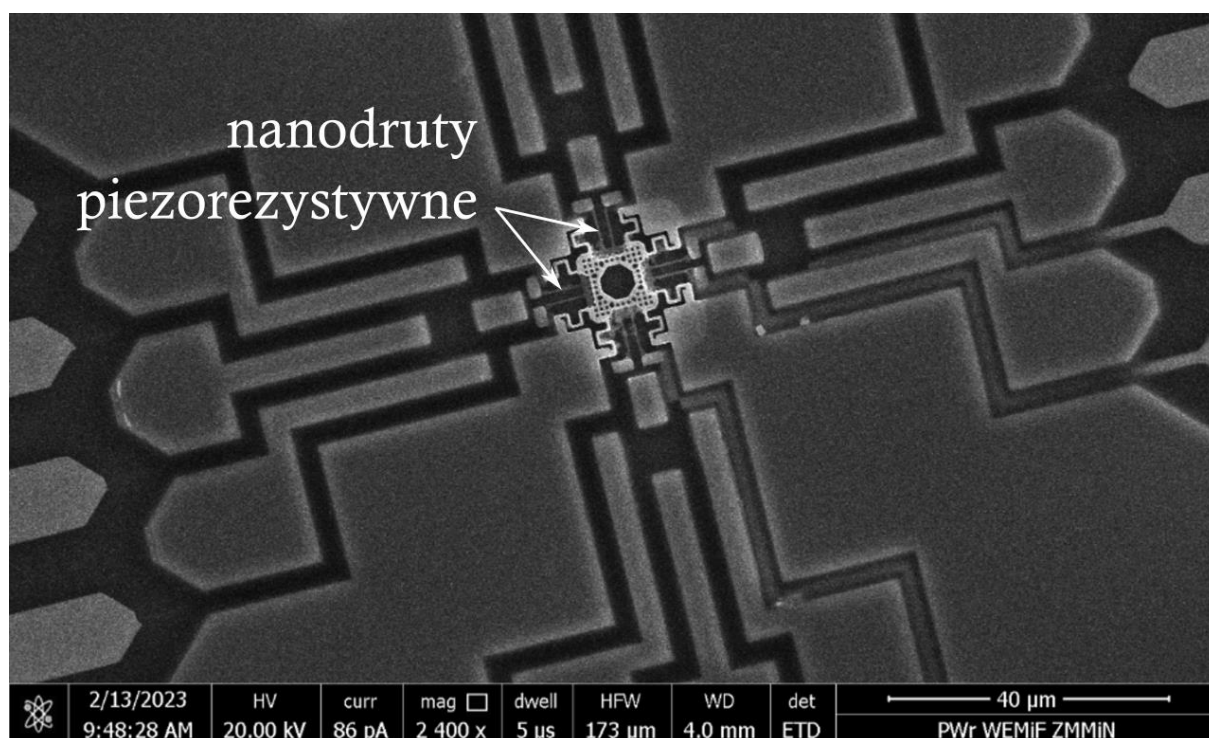
Odmiernym podejściem jest zbiór metod przyrostowych, w których nanostruktura wytwarzana jest przez kontrolowany przyrost materiału. Materiał pochodzi ze źródeł atomowych bądź chemicznych, a powstawanie nanostruktury powodowane jest koncentracją dostarczanego materiału w ogniskach krystalizacji; proces może następować w wyniku oddziaływań czysto fizycznych (np. działania sił van der Waalsa), jak i chemicznych (przez rozpuszczanie materiału dodanego w materiale obecnym na

³² W ramach projektu współpracy polsko-tureckiej Narodowego Centrum Badań i Rozwoju „Piezorezystywne układy mikro-elektromechaniczne (MEMS) dla przyszłych technologii internetu rzeczy: nanowytwarzanie i nanometrologia” POLTUR4/piezoIoT MEMS/6/2021.

powierzchni) [228–230]. Wytwarzane w ten sposób struktury są jednomateriałowe, jednak możliwe jest wytwarzanie połączeń przez osadzanie na podłożach wykonanych z odmiennego materiału metodami heteroepitaksji bądź chemicznymi [231]. Połączenie z metodą top-down może doprowadzić do wytworzenia struktury przyrządowej złożonej z warstw materiałów [232].

Niezależnie od techniki wytworzenia samego nanodrutu, metodami przyrostowymi można prowadzić proces wytwarzania nanostruktury przyrządowej przez pokrywanie nanodrutu warstwami materiałów [233]. Powstałe w ten sposób koncentryczne nanozłącza posiadają zaletę osiowej symetryczności powstałej struktury elektronicznej. Sprawia to, że za rozwiniętą powierzchnią boczną postępuje zwiększona powierzchnia występowania oddziaływań. Efekt wykorzystać można np. w fotowoltaice, jak pokazują autorzy [234].

Spośród wymienionych technik, metody przyrostowe mogą służyć do wytwarzania nanodrutów w dowolnym kierunku, jednak koniecznością jest zdefiniowanie kierunku wzrostu względem siatki krystalograficznej podłoża [235]. Poza tą techniką, wytwarzanie nanodrutów ograniczone jest jednak do nanostruktur poziomych i pionowych, dodatkowo zlokalizowanych w dokładnie określonym obszarze. Umieszczenie go w obrębie uwalnianej później struktury *opMEMS* narzuca poważne ograniczenia konstrukcyjne. Stąd potrzeba wprowadzenia metod bezpośredniej, swobodnie lokalizowanej syntezy nanostruktur, którym poświęcony jest kolejny podrozdział.



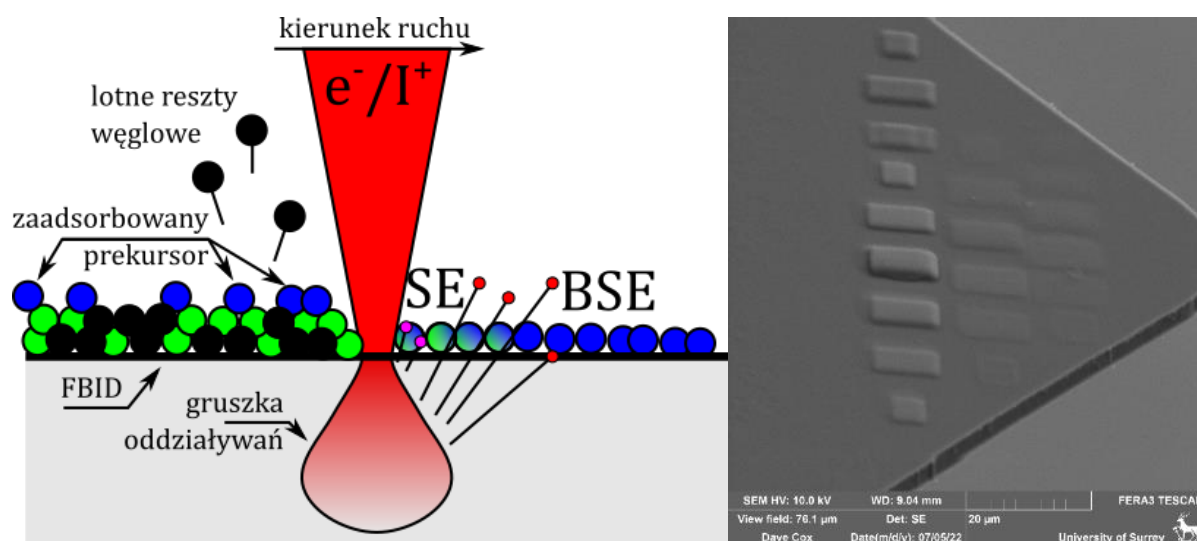
Rysunek 26. Przykład urządzenia z nanostrukturami wbudowanymi na etapie procesu technologicznego. Nanodrutu piezorezystywne zostały wykonane w metodzie trawienia z krzemu objętościowego (*top-down*). Obraz wykonany w ramach badań zjawiska gigantycznej piezoresytancji w nanodrutach krzemowych na platformie MEMS. Urządzenie pozyskane dzięki projektowi współpracy polsko-tureckiej³².

4.4. Wytworzenie struktur NEMS metodami ogniskowanych wiązek elektronów i jonów

Omówione wcześniej metody wytwarzania wywodzące się z technologii MEMS rozwijane były z myślą o masowej produkcji [236]. Tymczasem, jak zostało wspomniane, zaistniała konieczność

wprowadzenia technologii MEMS i NEMS dostosowywanych do potrzeb konkretnego urządzenia bądź zastosowania.

Powszechną metodą diagnostyczną stosowaną dla potrzeb nanostruktur jest SEM [237]. Wiązka elektronów (która w odpowiednich materiałach może powodować przemiany fizyczne i chemiczne, z czego korzysta się m.in. w elektronolitografii) wchodzi w interakcje z powierzchnią, powodując uwolnienie zbioru cząstek i promieniowania. Niemal od samego początku stosowania obrazowania elektronowego, problemem było formowanie się warstwy kontaminacji na powierzchni. Wyjaśnienie zjawiska zostało podane w 1953 roku jako tworzenie się wiązań chemicznych pomiędzy swobodnymi wiązaniami wolnych rodników, a bombardowaną powierzchnią [238]. Już wcześniejsze prace opisują natomiast skład powstałego materiału, jako przede wszystkim amorficzny węgiel, wyjątkowo odporny chemicznie i mechanicznie [239]. Materiał pochodzi z rozbitych swobodnymi elektronami gazów reszkowych zaadsorbowanych na powierzchni, co udowodniono za pomocą systemów pułapkujących gazy obecne w komorze³³ [240]. Osadzany materiał można różnicować, doprowadzając do adsorpcji pożądanych gazów co pokazały kolejne prace [241–243]. Od tego czasu zaczęto nazywać związki, dzięki którym prowadzono osadzanie, prekursorami. Z czasem odkryto, że rolę prekursorów spełniają materiały stosowane do osadzania z fazy chemicznej, co domknęło technologię [244]. Skoro zjawisko przestało być zaburzeniem, a stało się metodą, nadano jej nazwę – początkowo był to BID (ang. *beam induced deposition*, osadzanie wspomagane wiązką), obecnie spotykanym pojęciem jest FEBID (ang. *focused electron beam induced deposition*, osadzanie wspomagane zogniskowaną wiązką elektronów) bądź FIBID (ang. *focused ion beam induced deposition*, osadzanie wspomagane zogniskowaną wiązką jonów). Dla ujednoczenia opisów, przyjmę zbiorczą nazwę obu technik – FBID (ang. *focused beam induced deposition*, osadzanie wspomagane zogniskowaną wiązką), ponieważ wiele z zarówno reguł stosowania, jak i samych zastosowań jest zbieżne.



Rysunek 27. Schematyczne przedstawienie procesu FBID oraz przykład planarnego osadzania materiału w postaci prostokątnych struktur testowych. Obrazy wykonane na Uniwersytecie Surrey w czasie krótkoterminowej misji naukowej we współpracy z dr. inż. Davidem Coxem; proces miał na celu wykonanie pól materiału FBID i pomiar ich masy za pomocą drgającej aktywnej dźwigni piezorezystywnej.

Tylko w pierwotnych badaniach osadzany materiał był obecny w komorze bez dodatkowych zabiegów technicznych (zresztą przypadkiem). Celowe stosowanie FBID-u wymaga kontrolowanego dostarczania prekursora w postaci gazu do komory mikroskopu w pobliżu powierzchni. Służą do tego GIS-y (ang. *gas injection system*, systemy dostarczania gazu) w postaci zasobnika materiału

³³ Dziś należałoby to określić jako układ bardzo wysokiej próżni z pompą kriogeniczną.

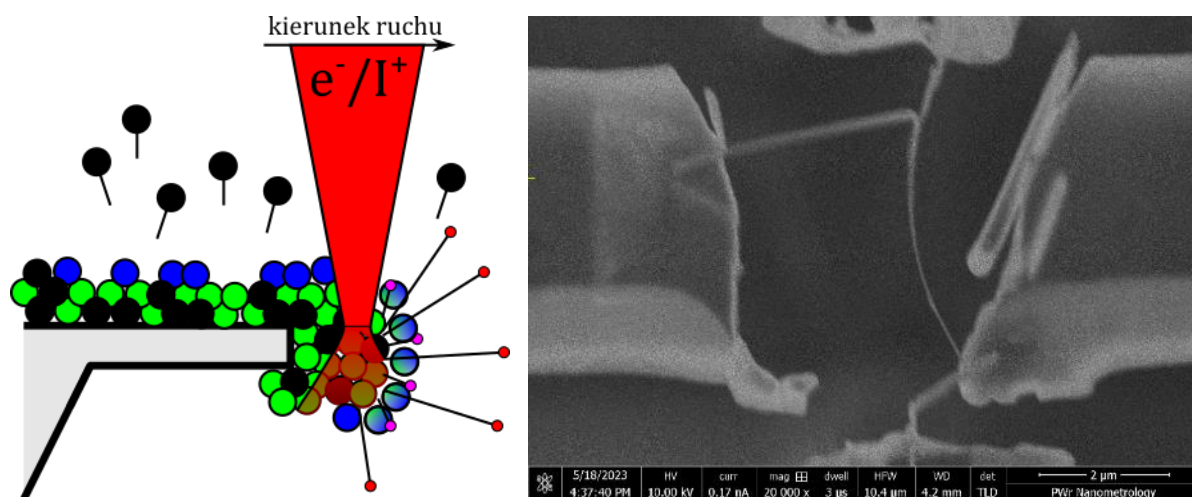
połączonego z przewodem dostarczającym precyzyjne jego ilości. Co do zasady możliwe jest wypełnienie komory próżniowej zadaniem gazem, jednak jest to niepraktyczne ze względu na brak możliwości przerywania procesu. Sterowanie dynamiką osadzania może się odbywać za pomocą szeregu parametrów. Istotna jest energia i moc wiązki elektronowej, temperatura powierzchni, adsorpcyjność gazu na powierzchni czy ilość gazu [245].

Zaletą metody jest jej lokalność – rozbite i związane zostają tylko te rodniki, które obecne są w miejscu zbombardowanym elektronami [246]. Oznacza to rozdzielczość osadzania porównywalną z rozdzielczością obrazowania wiązką elektronową [247,248]³⁴. Umożliwia to również formowanie struktur przestrzennych [249].

Najprostszą strukturą do wykonania przy pomocy FBIDu jest oczywiście wykonanie warstwy materiału. Minimalne wymiary są określone parametrami wymienionymi powyżej. Należy wspomnieć, że proces jest relatywnie wolny, wobec czego nie może stanowić technologicznej konkurencji dla metod litograficznych.

Drugą najprostszą, w opinii autora, strukturą jest liniowo wyciągnięta struktura przestrzenna – jej wykonanie wymaga wielokrotnie powtarzanego osadzania materiału w tym samym obszarze [250,251]. W tym zastosowaniu FBID podobny jest nieco do metody FDM (ang. *fused deposition modeling*, osadzanie topionego materiału) – najpowszechniej kojarzonej z tak zwanym drukiem 3D. Podobieństwa kończą się jednak na konieczności warstwowego nabudowywania materiału, ponieważ możliwości depozycji wiązką elektronową nie są ograniczone do postępujących płaszczyzn.

Należy zauważyć, że osadzenie materiału następuje w miejscu, w którym elektrony prowadzą do rozbitcia zaadsorbowanego prekursora. Nie dotyczy to bynajmniej jedynie elektronów z wiązki pierwotnej, lecz również SE (ang. *secondary electrons*, elektrony wtórne) – elektronów pochodzących z materiału, którym energię nadały zderzenia niesprężyste – oraz BSE (ang. *back-scattered electrons*, elektrony wstecznie rozproszone) – sprężyste odbitych od materiału elektronów z wiązki pierwotnej. Oba rodzaje opuszczają powierzchnię w pewnej odległości od miejsca skupienia wiązki. Sprawia to, że możliwa jest depozycja materiału nie tylko w kierunku normalnym do powierzchni, lecz również równoległym, a nawet przeciwnym do normalnego. Wymogiem jest wymiar struktury mniejszy, niż obszar oddziaływań wiązki z materiałem.



Rysunek 28. Schematyczne przedstawienie procesu FBID struktur przestrzennych oraz przykład przestrzennie osadzonej nanostruktury. Obrazy wykonane podczas pierwszych prób osadzania wielopunktowego układu do pomiaru rezystywności materiałów FBID.

³⁴ Dwie przytoczone publikacje niejako sobie przeczą – pierwsza podaje bowiem dowód na określony limit osadzania materiału, druga natomiast pokazuje przekroczenie go w określonych warunkach. Niech ta rozbieżność będzie przykładem trwającego wciąż dynamicznego rozwoju w dziedzinie.

Korzystając z tej metody można prowadzić osadzanie nanodrutów w dowolnym kierunku w stosunku do powierzchni [252]. Minimalne średnice jakie udało się osiągnąć w trakcie realizacji tej pracy nie przekraczały 20 nm. Dysponując narzędziem w postaci formowania nanodrutów i prostych brył trójwymiarowych, można produkować bardziej złożone konstrukcje przestrzenne [253]. Niektóre zespoły pracują nad narzędziami programistycznymi ułatwiającymi to zadanie przez automatyzację procesu – istnieje więc postęp w kierunku technologizacji metody [254,255].

Ograniczeniem wielkości produkowanych struktur jest odprowadzanie ciepła wywołanego prądem wiązki oraz adsorpcja prekursora do powstającej struktury. Zjawiska te są jednak modelowane w celu określenia metod redukcji ich wpływu [256]. Niepomijalny jest również poprodukcyjny wpływ metody osadzania na gotową strukturę – te zjawiska zostaną omówione w rozdziale 5.3, ponieważ wykorzystywano je świadomie w roli narzędzia do modyfikacji nanostruktur.

Zakres prac ograniczono do osadzania względnie prostych struktur z materiału będącego kompozytem platynowo-węglowym. Prekursorem był związek $\text{Pt}(\eta^5\text{-CpMe})\text{Me}_3$ – metylo(cyklopentadienyl)trimetyloplatyny (IV). Materiał osadzany przez jego rozkład był kompozytem platynowo-węglowym – $\text{Pt}(\text{C})$ – gdzie platyna w postaci nanokryształów jest wypełnieniem w osnowie węglowej. Materiał ten stanowił podstawę wykonania większości opisywanych w dalszej części struktur przyrządowych (czyli efektorów NEMS), jak i struktur pełniących zadania konstrukcyjne – przyłączeniowe, spajające, transportowe.

4.4.1. Efekt aureoli

Ograniczeniem rozdzielczości osadzania materiału przy pomocy zogniskowanej wiązki jest obszar oddziaływań elektronów z zaadsorbowanymi molekułami prekursora. Jak zostało już wspomniane, obszar ten jest znacząco większy od średnicy padającej wiązki. Elektrony uwalniane z materiału, zwłaszcza BSE, również powodują depozycję, ale w znacznie większym promieniu [257]. Dla struktur przestrzennych oznaczało to możliwość prowadzenia narostu w kierunku innym niż normalny do płaszczyzny, jednak dla struktur płaskich powoduje to efektywny wzrost obszaru struktury na powierzchni, nawet o rząd wielkości [258]. Zaczyna być to istotnym problemem, jeżeli struktura stanowi połączenie elektryczne na nieprzewodzącym podłożu. Wówczas zwarcie może nastąpić w bliżej niekontrolowanym promieniu³⁵ [259].

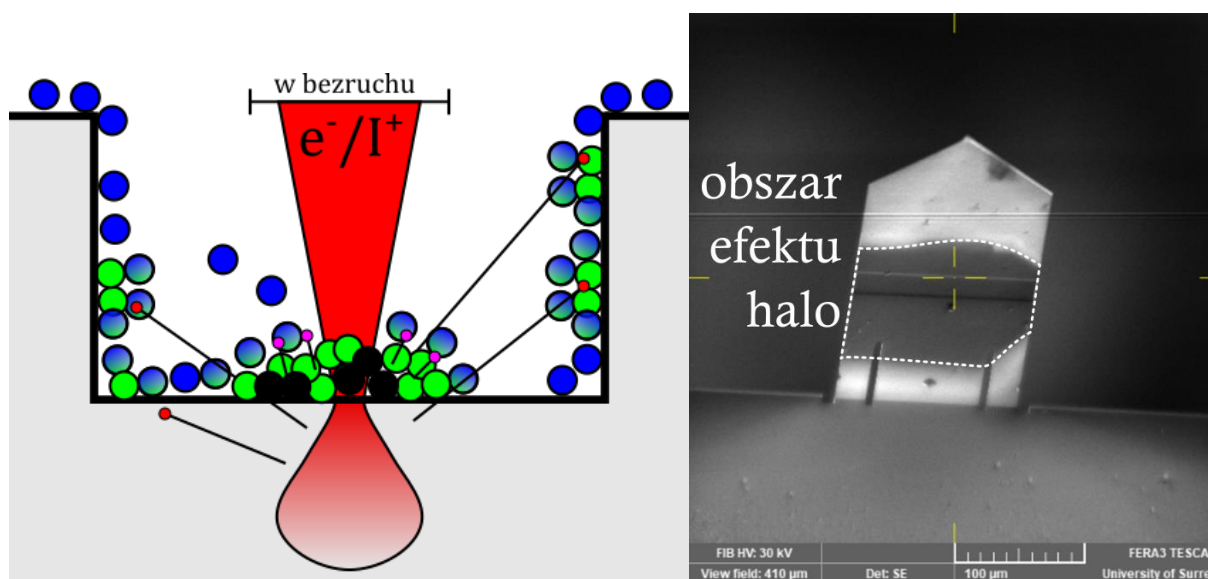
Efekt jest możliwy do zaobserwowania jeszcze przy pomocy mikroskopu elektronowego, ponieważ obecność materiału osadzanego wiązką zmienia kontrasty na powierzchni podłoża. Badania efektu zostały przeprowadzone we współpracy z mgr inż. Ewelina Gacką na podłożach opisanych w [260]. Pomędzy przewodzącymi metalowymi ścieżkami osadzona została struktura przewodząca w taki sposób, by możliwy był łatwy pomiar za pomocą metod mikroskopii bliskich oddziaływań. W układzie do korelacyjnej mikroskopii bliskich oddziaływań wykonane zostały pomiary właściwości powierzchni bezpośrednio na materiale (to jest – w miejscu, gdzie był osadzany przez operatorkę) oraz w bliskim sąsiedztwie. Badano topografię, przewodność, polaryzację elektryczną i przewodność termiczną.

Wyniki udowodniły, że wokół śladu o nominalnej szerokości wiązki – dla tego procesu ok. 2 nm – osadzony został wał o szerokości o dwa rzędy większej. Co więcej, w otoczeniu wyróżnić można było ślady o charakterystycznym, prostokątnym zarysie. Domniemywać można, że są to obszary, w których prowadzone było obrazowanie, prowadzące również do powstania FBID-u, choć z mniejszą intensywnością. We wszystkich tych obszarach osadzona została warstwa powierzchniowa o przewodności większej niż izolujące podłoże. Istotnym aspektem badań było zastosowanie metod korelacyjnych, ponieważ każda z otrzymanych map wносиła informację o dodatkowym aspekcie. Najistotniejsza pozostaje jednak mapa pokazująca rozkład rezystancji powierzchniowej, ona bowiem

³⁵ Oczywiście definicja zwarcia zależy mocno od wielkości sygnałów, które uznać można za funkcjonalne w obwodzie. W przykładowym układzie pomiarowym, gdzie badane są wielkości rzędu pojedynczych nanoamperów przy wymuszeniu napięciowym do 100 woltów, nawet 100 megaomów oporu pasożytniczego stanowić będzie zwarcie.

bezpośrednio przedstawia wpływ FBID-u na powierzchniowe prądy upływu. Badania zostały omówione dokładnie w rozdziale 7.4.

Powstanie powierzchniowych połączeń elektrycznych przez aureolę wokół nanostruktur FBID jest problemem technologicznym, ponieważ wytworzony zostaje powierzchniowy rezystor podłączony równoległe do mierzonej nanostruktury. W prototypowaniu jest on źródłem błęd pomiaru, niekiedy wykluczającym analizę poszukiwanego zjawiska, w urządzeniach byłby zaś źródłem strat energii. Wyeliminowanie tego zagrożenia jest jednym z celów, które realizować muszą *opMEMS-y* – ujęte jako założenie piąte projektu urządzeń. Struktury zawieszono stwarzają przestrzeń pod jedną z najprostszych metod eliminacji tego zjawiska – nie ma bowiem bezpośredniego połączenia materiałem podłoża pomiędzy obszarami zainteresowania, w których umieszczane bądź konstruowane mogą być struktury przyrządowe efektorów. W strukturze urządzeń zrealizowano to zadanie projektując obszary o odpowiednio rozwiniętych krawędziach, rozdzielające obszary zainteresowania.



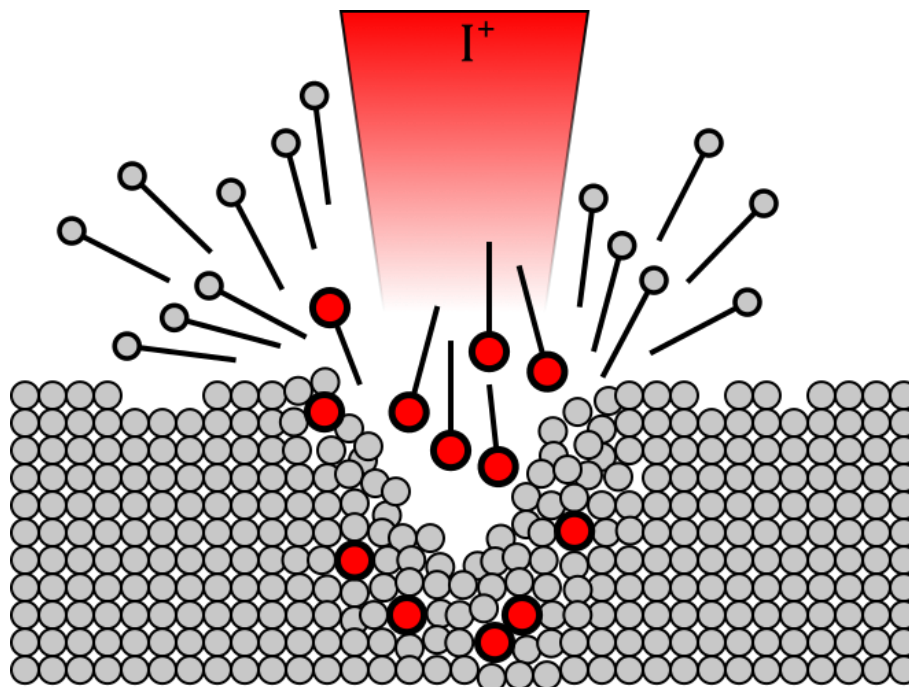
Rysunek 29. Schematyczne przedstawienie efektu aureoli towarzyszącego procesowi FBID oraz przykład w postaci aureoli towarzyszącej wytrawieniu wykonanemu zogniskowaną wiązką jonów – w postaci przebarwienia widocznego w obrazie elektronowym. Obraz wykonany na Uniwersytecie Surrey w czasie krótkoterminowej misji naukowej we współpracy z dr. inż. Davidem Coxem; proces miał na celu modyfikację strukturalną aktywnej dźwigni piezorezystywnej, co opisano dokładnie w rozdziale 5.3.5.

4.4.2. Walory użytkowe zogniskowanej wiązki jonów

Metoda depozycji – czyli bezpośredniej syntezy materiału – wymaga komplementarnej metody bezpośredniej destrukcji materiału, by możliwe było efektywne prowadzenie jednostkowego, eksperymentalnego procesu syntezy urządzenia NEMS. Wymaganie to można ująć jako zapotrzebowanie na parę narzędzi – ołówek oraz gumkę do mazania. Technika zogniskowanych wiązek zna odpowiednie narzędzie czyli FIB.

Wiązkę jonów traktować można jest jako strumień rozprędzonych cząstek. Intuicyjnie można wyobrazić sobie interakcję FIB z powierzchnią w sposób klasyczny fizycznie, to jest przez sprężyste zderzenia jonów z atomami powierzchni. Model ten jest wystarczająco dobry, by przewidywał podstawowe zjawiska: umiejscawianie jonów w materiale powierzchni (implantację), wybijanie atomów z powierzchni i odbicie jonów od powierzchni [261]. Etapem pośrednim pomiędzy trawieniem wiązką jonów a implantacją jest amorfizacja struktury krystalicznej. Intensywność każdego ze zjawisk jest determinowana czynnikami, spośród których do najistotniejszych należą: prąd wiązki, energia wiązki, rodzaj jonów, materiał powierzchni, inklinacja wiązki.

Wszystkie trzy rodzaje interakcji współwystępują, a ich natężenie w procesie wynika z przyjętych parametrów mocy i energii wiązki. Stanowi to o uniwersalności narzędzia – jedna zogniskowana wiązka, podlegając wyłącznie innym nastawom, zmienia charakter prowadzonego procesu; niestety jest również niepomijalną wadą, bowiem niemożliwe jest przeprowadzenie dowolnej operacji w oderwaniu od pozostałych. Choć FIB może służyć do obrazowania, to w krótkim czasie wywoła trawienie oraz implantację materiału powierzchniowego.



Rysunek 30. Schematyczne przedstawienie procesów zachodzących przy interakcji wiązki jonów z powierzchnią. Umownie oznaczono implantację przez umieszczenie jonów w strukturze krystalicznej, trawienie jako rozpylanie materiału podłoża oraz odbicie jonów wiązki (jony wtórne).

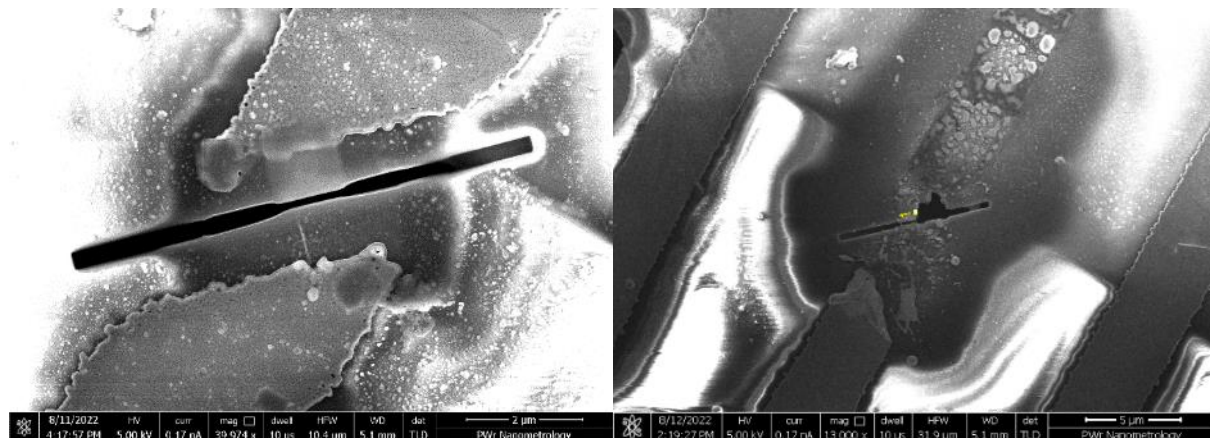
„Trawienie” za pomocą FIB nie jest poprawnym fizycznie określeniem, ponieważ nie dochodzi do reakcji chemicznej pomiędzy jonami a powierzchnią, jak w metodzie RIE/DRIE³⁶. Angielskim określeniem na proces jest słowo *milling* (ang. *to mill*, frezować), normalnie związane z procesami obróbki skrawaniem; procesowo jest bowiem o wiele lepiej ujmować FIB jako narzędzie skrawające.

Wiązka jonów rozpędzana jest napięciem od kilku do nawet ponad stu kilowoltów (przy czym większe energie, nawet do rzędu megawoltów, charakterystyczne są raczej dla procesów implantacji ze względu na większe prawdopodobieństwo umieszczenia jonu w materiale). Źródłem wiązki jest elektrorozpylony ciekły metal bądź gaz, które ulegają jonizacji w dużym polu elektrycznym; stosuje się również źródła plazmowe.

W powszechnym użyciu są źródła galowe, wybierane ze względu na właściwości technologiczne. Źródłem jonów jest ciekły gal, który wymaga do zmiany stanu skupienia stosunkowo niewielkiej temperatury, bo nieco powyżej 30 °C. Elektrorozpylanie prowadzone jest przez uformowanie się stożka Taylora, dzięki czemu źródło jonów jest bardzo małe przestrzennie, a to z kolei zapewnia dużą spójność wiązki. Stosunkowo niewielkie są również uzyskiwane rozbieżności w energiach cząstek wiązki, co zapewnia niewielkie aberracje chromatyczne i niewielką średnicę ogniska wiązki. Gal posiada względnie dużą masę atomową (ok. 70 u), zatem jego duży pęd powoduje efektywne rozpylanie podłoża, zwłaszcza złożonego z lżejszych pierwiastków. Wszystkie te czynniki sprawiają, że galowe

³⁶ Choć trwają prace rozwojowe nad stosowaniem źródeł pierwiastków o dużych elektrojemnościach, czyli wysoce reaktywnych – np. cezu, rubidu [328]. Są to jednak prace eksperymentalne, a dokładna natura zachodzących reakcji wciąż jest badana.

systemy FIB znajdują powszechne zastosowanie w mikrostacjach obróbki próbek mikroskopowych, w szczególności do mikroskopii transmisyjnej.



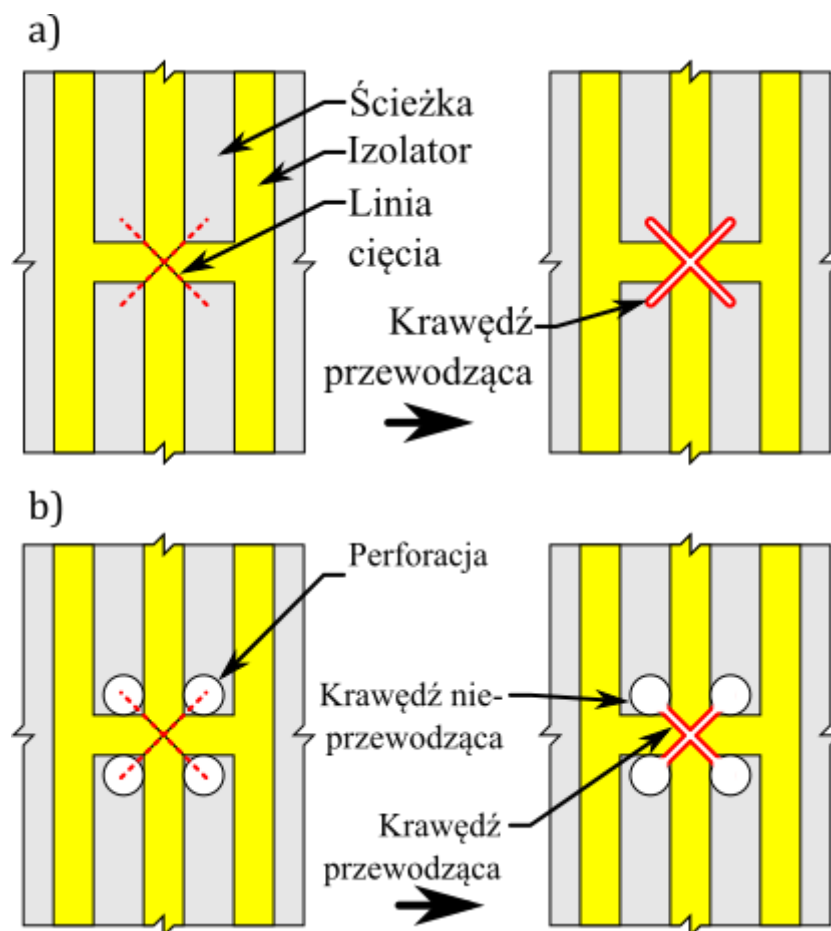
Rysunek 31. Krawędź otworu w obszarze zainteresowania przed oraz po wykonaniu operacji zogniskowaną wiązką jonów galu. Widoczny na jej krawędziach jasny kontrastowy obszar świadczy o obecności ładunku powierzchniowego, co wynika z dielektrycznego charakteru powierzchni. Zanik obszaru związany jest z implantacją galem i poprawą przewodnictwa, czyli zwiększeniem prądów upływu. Obrazy wykonane podczas modyfikacji przyrządów *opMEMS-kanapka* zogniskowaną wiązką jonów galu.

Jak powiedziano wcześniej, niemożliwe jest prowadzenie procesu trawienia jonowego bez implantacji materiału wiązki w podłożu. Dla galowego systemu FIB będzie zachodzić depozycja galu – metalu, wpływającego na przewodność podłoża. Może być to wykorzystane do wytwarzania połączeń przewodzących, jednak sprawia również, że niemożliwe jest wykonanie obróbki nie zmieniającej właściwości elektrycznych podłoża, co szczególnie istotne staje się przy modyfikacji ścieżek przewodzących na izolowanym podłożu (jak w modelu wielowarstwowym *opMEMS-a*). Efekt pogłębiany jest przez efekt aureoli, również towarzyszący operacjom z wiązką jonową – aberracje chromatyczne wiązki i rozkład energetyczny jonów sprawiają, że zaimplantowany zostaje obszar znacznie większy od zadanego profilu (Rysunek 31).

Zapobieżeniu wytworzenia przewodzącej krawędzi służy zaprojektowanie struktury z perforacjami wykonanymi w procesie trawienia suchego. Ich obecność tworzy nieprzewodzące zakończenie linii powstałej przez trawienie jonami. Wówczas nie cała obwódka powstałego otworu jest przewodząca, zatem możliwe jest wytworzenie rozwarcia również za pomocą wiązki galu (Rysunek 32).

Wady tej nie posiadają wiązki gazów szlachetnych. Dla cięższych gazów, służących obróbce powierzchni, stosowane są źródła plazmowe. Wiązka jonów helu jest przypadkiem specjalnym, bowiem nie cechuje się porównywalnymi parametrami w obróbce powierzchni, posiada zaś rozdzielczości przewyższające nawet osiągnięte przez mikroskopię elektronową; stąd jako jedyna jest określana metodą mikroskopową (ang. *helium ion microscope*, HIM).

Katedra Nanometrologii jest w posiadaniu mikroskopu elektronowego ze zintegrowaną wiązką jonową – typu *DualBeam* (ang. *dual beam*, podwójna wiązka). Wyjątkową cechą tego typu konstrukcji jest przecięcie osi optycznych ogniska wiązki elektronowej i jonowej. Próbka umieszczona w wyznaczonym punkcie może być obserwowana naprzemiennie za pomocą obrazowania jonowego i elektronowego. Jest to kluczowe narzędzie dla realizacji dalszej części prac. W jednym urządzeniu połączone jest bowiem narzędzie diagnostyczne (SEM) zdolne do wytwarzania nanostruktur (FBID) z urządzeniem skrawającym (FIB) [262]. Więcej szczegółów na temat LiS zostało zawarte w rozdziale 3.3.6.



Rysunek 32 Schemat procesu trawienia FIB w obszarze zainteresowania na przykładzie czteropunktowego połączenia ścieżek przewodzących w obszarze zainteresowania w przyrządzie bez perforacji (a) oraz z perforacją zapewniającą nieprzewodzący odcinek krawędzi (b).

4.5. Podsumowanie rozdziału

Nanostruktury powstające niezależnie od urządzeń przeznaczonych do ich badania mogą posiadać o wiele szerszy zakres właściwości, niż te wytwarzane mikrotechnologicznie. Przedstawione powyżej metody transferu nanostruktur sprawiają, że badanie i eksperymentalne zastosowanie nanostruktur staje się wykonalne.

Nie oznacza to jeszcze technologiczności stosowanych rozwiązań. Przedstawione techniki wymagają uwagi operatora – są wciąż systemem sterowania opartym o ludzką decyzyjność (ang. *human-in-the-loop*, dosł. człowiek w pętli <sprężenia zwrotnego>). Są wobec tego wystarczające do przeprowadzenia planowanych badań, jednak nie będą stanowić metody masowej produkcji.

Inaczej przedstawia się zagadnienie metod syntezy bezpośredniej. Choć te metody cechują się małą wydajnością [263], to nie ma technologicznych przeszkód przeciw ich automatyzacji. Powstają już pierwsze rozwiązania automatów – środowisk do obróbki wspomaganą komputerowo (ang. *computer aided machining*, CAM), takie jak FIB-o-mat [264]. Między innymi ze względu na przyszłościową naturę FBIDu, zdecydowano się dalszą część prac z wykorzystaniem *opMEMS-ów* poświęcić przede wszystkim tej technice.

5. Orientacja struktur NEMS w mikroskali

Przedstawione w poprzednich rozdziałach metody technologiczne pozwalające na wytworzenie platformy *opMEMS* oraz umieszczanie NEMS-ów w jej obrębie nie zapewniają jeszcze gotowości przyrządu do prowadzenia pomiarów. Oto bowiem nanostruktury lokalizowane wewnątrz *opMEMS-a* muszą podlegać precyzyjnie określonym oddziaływaniom. Przeszkodą w tym procesie są naprężenia własne.

Za pomocą metod opisanych w poprzednim rozdziale, prowadzone jest dopasowanie naprężeń *opMEMS-ów*, które przekłada się na dokładną kontrolę odległości w obszarze, w którym umieszczany zostaje przetwornik NEMS. Kluczowe zatem jest opanowanie szeregu technik, bez których przyrządy nie osiągną swoich walorów użytkowych.

Wprowadzone zostaje pojęcie niezgodności położenia, wyrażające niepożądaną (i co istotniejsze – niemożliwą do wyeliminowania) odległość pomiędzy kontaktami w obszarze zainteresowania. Eliminacja tej wielkości, poczynając od jej definicji, a kończąc na konkretnych przykładach zastosowań, zostanie przedstawiona wyczerpująco w tym rozdziale.

5.1. Przyczyny niezgodności położenia w obszarze zainteresowania

Badane przyrządy NEMS pozostają w zakresie rozmiarów do kilku mikrometrów (dla nanodrutów o dużych współczynnikach kształtu). Oznacza to, że wytwarzane *opMEMS-y* muszą zawierać obszar zainteresowania o mocowaniach oddalonych o nie większy dystans lub o mocowaniach możliwych do przemieszczenia na dostatecznie mały dystans. Idealnym urządzeniem byłoby takie, które posiada położenie zerowe – bez wstępnego przemieszczenia pomiędzy mocowaniami przyrządu NEMS w obszarze zainteresowania – oraz pewien zakres ruchu, wykorzystywany do badania.

Możliwa (i prawie pewna) jest jednak sytuacja, w której położenie swobodne przyrządu *opMEMS* nie jest zerowe. Jak zostało przedstawione w rozdziale 2., zakres ruchu efektora jest determinowany szeregiem zjawisk, z których tylko część wywołwana jest inicjatywą operatora, reszta może zaś występować samoistnie. Taki stan będę nazywał niezgodnością położenia (w domyśle – przyrządów NEMS w obszarze zainteresowania). Przeciwny stan będę nazywał zgodnością położenia.

Powszechnym problemem jest występowanie naprężeń strukturalnych. Co do opisu mechanicznego, ich charakter jest równoważny naprężeniom i odkształceniom termomechanicznym, ponieważ większość naprężeń strukturalnych będzie wynikać właśnie ze skurczu bądź naprężenia poprodukcyjnego materiałów. Pozostałe rodzaje oddziaływań powodujących niekontrolowane odkształcenia są możliwe do wyeliminowania przez zapewnienie odpowiednich warunków eksperymentu.

Zauważmy, że każde z tych zjawisk powoduje przemieszczenie efektora w tej samej płaszczyźnie. Wobec tego możliwe jest przeciwdziałanie w postaci wprowadzenia oddziaływania o przeciwnym znaku bądź modyfikacja struktury przyrządowej.

Poważnym problemem jest sytuacja, w której topologia urządzenia powoduje powstanie odkształcenia w kierunku innym niż podstawowa trajektoria. Stan taki wynika z właściwości struktury urządzenia, która jest przecież dwuwymiarowa. Stąd oddziaływania powodujące odkształcenie wzdłużne będą również powodować (odpowiednio pomniejszone) oddziaływania poprzeczne. Szereg takich zjawisk jest niekorzystny, przede wszystkim ze względu na zupełnie niekontrolowaną zmianę położenia pozostającą poza główną trajektorią.

Mającym szczególnie wpływ przypadkiem jest deformacja płaszczyzny struktury. Nie ma ona wpływu na położenie efektora, o ile znajduje się on w osi urządzenia. Nadmierna deformacja wysmukłej struktury urządzenia powoduje jednak tzw. łódeczkowanie lub rolowanie – zjawisko niekorzystne ze względu na zmianę rozkładu sił poprzecznych. W takim układzie zachodzić mogą dwa istotne efekty: siły generowane w aktuatorach zostają częściowo pochłonięte przez sprężystość poprzeczną struktury oraz zmienia się sztywność samej struktury [265]. W dwójnasób zmniejsza to odpowiedź urządzenia na pobudzenie siłą.

Niezgodność położenia zazwyczaj nie jest cechą obserwowaną w podstawowej diagnostyce urządzenia. We wszystkich proponowanych rozwiązaniach *opMEMS* obszar zainteresowania powstaje przez rozcinanie istniejącej struktury zogniskowaną wiązką jonów w celu uzyskania minimalnej odległości pomiędzy efektorami. Wprowadzenie rozcięcia zaburza równowagę strukturalną, powodując odpowiedź w postaci odkształcenia.

Najbardziej odporne na tę modyfikację są urządzenia idealnie symetryczne, w których rozcięcie prowadzone jest wzdłuż osi symetrii. Działające wówczas naprężenia resztkowe mogą powodować oddalenie się efektorów, jednak te pozostają w tym samym punkcie trajektorii (z powodu symetrii) – nie następuje więc oddalenie w kierunku możliwego ruchu.

Bardziej podatne na niezgodności położenia są urządzenia asymetryczne z perspektywy linii cięcia. Wówczas pomiędzy dwoma uwolnionymi efektorami nie zachodzi jednakowość naprężeń, a powstające odkształcenia mogą powodować powstanie przemieszczenia w kierunku trajektorii.

Subiektywnie najgorszą sytuacją jest wielokierunkowe rozcinanie urządzenia, konieczne gdy zachodzi potrzeba skoncentrowania wokół obszaru zainteresowania większej liczby efektorów. Nie ma wówczas innej możliwości, niż by część z powstających efektorów podlegała naprężeniom poprzecznym, a część podłużnym. Ze względu na złożony stan wyężenia, możliwości doprowadzenia do zgodności położenia w takiej strukturze są najmniejsze.

5.2. Zakresy ruchu przyrządów *opMEMS*

Istnieją dwa zasadnicze ograniczenia zakresu ruchu urządzenia giętnego – maksymalna strzałka ugięcia wykorzystanego materiału oraz maksymalna energia, którą można wywoływać aktuacją. Inne parametry, takie jak amplituda siły aktuacji, amplituda wychylenia, krytyczna gęstość energii urządzenia wynikają bezpośrednio z podanych limitów.

opMEMS-y są wykonywane z materiałów o względnie dużych wytrzymałościach na rozciąganie i ściskanie, ponadto są strukturami o niewielkich wysokościach przekrojów. Sprawia to, że dla belek jednostronnie utwierdzonych dopuszczalna strzałka ugięcia może przekraczać nawet 180° bez osiągnięcia naprężeń niszczących. Odmiennie jest dla belek utwierdzonych dwustronnie przeciwnie, gdzie dopuszczalne ugięcia są silniej ograniczone, co związane z innym charakterem wyężenia – te są bowiem rozciągane, nie uginane³⁷.

Ograniczenie energetyczne związane jest z pasożytniczymi zjawiskami występującymi w urządzeniu. Każda forma aktuacji korzysta jedynie z pewnej części mocy podawanego sygnału aktuującego. Pozostała część rozpraszana jest w urządzeniu, w granicy prowadząc do uszkodzenia – w pierwszej kolejności termicznego.

Badania eksperymentalne wykazały, że *opMEMS*-y rozpraszają nieniszcząco moce rzędu do kilku miliwatów. Właściwa wartość zależy silnie od formy i egzemplarza urządzenia. Dokładne wartości mocy są również zależne od częstotliwości aktuacji i ośrodka. Ścisłe wielkości mocy niszczących nie zostały wyznaczone w żadnym momencie pracy ze względów technicznych – poznanie progu

³⁷ Tylko do pewnego – stosunkowo niewielkiego odchylenia mostka zasadne jest przybliżanie jego zachowania belką uginaną, jak zostało to przedstawione w rozdziale 2.; dla pewnych wychyleń (których wielkość zależy od stosunku grubości do długości mostka), następuje również rozciąganie. Wówczas zasadny jest opis przybliżający rozpiętą strunę. Rozciąganie struktury dwustronnie mocowanej jest zależnością nieliniową. Dla opisu zakresu przejściowego pomiędzy gięciem a rozciąganiem właściwa funkcja mieszana, której postać autorzy [191] przedstawiają następująco:

$$z = \frac{FL^2}{192I_y E} \cdot \frac{\frac{\sqrt{d}}{z}}{192 \tanh\left(\frac{1}{4}\sqrt{\frac{d}{z}}\right)},$$

gdzie d to grubość struktury, I_y to moment bezwładności przekroju, F to siła gnąca, L to długość mostka, a z to jego wychylenie. Jest to nieliniowa, kłopotliwa w obliczeniach funkcja, która zakłada jednorodność struktury. Jako że w obrębie tej pracy wychylenia mostków nie przekraczają granic uzasadniających stosowanie powyższej funkcji, to korekta przez nią wprowadzona zostanie pominięta.

niszczenia wymagałoby zniszczenia zbyt dużej liczby urządzeń. Przypadkowo zniszczone urządzenia pozwoliły jednak na orientacyjne określenie wartości maksymalnych. Przyjęto współczynnik bezpieczeństwa 4 dla mocy (stosunek maksymalnej rozpraszanej mocy do orientacyjnej wartości mocy niszczącej dla danej serii), więc 2 dla prądu lub napięcia aktuacji.

Uszkodzenie następuje w pierwszej kolejności w najbardziej narażonym punkcie urządzenia. Dla *opMEMS*ów zawierających ścieżki przewodzące będą to odcinki o największych rezystancjach, niekiedy powstające przez wady technologiczne. Dynamika procesu (innymi słowy – rozproszenie niekontrolowane dużej mocy) może jednak sprawić, że uszkodzeniu ulegnie całość urządzenia. Badania wykazały, że niższą maksymalną wartość mocy aktuacji posiadają urządzenia zanieczyszczone warstwami organicznymi. W nielicznych przypadkach, gdy urządzenie nosiło ślady warstw technologicznych (np. warstw kopiowych), próg wytrzymałości zmniejszał się nawet o rząd wielkości.

Określenie nawet orientacyjnej wartości maksymalnego wychylenia wymagałoby jednostkowego pomiaru każdej struktury. Oznaczałoby to jednak ryzykowanie zniszczeniem jej. Postanowiono wprowadzić wspólną miarę ujmującą przełożenie mocy aktuacji na wychylenie *opMEMS*.

Dotychczas nie były prowadzone badania nad sprawnościami aktuacji MEMS-ów. Wydaje się również, że nie było obiektem zainteresowania żadnego ośrodka badawczego wyznaczenie dokładnej przekładni wielkości aktuującej na wielkość aktuacji. Każde wytworzone urządzenie było dotychczas traktowane indywidualnie, choć prowadzone były procesy optymalizacji w celu uzyskania pożądanego pozycjonowania. Zagadnieniem prostszym technicznie jest wykonanie urządzenia przełączanego dyskretnie pomiędzy dwiema lub więcej pozycjami, co zazwyczaj jest stosowane w rozwiązaniach masowo produkowanych urządzeń – wówczas zagadnienie sprawności aktuacji jest nieistotne.

Z braku istniejącego narzędzia wartościującego MEMS-y pod względem aktuacji, autor pracy zaproponował dwie miary wiążące moc aktuacji z parametrami *opMEMS*. Pierwszą z nich jest skuteczność aktuacji ζ . Wielkość powstaje przez odniesienie wychylenia z do powodującej je mocy wydzielonej przez prąd o wartości skutecznej I_{RMS} na oporze urządzenia R . Jednostką są metry na waty lub – dla operowania bardziej intuicyjnymi wielkościami – nanometry na miliwaty. Była to pierwsza z zaproponowanych wielkości:

$$\zeta = \frac{z}{I_{RMS}^2 R}, \quad (31)$$

Skuteczność aktuacji niesie bezpośrednią informację o możliwym zakresie ruchu. Istnieje maksymalna moc nieniszcząca MEMS-a – P_{lim} . Wychylenie maksymalne z_{lim} wynikające z zastosowania tej mocy może być prosto obliczone następującym wzorem:

$$z_{lim} = \zeta P_{lim}. \quad (32)$$

Warto w tym miejscu zauważyć, że miara skuteczności aktuacji jest pod wieloma względami nieuniwersalna. Po pierwsze, niektóre wartości wychyleń nie zależą liniowo od mocy sygnału, a od innej wielkości – przykładem niech będzie aktuacja elektromagnetyczna, która powoduje wychylenie liniowo proporcjonalne do prądu pętli (czyli pierwiastkowo do mocy aktuacji). Możliwe jest wprowadzanie korekt, jednak lepszym ujęciem jest wprowadzenie wielkości bardziej uniwersalnej. Stąd konieczność opisanie sprawności aktuacji przez odniesienie mocy drgań do mocy pobudzenia.

Określenie statycznego wychylenia powodowanego konkretnym oddziaływaniem może być wywiedzione ze sprawności przez odniesienie amplitudy drgań rezonansowych do dobroci drgań. Z definicji, dobroć układu rezonansowego definiuje ilość energii nagromadzoną przez rezonator w odniesieniu do drgań pozarezonansowych, toteż amplituda drgań pozostaje w podobnej – pierwiastkowo zależnej – relacji.

Weryfikacja takiej zależności została przeprowadzona przez porównanie mocy wyjściowej P_{out} (rezonatora) do mocy wejściowej P_{in} (aktuującej). Jako że jest to klasyczna definicja sprawności silnika cieplnego, tę wielkość również nazwano sprawnością η :

$$\eta = \frac{P_{out}}{P_{in}}. \quad (33)$$

Określenie mocy wejściowej prowadzone jest w ten sam sposób, jak dla skuteczności aktuacji. Większym problemem jest ustalenie mocy drgań rezonansowych, które przecież są stanem ustalonym układu rezonansowego, stąd nie pochłaniają mocy aktuacji. Postanowiono jako miarę mocy wyjściowej

przyjąć moc konieczną do podtrzymania drgań rezonansowych. Ta pozostaje w relacji do energii drgań oscylatora $kz^2/2$ (gdzie k jest sztywnością natomiast z amplitudą wychylenia) przez dobroć drgań Q oraz uśrednienie w okresie (odniesienie do częstotliwości f), stąd postać mocy wyjściowej oraz sprawności:

$$P_{out} = \frac{fkQz^2}{2}. \quad (34)$$

$$\eta = \frac{fkQz^2}{2I_{RMS}^2 R}. \quad (35)$$

Sprawność jest wielkością niemianowaną, stąd nie jest podawana jej jednostka bądź używane są W/W.

Sprawność kolejnych rodzajów aktuacji określa się badając wychylenia y_0 osiągane innymi metodami aktuacji. Jediną zmienną w opisie staje się wówczas samo wychylenie. Odmienny opis należy wprowadzić wówczas, gdy postać sygnału aktuującego jest nieelektryczna – zmianie ulega postać energii wejściowej.

Miara sprawności została opisana w publikacji [266]. Przedstawione zostało tam powyższe rozumowanie oraz przykład zastosowania miary sprawności do porównania rozmaitych urządzeń belkowych – sprawność bowiem doskonale opisuje użyteczność danego urządzenia pod kątem określonego typu aktuacji oraz pozwala na porównanie podatności *opMEMS-ów* na aktuację różnymi metodami.

Sprawność przyrządów *opMEMS* pozostaje zbieżna w obrębie serii, toteż możliwe jest wnioskowanie o maksymalnych wychyleniach konkretnych urządzeń tylko na podstawie sprawności wyznaczonej dla pojedynczych egzemplarzy. Niezależnie od serii technologicznej, wartości sprawności elektrotermicznej i elektromagnetycznej pozostają na bardzo niewielkich poziomach w stosunku do intuicyjnego pojęcia o sprawności przetworników (Tabela 3). Zwykło się optymalizować sprawność, by dążyła do 100 %, w przypadku zaś MEMS-ów są to liczby rzędu nawet 10^{-15} . Błędem byłoby myśleć o tej liczbie jako pomijalnie małej, bowiem wynikowe energie drgań są obserwowalne. Oczywiście dla większego zakresu roboczego *opMEMS-ów* korzystna byłaby sprawność jak największa.

Warto zauważyć, że sprawności serii *opMEMS-ów* różnić potrafią się o całe rzędy wielkości. Wyraźnie widać to w przypadku belek serii V – aktywnych sond piezorezystywnych do mikroskopii bliskich oddziaływań firmy Nanoanalytik. Te urządzenia były optymalizowane w kierunku maksymalizacji wychylenia termicznego, co odróżnia je od pozostałych zbadanych.

Sprawność ma sens techniczny nie tylko dla urządzeń celowo aktuowanych, ale również dla tych, których aktuacja zachodzi w wyniku oddziaływań niepożądanych i jest zakłóceniem. Belki typu II i III powinny nie być czułe na aktuację elektrotermiczną, z czego wynika ich niewielka sprawność. Innym przykładem są sondy termorezystancyjne stosowane w SThM (ang. scanning thermal microscopy, mikroskopia pola termicznego). Pomiar rezystancji odbywa się sygnałem elektrycznym, który może spowodować aktuację sondy. Pożądana jest minimalna aktuacja (wprowadzająca błąd pomiaru) przy maksymalnej czułości detekcji. Porównano ze sobą sondy termorezystancyjne przez wyznaczenie ich sprawności i określono konstrukcję, dla której osiągalna jest większa rozdzielczość efektywna pomiaru (Tabela 4).

W większości wypadków, moce maksymalne (niszczące) pozostają w okolicach 5-10 mW, co odpowiada wychyleniom nie większym niż 20 μm w rezonansie lub ok. 1 μm statycznie. Ta ostatnia wartość stanowi dobre orientacyjne odniesienie co do możliwości ustalania pozycji przez *opMEMS*y. Jeżeli efektory (lub miejsca ich zamocowania) w przyrządzie *opMEMS* są odległe od siebie o więcej, niż 1 μm , wówczas urządzenie staje się niefunkcjonalne, nie ma bowiem możliwości kontrolowanego doprowadzenia do kontaktu, a tym bardziej kontrolowanej nanometrycznie odległości. Jest to arbitralnie przyjęta wartość niezgodności położenia.

Tabela 3. Zebrane parametry konieczne do obliczenia sprawności aktuacji oraz wielkości sprawności aktuacji elektromagnetycznej i elektrotermicznej (odpowiednio η_{emg} i η_{th}). Zdjęcia poniżej ilustrują cechy charakterystyczne porównywanych serii belek, gdzie Typ I to belki eksperymentalne o stosunkowo niewielkich sprawnościach, Typy II i III to kolejne wersje technologiczne, posiadające usprawnioną aktuację elektromagnetyczną przy niezmiennej elektrotermicznej; Typ IV prezentuje wpływ wady produkcyjnej na osiągnięte sprawności, zaś Typ V reprezentuje serię o innych niż poprzednie celach optymalizacji. Projekt i optymalizacje belek Typów II-IV prezentują prace [62,267]. Obrazy zostały wykonane przez autora i przygotowane w taki sposób, by prezentować przedstawione przyrządy w jednej skali.

	Typ I	Typ II	Typ III	Typ IV	Typ V
f [Hz]	61156	5600	5600	8400	80503
R [Ω]	1000	2200	2200	2400	23
Q	678	19,5	19,5	26	487
k [N/m]	47,5	0,042	0,042	0,08	82,9
η_{th}	$2 \cdot 10^{-15}$	$4 \cdot 10^{-14}$	$4 \cdot 10^{-14}$	$1,2 \cdot 10^{-11}$	$1,6 \cdot 10^{-8}$
η_{emg}	$1,9 \cdot 10^{-14}$	$8,1 \cdot 10^{-9}$	$5,6 \cdot 10^{-7}$	$3,9 \cdot 10^{-7}$	$<10^{-10}$

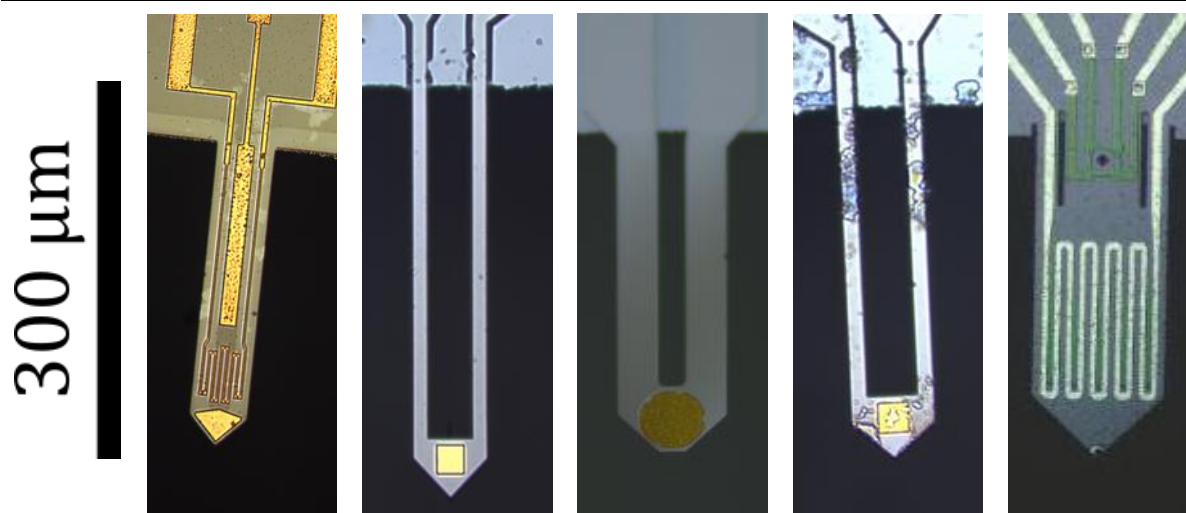
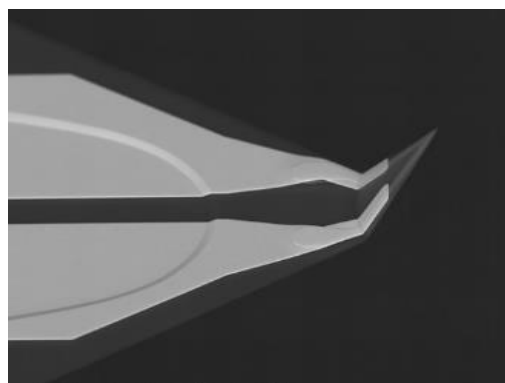
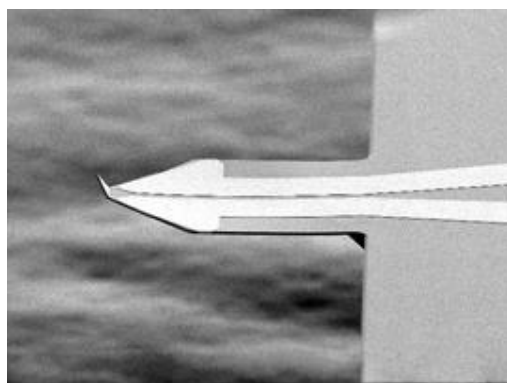


Tabela 4. Zebrane parametry konieczne do obliczenia sprawności aktuacji oraz wielkości aktuacji elektromagnetycznej i elektrotermicznej (odpowiednio η_{emg} i η_{th}). Przytoczone belki są przyrządami pomiarowymi wykorzystywanymi w SThM – z ostrzem pomiarowym zintegrowany jest czujnik termorezystywny. Belki składają się z warstwy izolatora oraz wielowarstwy metalicznej (szczegóły podane na stronie producentów), wobec czego są *bimorfami*, a jako takie są podatne na aktuację termomechaniczną, w szczególności elektrotermiczną, w tym wywoływaną sygnałem pomiarowym.

Wyznaczone sprawności wskazują, że belka firmy Kelvin Nanotechnology pobudzana przez jednostkowy sygnał detekcyjny wprowadza o rząd wielkości mniejsze zaburzenie mechaniczne, niż konkurencyjna belka firmy Brüker. Dane posłużyły do wyboru jej do badań opisanych w publikacji [268]. Obrazy pochodzą z materiałów promocyjnych producentów.

	Brüker Vita-SThM	Kelvin Nanotechnology SThM
f [Hz]	84100	39000
R [Ω]	1700	370
Q	129	68,7
k [N/m]	2,32	0,82
η_{th}	$3,9 \cdot 10^{-10}$	$1,1 \cdot 10^{-11}$
η_{emg}	$8,7 \cdot 10^{-8}$	$6,3 \cdot 10^{-8}$



5.3. Metody modyfikacji przyrządów *opMEMS*

5.3.1. Wytworzenie przyrządu zgodnego w położeniu

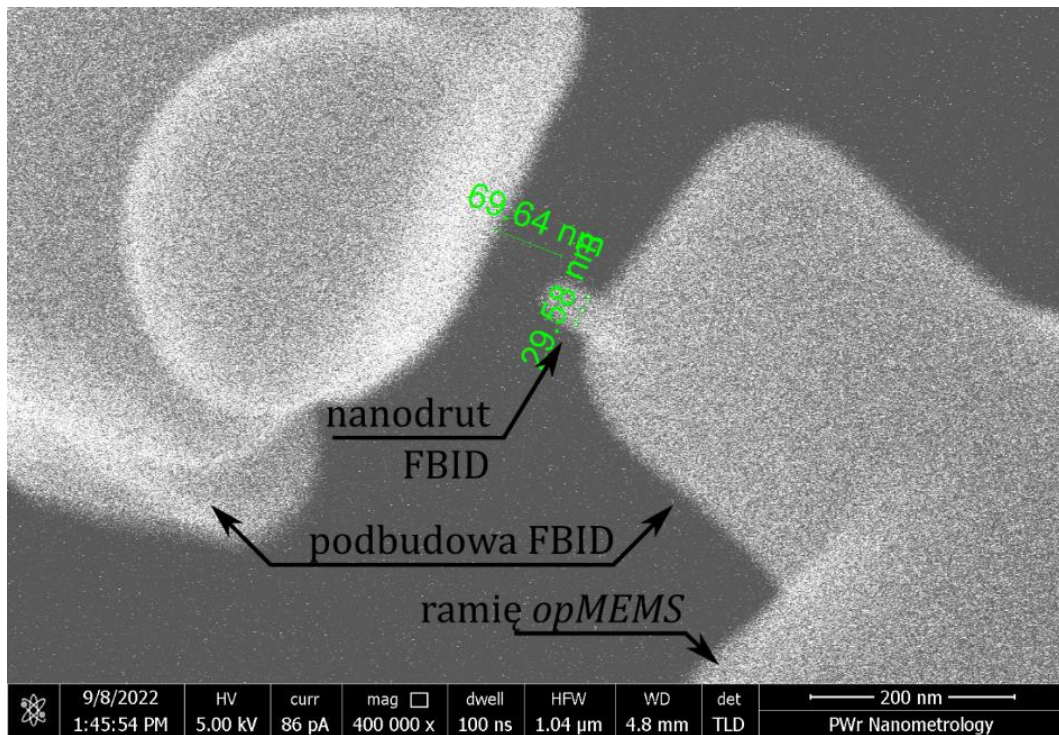
Istotą zgodności położenia jest uzyskanie takiego układu, w którym istnieje położenie obszaru zainteresowania wystarczająco małe do umieszczenia w nim nanostruktury i skonstruowania *opMEMS-a*. Najprostszym i najbardziej oczywistym rozwiązaniem wydaje się być wykonanie urządzenia takiego, by samo przez się spełniało ten wymóg. W podrozdziale 5.1 opisano ograniczenia metod wytwarzania mikrouządzeń mogą nie zapewnić takiego stanu. Jedną z metod niwelacji dystansu jest przyrostowe wykonanie nanostruktury pomocniczej w obszarze zainteresowania.

Metody FBID pozwalają na kompensację dystansu rozdzielającego efekторы w obszarze zainteresowania. Wykonywany jest wówczas element mechaniczny, który służy za podporę definiującą odpowiedni punkt w obszarze zainteresowania. Doprowadzenie do zgodności położenia możliwe jest poprzez trójosiowe osadzanie nanostruktury w płaszczyźnie struktury oraz nadbudowanie wysokości.

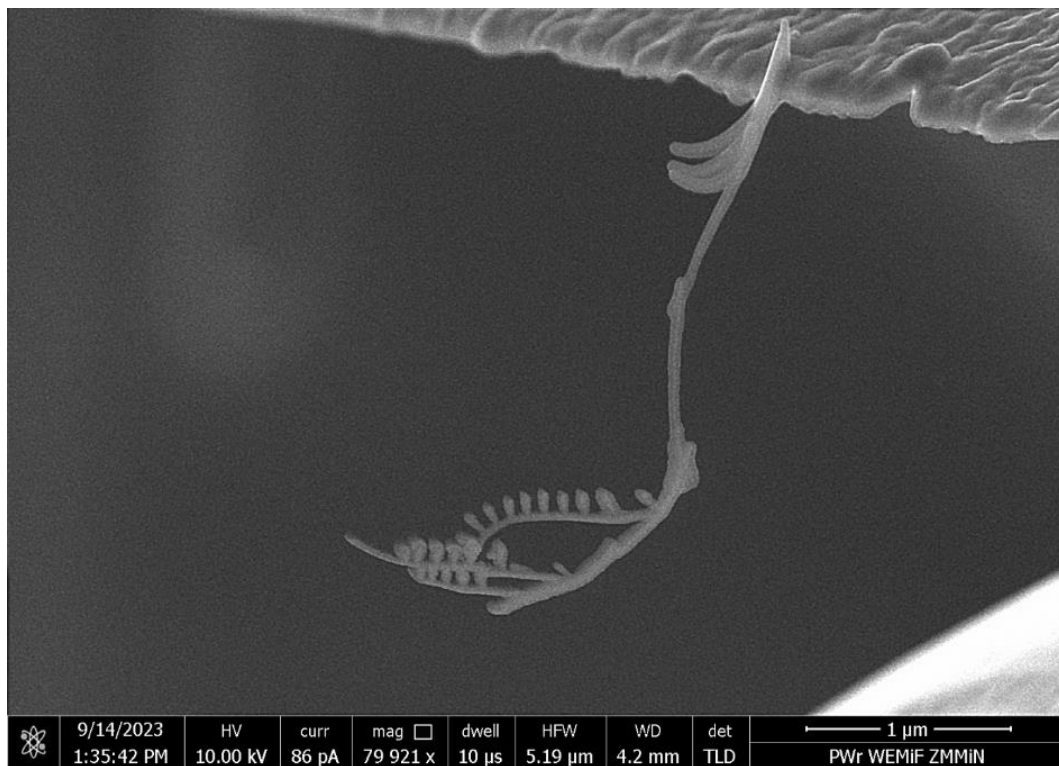
Istnieją zasadnicze ograniczenia dotyczące tej metody. Pierwsze z nich to właściwości elektryczne materiału osadzanego, który zazwyczaj jest przewodnikiem. Uniemożliwia to formowanie monolitycznych struktur o złożoności większej niż pojedyncza ścieżka przewodząca. Jakkolwiek istnieją materiały izolacyjne osadzone przy pomocy FBID [269], to w literaturze nie zostały jak dotąd opisane wielomateriałowe struktury FBID inne niż planarne. Teoretycznie jednak możliwym wydaje się wykonanie nanostruktury przestrzennej z materiału nieprzewodzącego, która następnie zostanie powierzchniowo zmodyfikowana w celu uzyskania lokalnego przewodnictwa – dotychczas jednak brak jest literaturowych doniesień o takich dokonaniach, prawdopodobnie ze względu na złożoność procesu.

Kolejnym ograniczeniem jest uzyskanie struktur wystarczająco stabilnych mechanicznie za pomocą FBID. Struktury dostatecznie wiotkie są podatne na elastyczne i plastyczne odkształcenia w trakcie pracy urządzenia. Podstawowym problemem może być oddziaływanie grawitacyjne – które nawet w nanoskali odgrywa niepomijalną rolę [270]. Wiotka podstawa nie stanowi odniesienia dla pomiarów właściwości mechanicznych, jeżeli swoją podatnością zbliżona jest do obiektu badanego. W przypadku obecności silnych oddziaływań np. elektrycznych istnieje również duża szansa, że przez swoją podatność wiotka podstawa ulegnie odkształceniu, przez co zaburzy wynik pomiaru – to ostatnie jest również powodem, dla którego wiele nieodległych a wiotkich nanostruktur nie może stanowić zamiennika litego nieprzewodzącego podłoża ze ścieżkami przewodzącymi. Zapobiega się temu, osadzając masywne podpory pod właściwą nanostrukturę roboczą (Rysunek 33).

Sama technika FBID narzuca również pewne ograniczenia rozmiaru z powodu skończonej przewodności termicznej w strukturach wiotkich. Wydajność depozycji zależy silnie od temperatury, co związane jest z adhezją wolnych molekuł prekursora na powierzchni; dla niektórych materiałów, różnice temperatur rzędu dziesiątek kelwinów stanowią o zmianie wysokości struktury o rzędy wielkości [271]. Z tego powodu wprowadza się takie techniki, jak kriogenicznie wspomagany FBID (Cryo-FIBID według grupy prof. Josego Marii De Teresy) [272]. Oprócz zwiększonej wydajności procesu, poprawie ulega jednorodność wytwarzanej warstwy. W przypadku struktur przestrzennych źródłem ciepła jest sama wiązka, wobec czego smukłość struktury przekłada się na stałą czasową odprowadzania ciepła do podłoża – zarazem temperaturę punktu osadzania dla procesu ciągłego. Zjawisko prowadzi do ograniczenia efektywnej formy struktur przestrzennych do takich wymiarów, w których dalsze osadzanie stopowane jest przez nadmierne nagrzewanie. Poniżej tych wymiarów, zmiany termiczne prowadzą zaś do deformacji wytwarzanych struktur. Proces został opisany wyczerpująco przez [273]. Prowadzone są również prace nad dokładnym modelowaniem zjawisk termicznych podczas osadzania [274]. Technicznym środkiem służącym zwiększeniu limitu wielkości struktur jest obniżenie temperatury podłoża (choć, biorąc pod uwagę wykładniczy charakter transportu termicznego, jest to środek wysoce nieliniowy) lub wprowadzenie interwałów pozwalających na wyrównanie temperatury. Spośród tych dwóch, pierwszy jest złożony technicznie, zaś drugi powoduje efektywne zmniejszenie wydajności procesu, w granicy do zatrzymania. Przyjmując wobec tego należy, że istnieje termiczne ograniczenie rozmiaru nanostruktury.



Rysunek 33. Przykład przyrządu wytworzonego w całości metodami nanowytwarzania w celu redukcji dystansu pomiędzy elektrodami za pomocą podbudowy wykonanej na obu ramionach w obszarze zainteresowania. Obraz wykonany podczas pierwszych pomiarów zjawiska emisji polowej z nanodrutów FEBID na przyrządach *opMEMS-kanapka*.



Rysunek 34. Wyjątkowo spektakularna forma uzyskana przez samorzutną aktytację nanodrutu podczas osadzania materiału. Osadzonym kształtem były linie proste, jednak w czasie procesu dochodziło do cyklicznego odchylenia się całej nanostruktury, co spowodowało powstanie „liścia paproci”.

W prowadzonych badaniach ograniczenie było obserwowane w postaci limitu wielkości depozytu jednowymiarowego. Niezależnie od kierunku osadzania, limitem długości nanodrutu FEBID było ok. 5 μm . Nie udało się osiągnąć limitu wielkości struktur dwuwymiarowych oraz bardziej złożonych, jeśli jednak jest on proporcjonalny do powierzchni przekroju struktury, to wynosi prawdopodobnie dziesiątki nanometrów. Jednakże w strukturach o wymiarach powyżej mikrometra nieodmiennie obserwowane były zmiany kształtu odbiegające od założonej struktury, a powodowane efektami termicznymi.

Następnym istotnym ograniczeniem wielkości nanostruktur jest ich podatność na akwację wiązką elektronów. Oddawanie pędu przez elektrony (podobne w opisie do akwacji optomechanicznej) oraz cykliczne ogrzewanie struktury może powodować jej uginanie. Tym samym wibracje powodowane są aktem obserwacji. W przypadku mechanicznego oddziaływania wiązki z materiałem, możliwe jest zapobieżenie wzbudzeniu przez zmianę parametrów obrazowania, tak by częstotliwość naświetlania elektronami nie była zbieżna z częstotliwością akwacji – ogranicza to więc możliwości prowadzenia procesu, lecz go nie uniemożliwia. W przypadku akwacji termomechanicznej możliwa jest sytuacja, w której struktura będzie podlegać akwacji stałosygnalowej, zmieniając statycznie pozycję podczas obrazowania (Rysunek 34). Może to uniemożliwić prowadzenie procesu lub doprowadzić do niekontrolowanego osadzania materiału. Rozwiązaniem jest ponownie usztywnienie struktury przez zwiększenie pola przekroju.

Podsumowując wszystkie ograniczenia można określić, że nanostruktury FBID mogą być stosowane, gdy dystans dzielący elektrody w obszarze zainteresowania nie przekracza około dwóch mikrometrów. W zależności od materiału podłoża i prowadzonego pomiaru, odległość graniczna może być większa.

5.3.2. Wytworzenie naprężeń za pomocą wiązki elektronów

Wiązka elektronów powoduje dostarczenie dużej ilości ciepła oraz ładunku elektrycznego do podłoża. Dla większości materiałów nie jest możliwe wykorzystanie tych zjawisk do trwałej zmiany kształtu ani położenia, choć dostatecznie duża gęstość energii może prowadzić do lokalnego przetopienia lub odparowania materiału (*vide* – spawanie wiązką elektronów). Nie jest to jednak zjawisko wykorzystywane w SEM, ze względu na niezbyt wielkie moce i gęstości energii wiązki. Przykładowo, dla maksymalnej energii 30 keV w systemie Helios 600i, gęstość energii to ok. 0,5 J/cm²; proces spawania wymaga gęstości ponad 100 J/cm² [275]³⁸.

Dla pewnych materiałów możliwe jednak jest wprowadzenie naprężeń nie przez zmianę stanu skupienia, a przez wygrzanie w odpowiedniej temperaturze [276]. Dotyczy to nanomateriałów krystalicznych, w których zachodzi przemiana fazowa lub restrukturyzacja. Zmiany właściwości takich materiałów pod względem mechanicznym i termicznym autor opisał w dwóch pracach, gdzie nanodrut wykonany z ZnO niezmodyfikowane oraz poddane wygrzewaniu zbadano pod kątem właściwości mechanicznych oraz przewodności elektrycznej [213,260]. Operacje te nie zostały jednak wykonane za pomocą wiązki elektronów, ponieważ doprowadziłyby to do powstania kontaminacji w postaci cienkiej warstwy materiału FEBID na powierzchni ZnO.

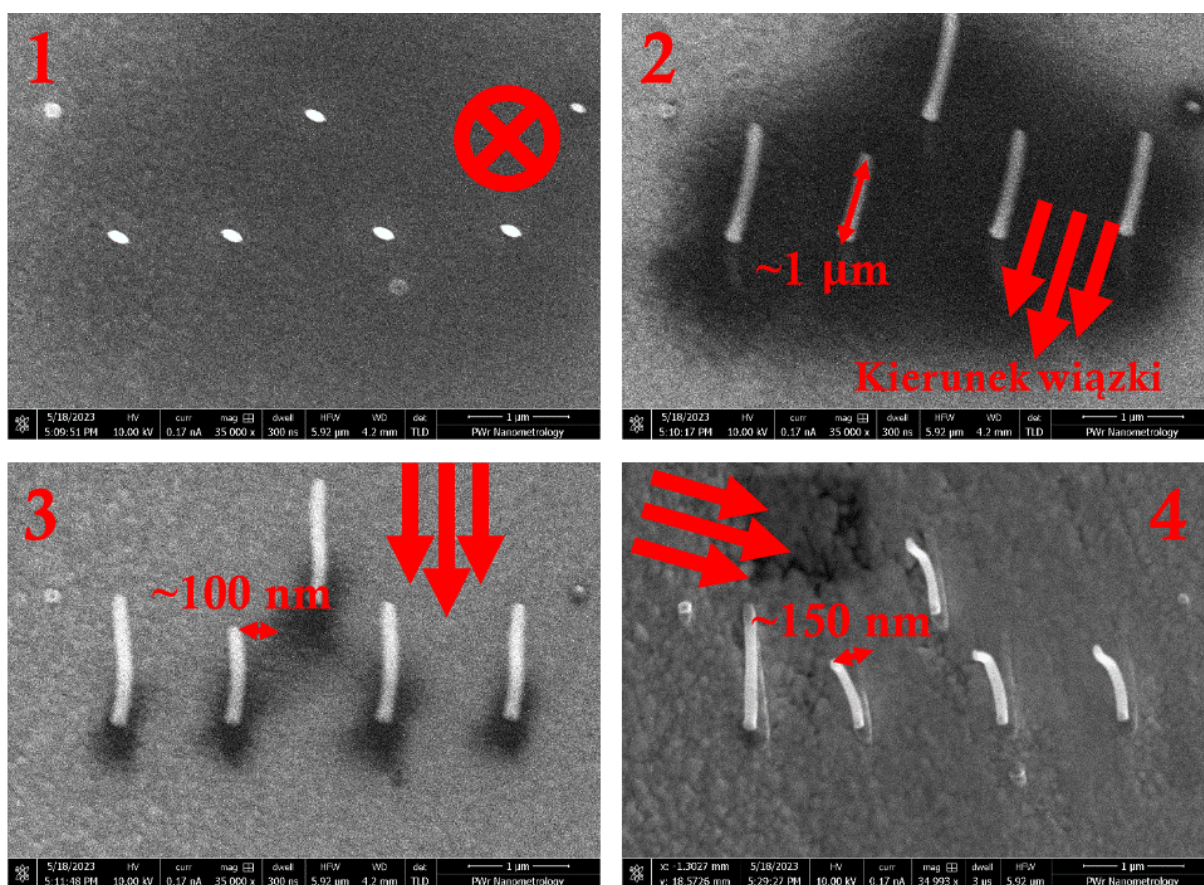
Zanieczyszczenie warstwą FEBID nie stanowi problemu w strukturach FBID, gdzie osadzenie materiału o dodatkowej grubości nie zmienia drastycznie założonych właściwości urządzenia³⁹.

³⁸ W literaturze obecne są nieliczne opisy zastosowania spawania elektronowego w mikroskali [329]. W przytoczonej pracy postulowane jest zastosowanie mikroskopu SEM jako narzędzia do obróbki termicznej przy typowych energiach wiązki (ponieważ autorzy słusznie wskazują, że wymagana gęstość energii zależy od pojemności cieplnej modyfikowanego elementu), lecz nietypowych mocach – prądy robocze wynoszą w tej pracy 10 μA . Jest to wartość nieosiągalna dla Helios 600i (maksymalny prąd wiązki to 22 nA), a wedle wiedzy autora również dla większości komercyjnie dostępnych systemów mikroskopowych.

³⁹ W przeciwieństwie do osadzenia warstwy FEBID na niepokrewnym materiale, z którym istotnie zmienia właściwości elektryczne bądź stworzy parę *bimorficzną* i wywoła akwację termomechaniczną.

Wyrzewanie struktur FBID za pomocą wiązki elektronowej prowadzi do powstania naprężeń ściskających przez restrukturyzację-agregację ziaren metalu obecnych w kompozycie [277]. Powstający rdzeń ma większą gęstość i sztywność niż otaczająca go osnowa węglowa, jeżeli więc zjawisko zachodzi asymetrycznie, wywoływać będzie ugięcie struktury. Zaobserwowano to zjawisko również w prowadzonych badaniach, gdzie nanostruktury oświetlane jednostronnie za pomocą wiązki elektronowej ugięły się w zadanym kierunku. Współobecne z powstawaniem ugięcia było niejednokrotnie osadzenie materiału w powstającym łuku, co wzmacnia efekt, usztywniając ugięty obszar struktury.

Wyrzewanie nanostruktur FBID może mieć również wpływ na ich właściwości materiałowe. Stosowane są metody redukcji ilości węgla w materiale kompozytowym przez wygrzewanie w atmosferze wodnej lub wodorowej [278,279]. Źródłem ciepła może być wiązka elektronowa, jak zostało to zaproponowane przez [280]. Kluczowym znaczeniem zastosowania wiązki elektronowej jest lokalność aplikacji, jak pokazali m.in. autorzy [281]. Lokalna modyfikacja składu materiałowego prowadzi do podobnego efektu morfologicznego, jak restrukturyzacja (Rysunek 35).



Rysunek 35. Efekt wygrzewania przez napromieniowanie nanodrutów FEBID. Obraz pozostaje w niezmienionej perspektywie, w jednakowym obszarze. Nanodrut osadzone zostały pionowo w kierunku wiązki. Następnie przez napromieniowanie z różnych kierunków zmieniały swoje nachylenie i kierunek. Obrazy wykonane w celu zarejestrowania przebiegu procesu.

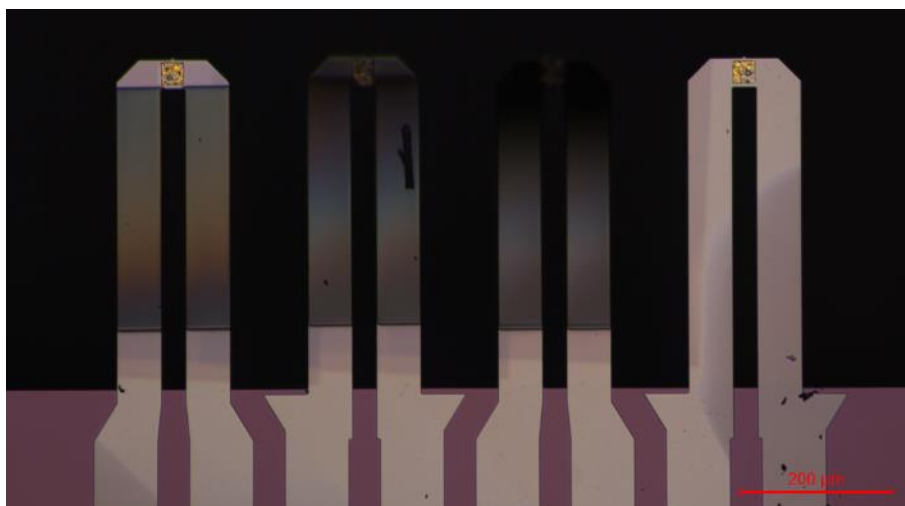
5.3.3. Wytworzenie naprężeń za pomocą warstwy FBID

Metodą na lokalną modyfikację właściwości urządzenia cienkowarstwowego jest dodanie na jego powierzchni warstwy FBID. Naprężenia wówczas powstające wynikają bezpośrednio z naprężeń własnych warstwy FBID, co może być również wyjaśnione niedopasowaniem współczynników rozszerzalności termicznej – powstaje więc struktura *bimorficzna*.

Naprężenia te można wprowadzać tylko by dokonać dalszego naprężenia struktury. Jak opisano w rozdziale 2.2.2., *bimorf* podlega ugięciu już z powodu obecności dodatkowej warstwy o niewielkiej grubości (wzór uzależnia ugięcie od ilorazu grubości). Wobec tego możliwe jest wprowadzenie niezamierzonego ugięcia przez osadzenie cienkiej warstwy FBID-u na powierzchni struktury. W takiej sytuacji konieczne jest wykonanie odpuszczenia powstałego naprężenia pozostałymi metodami.

Wprowadzone w ten sposób naprężenie zależne jest od temperatury, wobec czego opisywana tu metoda jako jedyna spośród wymienianych zmienia nie tylko statyczne właściwości urządzenia, ale również jego parametry jako aktuatora.

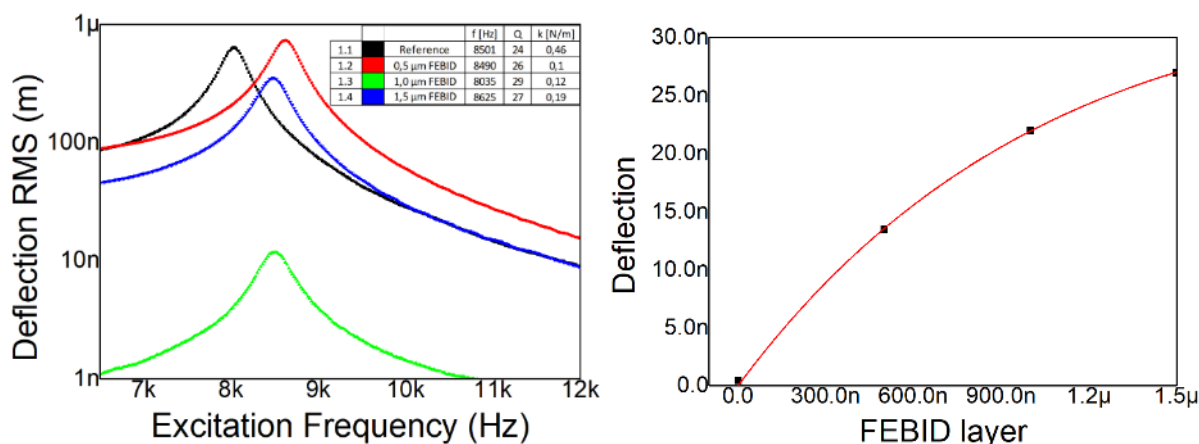
Eksperyment mający na celu określenie dokładnej wielkości zmiany został przeprowadzony przez osadzenie na bliźniaczych belkach warstwy węgla amorficznego o różnej grubości (Rysunek 36). Wybrano sam amorficzny węgiel ze względu na stały skład pierwiastków oraz – przypuszczalnie – stałą morfologię materiału. Węgiel amorficzny oraz krzem posiadają również zbliżony moduł Younga (rzędu 100 GPa) oraz podobne przewodności termiczne, stąd niedopasowanie materiałowe wynikać powinno wyłącznie z niedopasowania współczynników rozszerzalności termicznej [282,283]. Wykorzystano również wiązkę jonów gazu szlachetnego – ksenonu – w celu uniknięcia wprowadzenia do materiału domieszki. Wybrano wiązkę jonów zamiast wiązki elektronów ze względu na większą wydajność procesu osadzania związaną z większym możliwym do uzyskania prądem wiązki. Proces prowadzono w urządzeniu Tescan FERA3.



Rysunek 36. Matryca belek z rodziny *opMEMS-SOI* poddana osadzaniu warstw materiału FBID o grubościach 0,5, 1 oraz 1,5 μm (czwarta belka pozostała odniesieniem). Widoczna jest zmiana ugięcia powodowana naprężeniami własnymi wywołanymi osadzeniem warstwy. Obraz wykonany w celu prezentacji ugięcia w publikacji [284].

Parametry procesu zostały dobrane tak, by uzyskać warstwy węgla amorficznego o grubościach 500, 1000 i 1500 nm dla jednej serii belek oraz 100, 500 i 2500 nm dla drugiej serii. Wykorzystano belki z serii *opMEMS-SOI*, ponieważ prezentowały bardzo niewielkie sztywności oraz sprawności aktuacji termomechanicznej. Jako takie były dobrym materiałem eksperymentalnym. Wybrane zostały matryce czterobelkowe, wobec czego w każdym przypadku jedna belka pozostała niezmodyfikowana. Materiał osadzano wyłącznie na ramionach belki, nie zaś na elemencie je łączącym. Proces był prowadzony rastrowo za pomocą wiązki o prądzie 2,3 nA, energii 30 keV przy 50 ns czasie naświetlania w punkcie z odstępem pomiędzy punktami wielkości 250 nm. Dostarczona do powierzchni łączna gęstość ładunku wynosiła $2 \mu\text{C}/\mu\text{m}^2$ na 500 nm grubości warstwy. Prekursorem dla węgla amorficznego był naftalen. Znaczna energia wiązki może budzić podejrzenie, że to modyfikacja jonami powierzchni (omówiona w kolejnym rozdziale), a nie warstwa węgla amorficznego odpowiedzialna jest za zaistnienie zmian. Oczywisty dowód eksperymentalny w postaci różnic właściwości pomiędzy belkami o różnych grubościach osadzonego węgla poprzez można przesłankami teoretycznymi – otóż głębokość wnikania

jonów ksenonu o energii 30 keV w krzem krystaliczny wynosi zaledwie 21 nm, co jest wartością marginalną w porównaniu do wynoszącej 1 μm grubości urządzenia [285].



Rysunek 37. Charakterystyki wychylenia w aktuacji dla belek w matrycy oraz jego maksymalnej wartości w przestrzeni grubości warstwy FEBID. Krzywe prezentują wzrost sprawności aktuacji po osadzeniu warstwy dodatkowego materiału. Wartościom maksymalnym wychyleń została dopasowana krzywa odpowiadająca prawu ugięcia *bimorfa* Timoshenki. Obrazy autora, ukazały się w publikacji [284].

Belki zostały poddane analizie drgań wymuszonych aktuacją elektrotermiczną przy jednakowej mocy rozpraszanej w urządzeniu, a wynoszącej 2 mW, co było powodowane założeniem, że struktury są na tyle podobne, iż przy jednakowej mocy aktuacji osiągnięte przez nie zostaną podobne temperatury (Rysunek 37). Wyniki wychyleń dopasowano za pomocą funkcji Timoshenki w dziedzinie rosnącej grubości warstwy dodanej. Zgodność danych z dopasowaną funkcją sugeruje, że obserwowany efekt faktycznie jest wywołany zjawiskiem rosnącego wpływu aktuacji termomechanicznej.

Ponadto wyniki aktuacji posłużyły do obliczenia sprawności aktuacji. Wraz z rosnącymi wychyleniami, a przy stałych parametrach oscylatora, zaobserwować można rosnącą sprawność, a co za tym idzie – zakres ruchu urządzenia. Dopiero ten wniosek daje wskazówkę, jakie jest najistotniejsze zastosowanie naprężeń wprowadzanych za pomocą warstwy FEBID – modyfikacja ta zwiększa dostępny zakres ruchu urządzenia przy aktuacji termomechanicznej, tym samym umożliwiając doprowadzenie do zgodności położenia wyłączenie dzięki aktuacji.

5.3.4. Wytworzenie i odpuszczanie naprężeń za pomocą wiązki jonów

Interakcja wiązki jonów z materiałem podłoża może prowadzić do trzech niezależnych efektów – wprowadzenia domieszki, trawienia powierzchni oraz przebudowy struktury materiału. Jak wcześniej wspomniano w opisie FIB, wspomniane trzy zjawiska zawsze współwystępują, a jedynie od ich natężenia zależy wynikowy efekt.

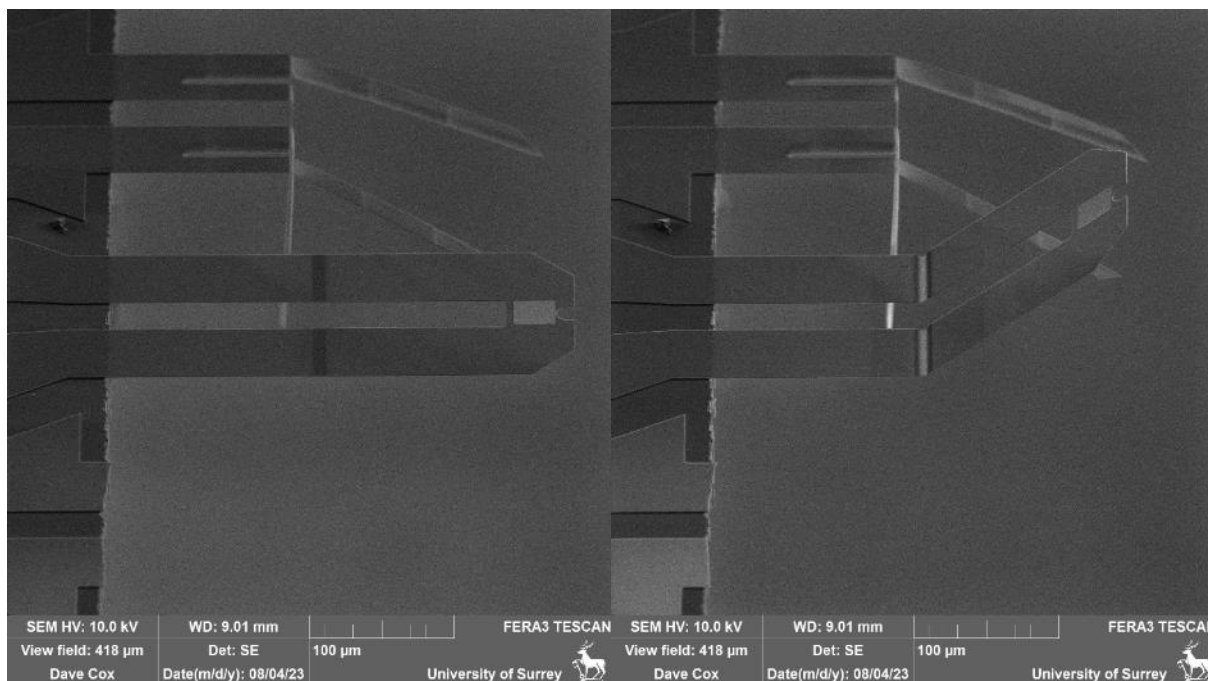
Wiązka jonów skierowana w powierzchnię spowoduje uwięzienie części jonów pod powierzchnią. Jeżeli wykorzystana zostanie wiązka składająca się z atomów pierwiastka reaktywnego, będzie można mówić o umieszczeniu domieszki. W zależności od rozmiaru atomów i dopasowania sieciowego, wprowadzanie domieszki będzie prowadzić do naprężeń rozciągających lub ściskających w powierzchni. Wykorzystanie tego zjawiska nie jest odkryciem należącym do metod modyfikacji MEMS, lecz do tzw. inżynierii naprężeń, której termin został ukuty dla miniaturyzowanej mikroelektroniki, gdzie dopasowanie naprężeń własnych struktur elektronicznych decydowało o ich właściwościach, a nierzadko działaniu [286]. Dla przykładu - wprowadzenie dużych wartości naprężeń ściskających powoduje zwiększenie ruchliwości nośników w kanale [287]. Przez niektóre grupy określenie inżynierii naprężeń jest wciąż stosowane do struktur przestrzennych, mimo że cel działania uległ zmianie [288].

Nieco inne działanie wywołują jony gazów szlachetnych. Z powodu niereaktywności, nie tworzą one domieszki w materiale, lecz jamy wypełnione gazem pod jego powierzchnią. Badania TEM wykazują, że w kryształach metali i półprzewodników następuje nabudowanie podpowierzchniowej warstwy gazu szlachetnego, która zwiększa objętość materiału i wprowadza naprężenia rozciągające [289]. Jeżeli gaz ma możliwość uwolnienia się ze struktury przez dyfuzję (hel, neon, dla niektórych materiałów argon), doprowadzi to do implozji powstałych przestrzeni i wywoła naprężenia ściskające. Gazy cięższe pozostaną uwięzione pod powierzchnią, chyba że dojdzie do trawienia lub wygrzewania [289,290].

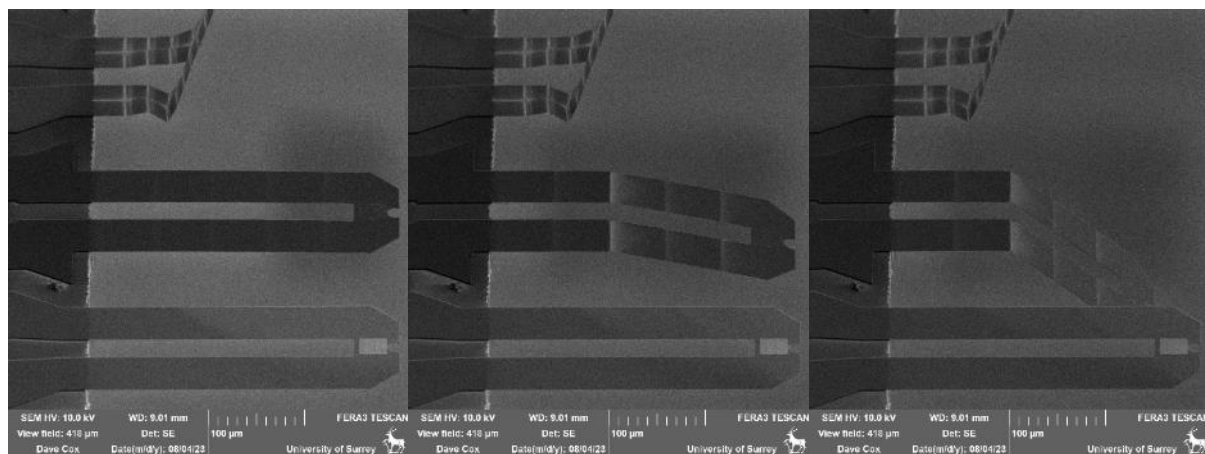
Niezależnie od tego, czy materiał został domieszkowany, dostatecznie duża gęstość mocy wiązki prowadzi do amorfizacji powierzchni – struktura krystaliczna zostaje rozbita, na jej miejscu pozostaje struktura amorficzna [291]. W przypadku jonów metali prowadzi to do powstania stopu o odmiennych właściwościach. Ponownie, dla gazów szlachetnych amorfizacja przebiega w inny sposób, bowiem po zajściu procesu na powierzchni pozostaje obecny wyłącznie materiał już tam obecny [292]. Co do zasady amorfizacja powoduje redukcję naprężeń niezależnie od ich kierunku. W strukturach *opMEMS* niejednokrotnie występują naprężenia powodowane przez niedopasowanie współczynników rozszerzalności termicznej platyny oraz azotku krzemu. Odpuszczenie naprężeń przez amorfizację warstwy platyny powoduje zmianę stanu wyężenia, co zastosowano w technice poziomowania *opMEMS*.

Niemożliwe jest przeprowadzenie amorfizacji powierzchni bez implantacji (bądź powstania jam gazowych), wobec czego oba zjawiska współwystępują. Przewidzenie intensywności oraz – co istotniejsze w cienkich warstwach – rozkładu zjawiska w głębokości materiału wymaga danych eksperymentalnych lub symulacyjnych. Istnieją rodziny modeli służących symulacjom interakcji jonów z różnymi materiałami. W ramach wykonywanych prac wykorzystywano oprogramowanie SUSPRE – darmowe środowisko akademickie do modelowania wpływu jonów na powierzchnię – którego autorzy opierali się na serii badań tychże zachowań. Wykorzystane w analizie modyfikacji przyrządów *opMEMS* symulacje głębokości wnikania, domieszkowania i amorfizacji wykonane zostały właśnie w tym oprogramowaniu.

Współwystępowanie domieszkowania i amorfizacji może prowadzić do gwałtownego spiętrzenia naprężeń w odpowiednio cienkich strukturach swobodnych. Zwyczajna generacja naprężeń będzie wynikiem powstania przypowierzchniowej warstwy naprężonej, wzmocniona zaś – przeciwsobnego naprężenia obu powierzchni materiału. Taka sytuacja może nastąpić wówczas, gdy głębokość amorfizacji powierzchni jest znacznie mniejsza od głębokości wtrącenia domieszki. Takie wyjaśnienie podają autorzy metody *origami* cienkich warstw, czym tłumaczą bardzo efektywne uginanie wielowarstwy za pomocą napromieniowania wiązką jonów galu pojedynczej linii zgięcia [293]. W ramach prowadzonych prac badano również uginanie cienkich struktur za pomocą naświetlania pojedynczej linii. Wykazano, że do wykonania modyfikacji „origami” (czyli przez liniowe zgięcie płaszczyzny) nie jest konieczna obecność wielowarstwy, jako że charakter wielowarstwowy jest zapewniany przez zależną od głębokości modyfikację powierzchni przez jony. Materiałem modyfikowanym był domieszkowany krzem, a do wykonania modyfikacji zastosowano wiązkę ksenonu. Zależnie od grubości materiału, struktura wykazywała gradient naprężeń w pierw powodujący jej ugięcie w kierunku padania wiązki, następnie zaś w przeciwnym. Powodem jest zmieniający się gradient naprężeń, na który składają się amorfizacja materiału oraz jego rozciąganie przez jamy gazowe. Dla materiału grubszego niż głębokość penetracji jonami ksenonu o zadanej energii naprężenia tak rozciągające, jak i ściskające leżą po tej samej stronie osi neutralnej. Ich proporcja decyduje o kierunku, w którym zostanie ugięta struktura. Jeżeli materiał jest jednak na tyle cienki, by naprężenia o przeciwnych znakach zostały wywołane po przeciwnych stronach osi neutralnej, wówczas następuje wzmocnienie wynikające z ich współdziałania. Eksperyment został przeprowadzony przez stopniowe zmniejszanie grubości struktury trawieniem jonami. Jako że trawienie jonami nie może zachodzić bez amorfizacji oraz implantacji powierzchni, toteż na każdym etapie procesu uzyskiwana była struktura o takim samym stanie naprężeń wewnętrznych, a mniejszej grubości.



Rysunek 38. Przykład wprowadzenia naprężeń ściskających za pomocą wiązki jonów neutralnych. Belka została zmodyfikowana przez jednorodne napromieniowanie obszaru o niewielkiej szerokości, a prostopadłego do jej długości, co przy odpowiednio niewielkiej grubości materiału wywołało opisywane powyżej naprężenia. Obrazy wykonane na Uniwersytecie Surrey w celu sprawdzenia zachodzenia opisywanego zjawiska, wykonane w czasie wolnym pozostałym po zrealizowaniu celów krótkoterminowej misji naukowej.

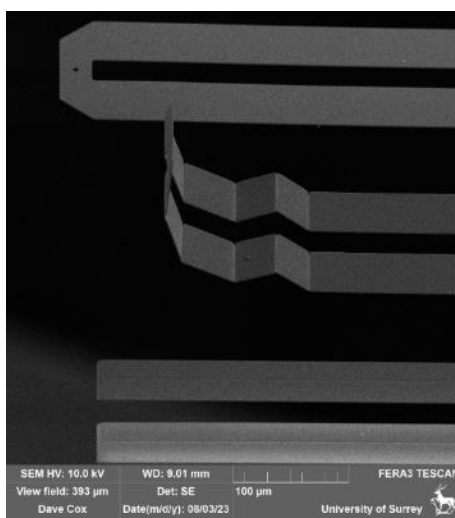


Rysunek 39. Przykład wprowadzenia naprężeń rozciągających za pomocą wiązki jonów neutralnych. Belka została zmodyfikowana przez znaczące zmniejszenie jej głębokości za pomocą wysokoenergetycznych jonów. Spowodowało to powstanie naprężeń ściskających w warstwie spodniej przy osiągnięciu grubości wystarczającej na penetrację materiału. Obrazy wykonane na Uniwersytecie Surrey w celu sprawdzenia zachodzenia opisywanego zjawiska, wykonane w czasie wolnym pozostałym po zrealizowaniu celów krótkoterminowej misji naukowej.

Wprowadzanie naprężeń przez implantację przebiega bardzo dynamicznie w materiałach częściowo amorficznych, do jakich należy Pt(C). FEBID jest bardziej podatny na tę modyfikację niż FIBID, który został już *de facto* poddany oddziaływaniu wiązki jonowej podczas powstawania. Wiązka jonowa powoduje powstanie mocnego centrum naprężeń ściskających w miejscu padania. Powoduje to efekt podążania wiotkich struktur FEBID za kierunkiem padania wiązki jonowej, co może być wykorzystane

do nadawania kierunku niezorientowanym strukturom. Stanowi jednak przeszkodę w obrazowaniu jonami osadzonych, lecz nieutwardzonych nanostruktur, wprowadzając niepożądaną modyfikację. Efekt zaobserwowano w większej skali, korzystając z grupy nanodrutów osadzonych prostopadle do powierzchni. Wiązka jonów padająca pod stałym kątem zenitalnym, lecz zmiennym horyzontalnym (przez obrót próbki) powodowała podążanie nanodrutów za kierunkiem wiązki aż do ich zniszczenia. Pomiar nazwano obrazowo „słonecznikami”.

Nanostruktury Pt(C) składają się w większej mierze z nieusieciowanego węgla, który jest bardzo łatwo rozpylany przez wiązkę jonów. Z tego względu prowadzenie modyfikacji naprężeń nanostruktur FBID jest ograniczone przez gwałtowną erozję powodowaną jonami. Do pewnego stopnia jest jednak możliwe, m.in. przez redukcję prądów wiązki jonowej czy dostarczanie do komory roboczej prekursora. Wówczas napromieniowany element jest równocześnie bazą dalszej depozycji.



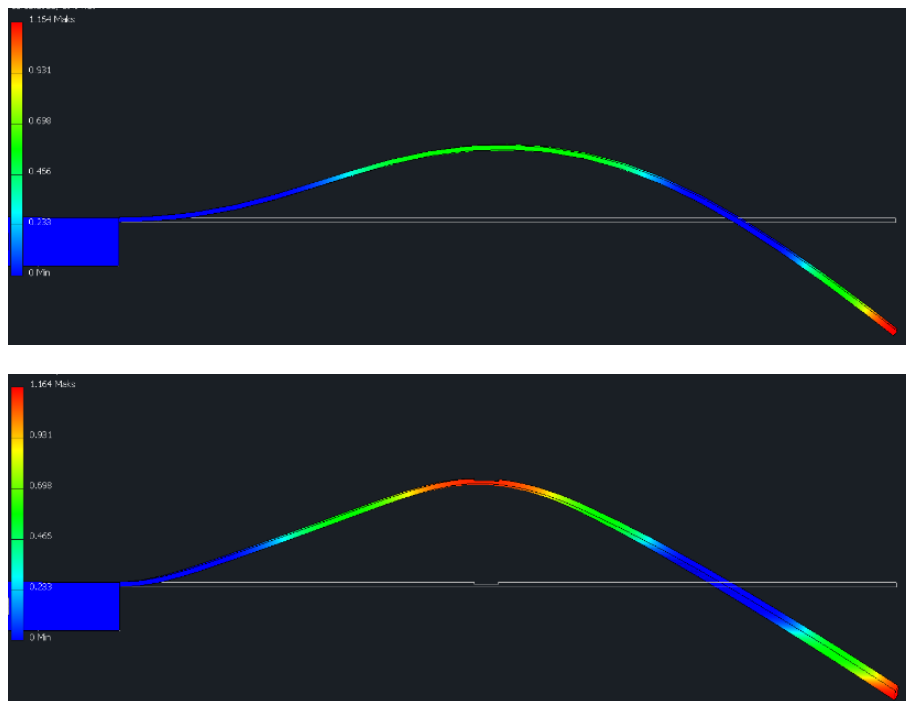
Rysunek 40. Przykład działania mieszanego – jednoczesnego wprowadzenia naprężeń rozciągających i ściskających w strukturze belki. Obrazy wykonane na Uniwersytecie Surrey w celu sprawdzenia zachodzenia opisywanego zjawiska, wykonane w czasie wolnym pozostałym po zrealizowaniu celów krótkoterminowej misji naukowej.

5.3.5. Odpuszczenie naprężeń w strukturach drgających

Odpuszczanie naprężeń przez trawienie struktury oznacza usunięcie warstwy posiadającej naprężenia decydujące o stanie wytężenia struktury. W oczywisty sposób nie może to dotyczyć całej warstwy funkcjonalnej, ale możliwe jest wprowadzenie detali o wymiarach, które byłyby niemożliwe do wykonania za pomocą klasycznej technologii MEMS z odwzorowaniem fotolitograficznym. Do tego typu zmian strukturalnych należą podcięcia na spodniej stronie struktur uwalnianych, na których nie ma możliwości przeprowadzenia procesu fotolitografii. Przykładem konieczności takiego podcięcia było prowadzone we współpracy z mgr. inż. Dominikiem Badurą wzmocnienie drgań rezonansowych tzw. wyższych modów rezonansowych, czyli kolejnych postaci drgań własnych wzdłużnych do głównej osi struktury w belkach jednostronnie utwardzonych. Zmiana postaci drgań własnych może być wykonana przez wprowadzenie nieciągłości (podcięcia) w strukturze (

Rysunek 41). Istnieją publikacje omawiające niejednorodne struktury belek jednostronnie utwardzonych, które jednak zakładają ciągłość funkcji opisującej właściwości belki [294,295]. Istnieje niewiele dostępnych publikacji omawiających struktury nieciągłe od teoretycznej strony. Żadni autorzy nie opisują celowego wprowadzania nieciągłości w strukturze, jako że jest to postrzegane jako

powstanie wady konstrukcyjnej. Ta nisza była jedną z motywacji autora rozprawy dla podjęcia badań w ramach wyjazdu badawczego – krótkoterminowej misji naukowej⁴⁰.



Rysunek 41. Symulacja modalna MES modyfikowanej belki. Przedstawiony jest widok boczny (płaszczyzna X-Z) drugiej postaci drgań wzdłużnych. Wprowadzenie podcięcia wywołuje zwiększone naprężenia u nasady belki. Symulacje i obrazy wykonane przez autora w oprogramowaniu Autodesk Inventor 2021.

W przewidywanym opisie wykorzystano publikacje omawiające samoistne powstawanie nieciągłości, choć ich tematyka obejmowała głównie metody wykrywania pęknięć [296]. Do metod detekcji należą metody modalne, uwzględniające analizę modalną częstotliwości oraz postaci drgań własnych, wobec czego badane zagadnienie jest do nich odwrotne [297,298]. Modelem analitycznym zaproponowanym przez [299] jest rozpatrzenie dwóch ciągłych belek, opisanych na granicy elementem łącznikowym – jednowymiarowym elementem sprężystym. Zakładając taki opis, model belki o długości L wychylającej się na odległość z w punkcie x w czasie t wyrazić można całką po zmiennej lokalnej długości ξ :

$$z(x, t) = \int_0^L k(x, \xi) p(\xi, t) d\xi, \quad (36)$$

zgodnie z modelem Eulera-Bernoulliego. Funkcja k wiąże obciążenie rozproszone p po lokalnym położeniu ξ ze zmienną globalnego położenia x . Jako że rozpatrywane są drgania swobodne, obciążenie jest funkcją masy m wychylonej lokalnie o z :

$$z(x) = \omega^2 \int_0^L k(x, \xi) m(\xi) z(\xi) d\xi. \quad (37)$$

Nieciągłość polega w takim modelu na rozbiciu zagadnienia na dwie sumy w granicach od 0 do L_x (lewa strona) oraz od L_x do L (prawa strona) i przyjęciu granic całkowania z warunkiem sprężystym w granicy:

$$\frac{dz_l}{dx} - \frac{dz_p}{dx} = k_j M_j = \theta_j. \quad (38)$$

Warunek wyraża ciągłość ugięcia przez kąt θ_j otrzymywany przez moment spiętrzony M_j wykonujący pracę na sztywności łącznika k_j . Sztywność samego łącznika jest nieznaną, lecz może być obliczona na podstawie znanych stałych materiałowych lub wyznaczona eksperymentalnie na podstawie zmiany

⁴⁰ Grantu Short Term Scientific Mission pt. „Focused ion beam for modification of active cantilevers for high-speed metrology of 2D materials” w ramach Europejskiego Programu Współpracy w Dziedzinie Badań Naukowo-Technicznych (E-COST) w projekcie „Focused Ion Technology for Nanomaterials – FIT4nano”.

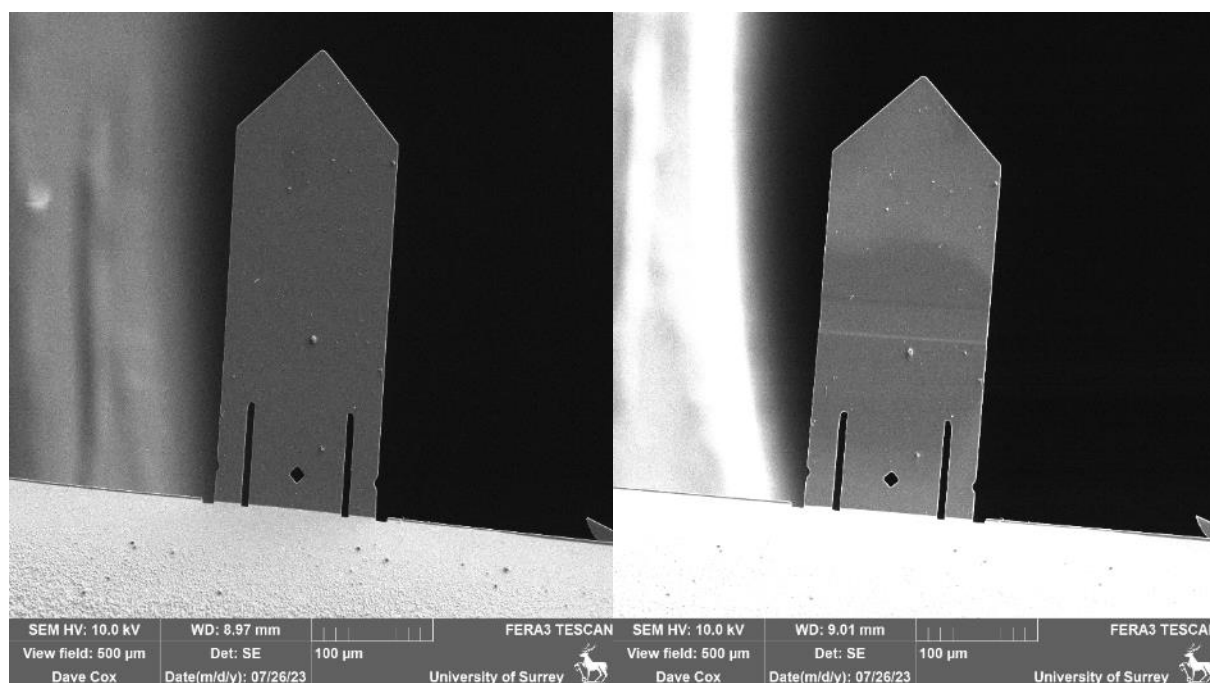
sztynności całego urządzenia. W oczywisty sposób łącznik posiada niezerową długość, wobec czego należy zmienić granice całkowania z wprowadzeniem dodatkowego warunku brzegowego w postaci zmiany wysokości ugięcia. Uproszczonym rozwiązaniem jest pominięcie długości łącznika w modelu analitycznym [299].

Określenie postaci drgań nowego urządzenia jest kwestią rozwiązania zagadnienia wartości własnych (ang. *eigenvalue problem*), czyli funkcjonału, którego rozwiązaniami są funkcje opisujące postaci własne. Dla oscylatora harmonicznego są to postaci drgań własnych. Zagadnienie wartości własnych wymaga opisu analitycznego, który na mocy interpolacji oddziaływań w układach mechanicznych przyjmuje postać następującą:

$$z(x) = \omega^2 \left(\int_0^{L_x} k(x, \xi) m(\xi) y(\xi) d\xi + \int_{L_x}^L k(x, \xi) m(\xi) y(\xi) d\xi \right). \quad (39)$$

Rozwiązania analityczne takiego równania zaprezentowane zostały m.in. przez [300].

Każdorazowe rozwiązywanie zagadnienia dla każdej modyfikowanej struktury jest niepraktyczne, wobec czego sporządzono model, w którym zagadnienie wartości własnych rozwiązywane jest numerycznie. Model wykonano w oprogramowaniu COMSOL Multiphysics. Rozwiązanie numeryczne posłużyło w pierwszej kolejności do wskazania właściwego miejsca dla wykonania podcięcia, następnie do przewidzenia wyników modyfikacji.



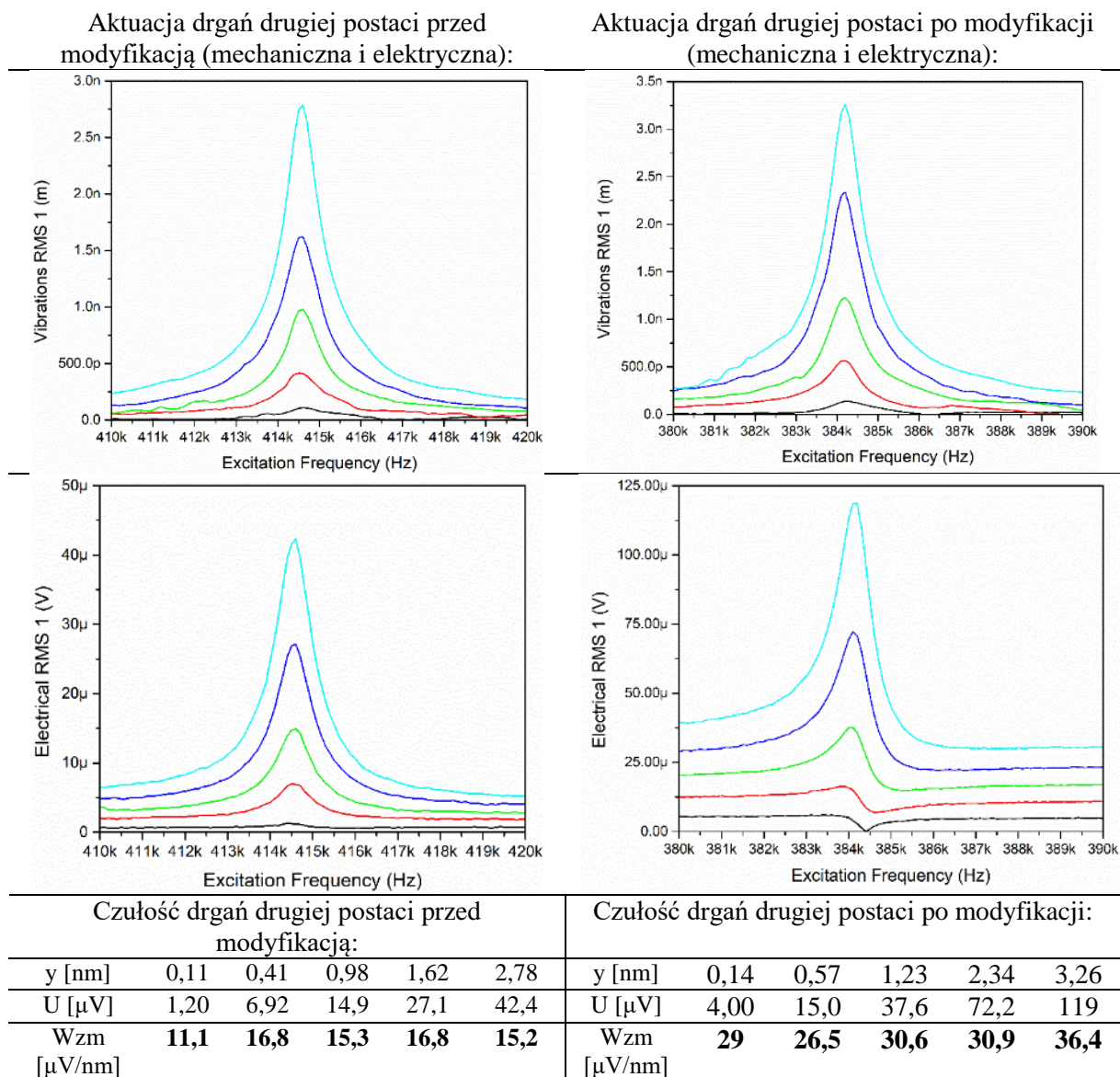
Rysunek 42. Aktywna belka piezorezystywna przed oraz po modyfikacji – widok od spodniej strony belki. Podcięcie zostało wykonane w pozycji podyktowanej symulacją MES. Obrazy wykonane na Uniwersytecie Surrey.

Celem optymalizacji było zwiększenie amplitudy drgań belki w drugim modzie rezonansowym, mierzonej na końcu (w punkcie najbardziej odległym od punktu utwierdzenia), oraz czułości elektrycznej belki. Modyfikowany MEMS był aktywną belką piezorezystywną, w której za detekcję wychylenia odpowiada wbudowany mostek piezorezystancyjny, którego czułość determinowana jest postacią ugięcia dźwigni. Wprowadzenie podcięcia może spowodować wzrost naprężeń w obszarze mostka, co wykazano w modelu numerycznym. Dla osiągnięcia takiego celu pożądane jest wykonanie podcięcia o jak największej możliwej głębokości. By jednak struktura pozostała funkcjonalna (nie uległa uszkodzeniu w wyniku zbyt niewielkiej wytrzymałości na zginanie) postanowiono jedynie dowieść reguły, wykonując podcięcie o głębokości 1 µm – 20% grubości belki (Rysunek 42).

Ostrożność była podyktowana niemożnością przewidzenia wpływu naprężeń wywołanych implantacją oraz amorfizacją materiału belki podczas obrazowania.

Dla porównania skutków modyfikacji wykonano charakteryzację właściwości belki za pomocą analizy szumu termomechanicznego oraz analizy drgań wymuszonych. Belka była aktuowana elektrotermicznie tymi samymi prądami. Zmodyfikowana struktura zmniejszyła sztywność z 16 do 14,3 N/m, co było oczekiwane, biorąc pod uwagę zmniejszoną grubość materiału. Amplituda drugiego modu drgań rezonansowych wzrosła jednak o ok. 20%, co dowiodło skuteczności modyfikacji.

Tabela 5. Porównanie właściwości dynamicznych belki – czułości dla aktuacji w drugim modzie przed modyfikacją oraz po modyfikacji za pomocą FIB. Dla tej samej mocy wymuszenia zaobserwowano niewielki (ok. 20 %) wzrost amplitudy aktuacji oraz znaczący (ok. 240 %) wzrost czułości dźwigni.

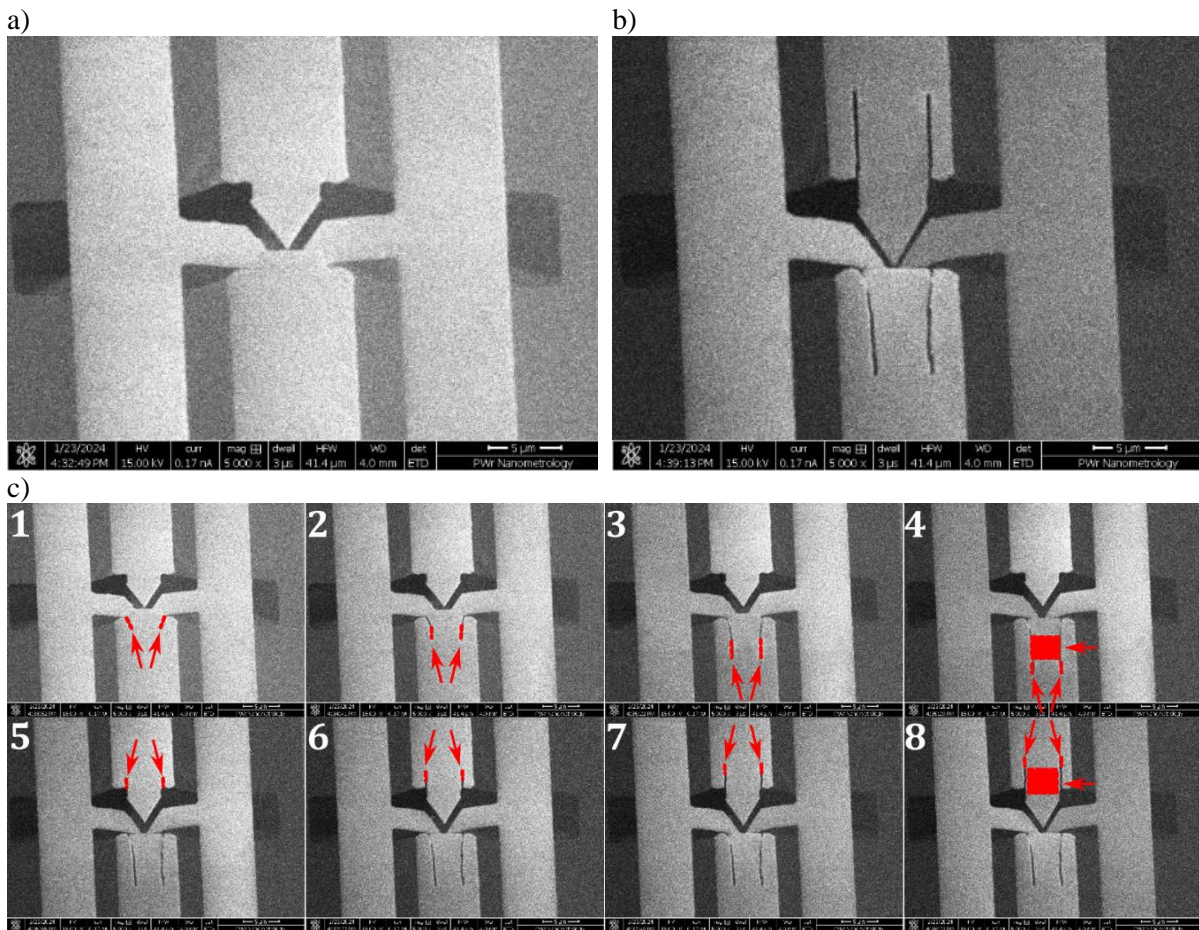


5.3.6. Odpuszczanie naprężeń za pomocą modyfikacji topologicznych

Wszystkie opisane dotąd metody wprowadzania i odpuszczania naprężeń dotyczyły elementu jednoosiowego, który (dla uproszczenia opisu) mógłby być przedstawiony w układzie dwuwymiarowym. Spiętrzenie naprężeń w wieloosiowym układzie wyężenia (np. membrane) prowadzi do powstania bardziej złożonych układów. Dopóki utrzymywana jest spójność struktury, dopóty jedynym problemem wynikającym ze złożonego charakteru naprężeń może być odkształcenie

płaszczyzny urządzenia. Naprężenia własne mogą jednak ulec spiętrzeniu i doprowadzić do samorzutnego uszkodzenia struktury, która nie została poddana zewnętrznemu obciążeniu niszczącemu.

Wielokierunkowe naprężenia własne objawiają się jednak w momencie, gdy nastąpi przerwanie spójności struktury, bo ta wówczas przyjmuje nową postać odkształcenia, odpowiadającą naprężeniom. Niekiedy możliwe jest sprowadzenie nowopowstałego problemu do przypadku jednowymiarowego – tak jest na przykład w przypadku belek jednostronnie utwierdzonych z asymetryczną belką odniesienia, gdzie każda z belek stanowi niezależną, a jednoosiową strukturę. Gdy jednak niemożliwe jest wyróżnienie podstruktury, wówczas zachodzi konieczność zmiany topologii urządzenia w celu kompensacji naprężeń wewnętrznych – stąd określenie modyfikacji topologicznych. Modyfikacje tego typu służące zmniejszeniu sztywności MEMS-ów – a więc odpuszczeniu naprężeń wewnętrznych – stosowane były już w rozwoju membran przez wprowadzenie zafalowania [301].



Rysunek 43. Modyfikacja topologiczna przyrządu dwuwymiarowego pokazana w zestawieniu przed (a) i po (b) modyfikacji. Jej przebieg zarejestrowano w ośmiu krokach (c), gdzie procesy cięcia i implantacji pozwoliły na wyrównanie wysokości elektrod w obszarze zainteresowania. Modyfikacje wprowadzane w każdym kroku oznaczone zostały śladami trawienia bądź obszarem implantacji. Obrazy wykonane podczas rutynowego procesu odpuszczania naprężeń w strukturze o wieloosiowym stanie wyciężenia.

Określenia „topologiczny” w kontekście materiałowym używa się wobec takiego odkształcenia sieci atomowej, które wprowadza zmianę w stanie energetycznym materiału – wobec tego istnieją topologiczne przewodniki, izolatory i półprzewodniki, które swoje właściwości zawdzięczają wyłącznie stanowi naprężeń własnych [302]. Nie należy mylić tych modyfikacji z topologią całych przyrządów *opMEMS*. Opisywane zmiany zmieniają topologię urządzenia w dwójnasób – po ich zastosowaniu możliwa jest zmiana liczby wymiarów, w których opisywane jest rozważane urządzenie. Topologiczne odpuszczanie naprężeń będzie działaniem prowadzącym do uproszczenia układu, tak by trójwymiarowy

stan wyteżeń był opisywalny uproszczonym modelem dwuwymiarowym; wprowadzanie naprężeń będzie działaniem odwrotnym.

Do opisu modyfikacji topologicznych konieczne jest zastosowanie modelu numerycznego, bowiem model analityczny byłby niezwykle złożony. Wizualizacja modelu numerycznego oraz rozkładu naprężeń pomaga ponadto w nabraniu intuicji dotyczących zachowania się urządzenia.

W ramach prowadzonych prac stosowano modyfikacje topologiczne belek dwustronnie mocowanych (Rysunek 43). W wyniku naprężeń poprzecznych dochodziło w nich do tzw. łódeczkowania, w wyniku czego elementy leżące w osi urządzenia posiadały sztywność większą, niżby wskazywała ich budowa. Rozwiązaniem w tej sytuacji zostało wytrawienie wiązką jonową przerw dzielących właściwą, leżącą osiowo strukturę przyrządową od osi naprężeń urządzenia. Tak spreparowany element można było rozpatrywać w istocie jako belkę jednostronnie zamocowaną, prowadząc jej modyfikacje omówionymi wcześniej metodami.

Prowadzenie modyfikacji topologicznych nie redukuje naprężeń wewnętrznych, ponieważ nie wpływa na strukturę materiału, powoduje jedynie zmianę miejsc koncentracji. Prowadzi to do wniosku, że możliwe jest doprowadzenie to takiej sytuacji, w której nadmierne naprężenie zostanie spiętrzone w zbyt małym polu przekroju i wywoła przerwanie struktury. Jest to w istocie jedno z zagrożeń.

5.3.7. Wytworzenie naprężeń za pomocą modyfikacji topologicznych

Tak jak możliwe jest odpuszczanie naprężeń przez zmianę ich koncentracji strukturze, w ten sam sposób możliwe jest ich wprowadzenie. Naprężenia obecne w strukturze mogą zostać spiętrzone, by doprowadzić do pożądanego odkształcenia jednego z elementów. Ogólny poziom złożoności wieloosiowego układu naprężeń własnych w połączeniu z niebezpieczeństwem zniszczenia urządzenia sprawia jednak, że niewiele jest możliwości doprowadzenia w kontrolowany sposób do takiej modyfikacji.

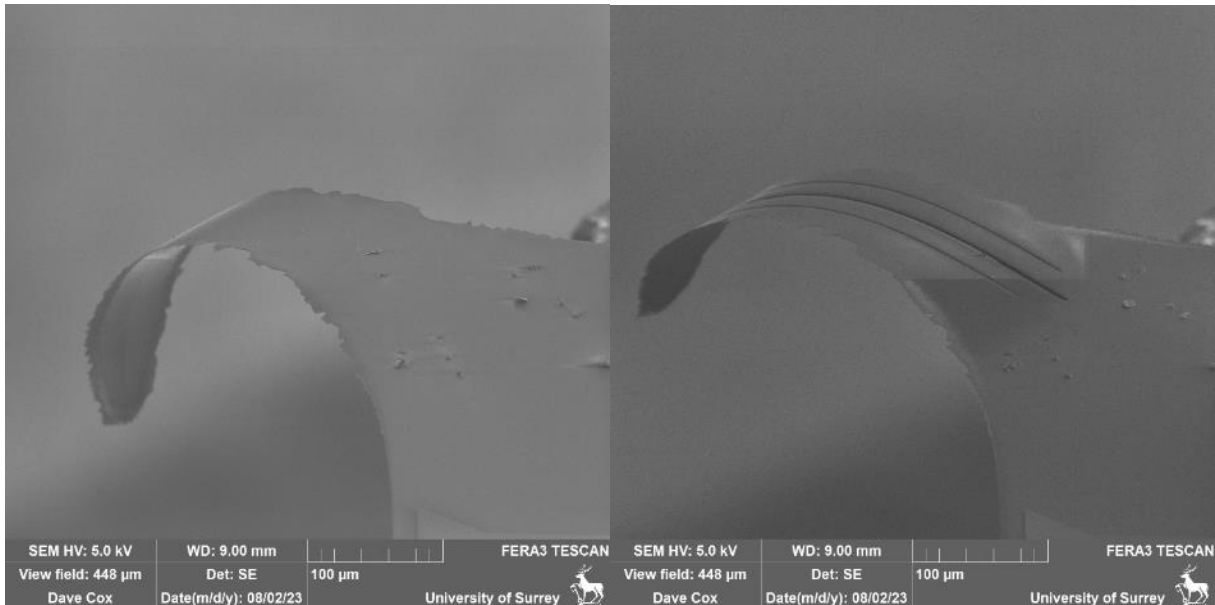
Modyfikacją topologiczną można doprowadzić do stanu złożonego stanu wyteżenia, który spowoduje modyfikację właściwości urządzenia poza wynikające ze stanu naprężeń własnych. Przykładem takiego stanu jest, wspomiane już, łódeczkowanie. Struktura planarna posiada sztywność wynikającą z momentu bezwładności przekroju względem osi neutralnej. Gdy następuje zmiana kształtu przekroju, wówczas przemieszczeniu ulega położenie osi neutralnej, więc i moment bezwładności. Jest to naturalna metoda wywołania usztywnienia cienkiej struktury planarnej, intuicyjnie stosowana od długiego czasu w pokryciach powierzchni płaskich. Równowagę pomiędzy jednostronnie zamocowaną, usztywnianą przez łódeczkowanie belką a jej ugięciem powodowanym ciężarem własnym opisał Dominik Vella w publikacji [265]. Uważam, że o wiele bardziej intuicyjnym określeniem od bezpośredniego tłumaczenia „sztywności wynikającej z krzywizny” (ang. *curvature-induced rigidity*) jest nazwa „*efekt pizzy*”, zaproponowana również przez dr. Vellę.

W płaskich układach *opMEMS* możliwe jest wywołanie łódeczkowania przez wprowadzenie symetrycznego, osiowego naprężenia. Naprężenie może być wywołane dowolną z metod. Eksperyment przeprowadzono z wykorzystaniem wiązki jonów ksenonu, ponieważ dowiedziono jej użyteczności w dynamicznym procesie uginania mikrostruktur. Prowadzono modyfikację wiązką w osi struktur wstępnie ugiętych oraz o niezmiennym kształcie.

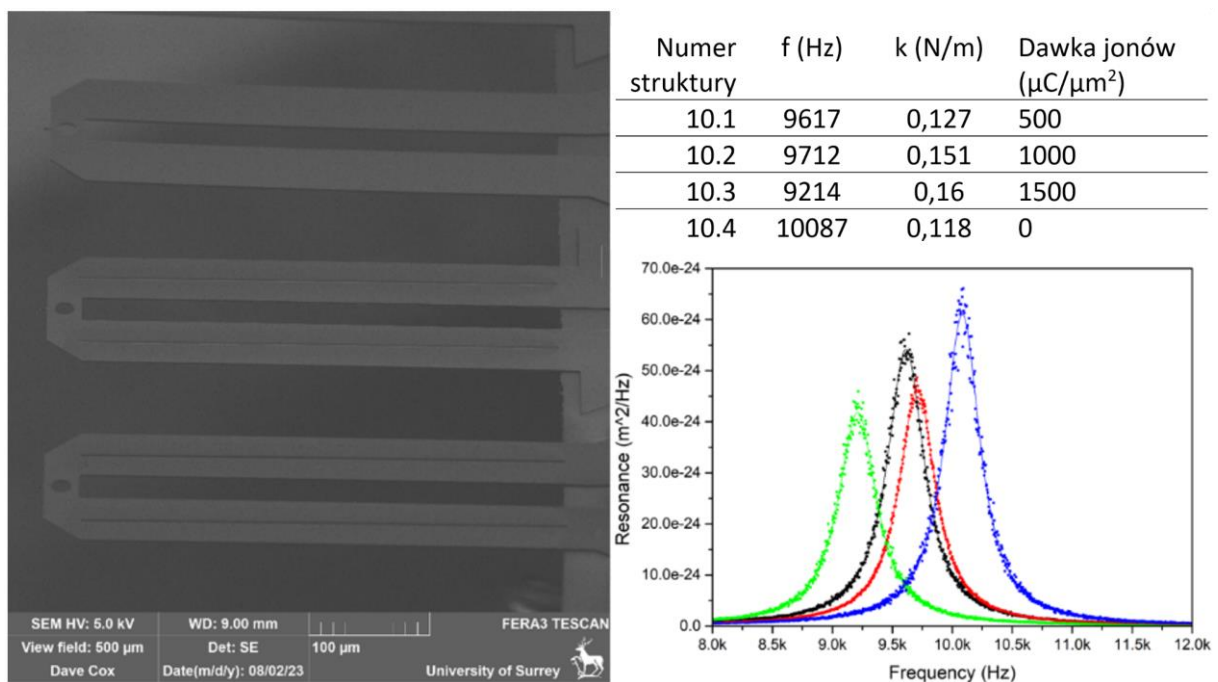
Struktury wstępnie ugięte składały się z SiO₂ (warstwy BOX w półprodukcie SOI), ugiętego w wyniku występowania naprężeń własnych. Pogłębianie śladu trawionego jonami, powodowało prostowanie struktury, co mogło być efektem modyfikacji topologicznej lub powstania naprężeń ściskających w wyniku powierzchniowej amorfizacji lub implozji jam gazowych (Rysunek 44). Dla wykazania, które ze zjawisk w istocie zachodzi, proces zakończono wykonaniem rozcięcia w strukturze, co spowodowało ponowne zwiększenie ugięcia. Rozcięcie zniwelowało bowiem sztywność powstałą topologicznie.

Drugi eksperyment przeprowadzono na belkach krzemowych, bez obecności ugięcia wstępnego. Modyfikację jonami przeprowadzono w osi urządzenia, dla każdej z testowanych belek stosując inną dawkę jonów, co powinno doprowadzić do zróżnicowania w powstałym ugięciu poprzecznym, a zatem

w sztywności struktury. Następnie wykonano analizę szumu termomechanicznego, której wyniki pokazały, że w istocie największą sztywnością cechowała się belka o największym naprężeniu poprzecznym, czyli największym stopniu zniekształcenia przekroju (Rysunek 45).



Rysunek 44. Przykład naprężenia – usztywnienia belki przez wprowadzenie poprzecznych naprężeń ściskających przez wzdłużne oddziaływanie wiązką jonów. Efektem procesu jest kompensacja powstałego samoistnie ugięcia. Obrazy wykonane na Uniwersytecie Surrey.



Rysunek 45. Eksperyment mający na celu wykazanie usztywniania belki przez celowe wprowadzenie „łódeczkowania”. Cztery identyczne struktury poddano modyfikacji wiązką jonów, przy czym jedna pozostała obiektem odniesienia. Wykonane następnie wyznaczenie sztywności przez pomiary szumu termomechanicznego wykazały korelację pomiędzy sztywnością a procesem modyfikacji. Obrazy wykonane na Uniwersytecie Surrey.

5.4. Podsumowanie rozdziału

W rozdziale 5. przedstawiono techniki poprawy przyrządów wykonanych w klasycznej technologii, wprowadzonej w rozdziale 3. Przyrządy *opMEMS* bez szczegółowych modyfikacji prowadzonych w nanoskali nie spełniłyby swojego podstawowego zadania – integracji nanostruktur. Z pewnością możliwym jest wykonanie takiego projektu, który nie będzie wymagał korzystania z wyrafinowanych metod modyfikacji w nanoskali, jednak jest to zagadnienie optymalizacyjne dla technologa. W jednostkowych, nowatorskich pomiarach stosowanie opisanych powyżej narzędzi jest koniecznością.

Nie wszystkie metody opisane powyżej są wykorzystywane w każdym urządzeniu, jednak ich pełen przekrój pozwala na wykorzystanie przyrządów *opMEMS* znacząco odbiegających od założonych parametrów. Należy jednak pamiętać, że nie jest możliwe przeprowadzenie dostosowania każdego urządzenia. Przedstawione powyżej metody, w szczególności wszelkie modyfikacje prowadzone wiązką jonów, mają nieodwracalny wpływ na struktury. Stąd raz zmodyfikowane i dostosowane do pomiaru urządzenie, jest już temu zadaniu poświęcone.

6. Metrologia struktur NEMS

Możliwe jest badanie nanostruktur metodami innymi niż *opMEMS*. Do tego celu wymagane jest wykorzystanie metod pomiarowych o rozdzielczości wystarczającej do ujęcia pojedynczej struktury o wymiarach nanometrycznych. Rozważać przy tym należy nie tylko rozdzielczość przestrzenną, ale też rozumianą w sensie pomiarowym ujętym we wstępie – energetyczną. Jeżeli bowiem pomiar wymaga energii większej, niż zgromadzona przez urządzenie, wówczas jest nierealizowalny.

W tym rozdziale przedstawione zostaną wyniki charakteryzacji nanostruktur i przyrządów NEMS wykonane nie za pomocą projektowanych przyrządów pomiarowych, ale właśnie za pomocą „klasycznych” metod pomiarowych. Ich prezentacja ma na celu ukazanie kontrastu pomiędzy złożonością tych metod, a zaprezentowanymi w następnych rozdziałach pomiarami wykonywanymi za pomocą *opMEMS-ów*.

Rozwojowi tych technik również poświęcono część czasu realizacji prac opisanych w rozprawie rozprawy, usprawniając je przez wprowadzenie funkcjonalnych podłoży testowych. Bez ich zastosowania, prowadzone pomiary byłyby niemożliwe do wykonania.

6.1. Narzędzia metrologii struktur NEMS

Znane są rozliczne metody pozwalające na badanie warstw o grubościach nawet mniejszych niż nanometry. Ich zbiór kurczy się jednak, gdy wprowadzane są dodatkowe ograniczenia wymiarowe. Do wykonywania pomiarów pojedynczych struktur o dwóch lub trzech ograniczonych nanometrycznie wymiarach, konieczne jest zastosowanie metody o nanometrycznej rozdzielczości przestrzennej.

Zbiorem metod wystarczająco precyzyjnych jest mikroskopia bliskich oddziaływań (ang. *scanning probe microscopy*, SPM, w wolnym tłumaczeniu – mikroskopia z sondą skanującą). Wspólnie obie nazwy – polska i angielska – oddają w pełni istotę SPM, którą jest wykrywanie bliskich (rozumiane intuicyjnie) oddziaływań za pomocą sondy lokalizowanej w przestrzeni próbki. Bliskie oddziaływania rozpięte są poprzez kilka rzędów wielkości i rozmaite mechanizmy fizyczne – od subnanometrycznego tunelowania elektronów w mikroskopii tunelowej (ang. *scanning tunneling microscopy*, STM) po oddziaływania termiczne o mikrometrycznym zasięgu w mikroskopii pola termicznego.

Pomiary SPM mogą być prowadzone w trybie wyłącznie odczytu oddziaływania lub w pętli sprzężenia zwrotnego. Pierwszy rodzaj pomiarów nie różni się zasadniczo od makroskopowych pomiarów współrzędnościowych – to jest dla znanej pozycji nad powierzchnią (w przestrzeni) odczytywany jest poziom oddziaływania. W układzie sprzężenia zwrotnego utrzymywany jest stały poziom oddziaływania, co jest zapewniane przez układ automatycznej regulacji. Sprzężenie zwrotne musi mieć wpływ na tę zmienną w układzie, która determinuje poziom oddziaływania. Jeżeli zmiana tej wielkości jest kontrolowana w sposób spójny pomiarowo, wówczas i cały pomiar można uznać za metrologiczny.

Rodzina SPM obejmuje badania wielu wielkości fizycznych w nanoskali, przy czym metody pomiaru mogą być rozdzielne w realizacji technicznej. Stwarza to pole do integracji w tak zwanej mikroskopii korelacyjnej [303]. Ideą jest równoczesne i równoległe prowadzenie pomiarów wielu wielkości fizycznych. Tego typu badania obejmują między innymi mikroskopię przewodnościową (ang. *conductive atomic force microscopy*, C-AFM), mikroskopię rozkładu rezystancji (ang. *scanning spreading resistance microscopy*, SSRM) czy wymienianą już SThM. W każdej z wymienionych metod prowadzony jest pomiar jakiejś wielkości przy jednoczesnym pomiarze topografii w pętli sprzężenia zwrotnego, którego prowadzenie jest kluczowe dla niezmienności warunków pozostałych pomiarów. Istnieją również mniej zaawansowane rozwiązania techniczne, w których próbka jest badana pod kątem różnych oddziaływań nierównoległe, jak również takie, w których stosowana jest większa liczba modułów [304].

Wykorzystuje się również wsparcie oraz synergii z innymi metodami obrazowania, jak choćby mikroskopią optyczną czy elektronową [305,306]. To ostatnie połączenie jest szczególnie atrakcyjne badawczo, ponieważ zalety SEM są komplementarne do zapewnianych przez SPM. Dobrze prezentują

to autorzy [307] przez zastosowanie mikroskopii korelacyjnej do badania obiektów mikrobiologicznych. Istotnym zastosowaniem korelacyjnej SPM jest badanie wszystkich zjawisk, na które składa się więcej niż jedno oddziaływanie – w tym istotnych technologicznie przetworników energii. Do przykładów należy badanie radialnych nanozłączy fotowoltaicznych, w których wytwarzany fotoprąd zależy od pozycji w objętości złącza oraz natężenia oświetlenia. Układ do korelacyjnej mikroskopii został przez autora złożony z systemu C-AFM oraz adekwatnie zaprojektowanego oświetlacza. Wykonane pomiary pokazały wyraźną zależność fotoprądu (a zarazem – fotorezystancji) od warunków pomiaru w przestrzeni próbki. Wyniki tych pomiarów są przedmiotem publikacji „*Novel approach to photocurrent atomic force microscopy mode for testing and study of solar cells based on radial junction silicon nanowires in air conditions*” obecnie recenzowanej w czasopiśmie Measurement.

W pomiarach wielu wielkości konieczne jest wytworzenie gradientu oddziaływania – czy będzie nim siła, czy pole elektryczne – którego efekt zostanie zaobserwowany w pomiarze. Wymaga to zastosowania wielopunktowego przyrządu pomiarowego lub specjalizowanego podłoża, które posłuży za doprowadzenie sygnału, o czym szerzej mowa będzie w kolejnym podrozdziale. W tym względzie metody SPM przejawiają pewne ograniczenie. Nieliczne są prace, w których zaprezentowano wielosondowe pomiary SPM, aczkolwiek istnieją rozwiązania, w których zastosowano nawet do kilkudziesięciu równoległe pracujących sond [308]. Wiele z tych rozwiązań wykorzystuje jednak sondy umieszczone w stałych względem siebie pozycjach, co samo w sobie jest rozwiązaniem pozwalającym na zrównoleglenie pomiaru, zarazem więc jego przyspieszenie – czyni jednak metodę mało uniwersalną w kontekście wielopunktowego badania nanostruktur⁴¹. Istnieją nieliczne doniesienia o wielopunktowym pomiarze SPM z sondami niezależnymi, należy je jednak określić jako eksperymentalne [309,310]. Nie odnaleziono doniesień literaturowych o korelacyjnej SPM z sondami niezależnymi, a uwzględniając poziom złożoności obu zagadnień należy przewidywać, że stworzenie takiego systemu wymagałoby znacznego nakładu pracy.

W roli wielopunktowego, choć nie tak precyzyjnego narzędzia odnajdują się nanomanipulatory. Wspominane już w kontekście transferu nanostruktur, mogą również służyć do definiowania pól i przemieszczeń w nanostrukturach. Możliwa jest integracja wielu tego typu sond, by pełniły rozmaite role w układzie⁴². Wykorzystano to między innymi w badaniach nanodrutów piezorezystywnych, gdzie dwa manipulatory posłużyły do wykonania kontaktu elektrycznego ze strukturą w celu pomiaru rezystancji, trzeci natomiast służył do wywołania przemieszczenia wózka, do którego utwierdzony był piezorezystywny nanodrut. Wyniki wykonanej w ten sposób charakteryzacji zostały przedstawione na konferencji MNE 2023, są również przedmiotem pracy zgłoszonej do czasopisma Advanced Materials Technologies.

Nanomanipulatory nie są pozbawione wad, z których najpoważniejszą jest ograniczona kontrola nad ruchem. Najlepsze z urządzeń posiadają rozdzielczość położenia poniżej jednego nanometra, jednak nie powtarzalność; ponadto jest to rozdzielczość w stanie ustalonym. Kompromisem pomiędzy precyzją a zakresem ruchu są metody napędu nie pozwalające na bezpośrednie odniesienie położenia. Stosowane są rozwiązania realizacji ruchu przez liniowe napędy elektromagnetyczne oraz kroczące napędy piezoelektryczne – żaden z nich nie pozwala na wiarygodną kontrolę położenia. Sprawia to, że zarówno przemieszczenie, jak i wielkości wynikowe (np. siła nacisku efektora) nie mogą być spójne pomiarowo, zazwyczaj nie są nawet dokładnie znane. Konieczna jest więc stała kontrola wizualna przez mikroskop o odpowiednim powiększeniu i głębi ostrości – standardem jest stosowanie nanomanipulatorów wprost w komorze mikroskopu SEM (*vide* – układ LiS). Znaczna długość ramienia nanomanipulatora sprawia

⁴¹ Można jednak wyobrazić sobie podłoże z detalami o interwale dobranym tak, by pasował do pomiaru sondą potrójną, z dwiema sondami odpowiadającymi za generację gradientu pola na detalach oraz trzecią – właściwą pomiarową. Byłby to wówczas całkiem uniwersalny system pomiarowy, pod warunkiem umieszczenia nanostruktur precyzyjnie pomiędzy detalami – *vide* podłoże typu trzeciego, czyli muszki.

⁴² Firma Kleindiek Nanotechnik posiada w swojej ofercie stacje diagnostyczne integrujące do ośmiu nanomanipulatorów (produkt PS8e), nie istnieje zaś zasadnicze górne ograniczenie liczby równoległe operujących urządzeń. W omawianych zastosowaniach ciężko jednak znaleźć zastosowanie nawet dla ośmiu z nich, a standardowo nie są konieczne więcej niż trzy.

również, że położenie – choć zadawane z deklarowaną precyzją – nie jest osiągnięte przez efektor z powodu oddziaływań nań wywieranych. Najbardziej charakterystycznym efektem jest „przeskakiwanie” lub „sprężynowanie” nanomanipulatora pozostającego pod obciążeniem. Istotna jest również bezwładność ramienia, bowiem powodować może samorzutne wzbudzenie drgań po wykonaniu kroku. Opisane efekty sprawiają, że nanomanipulatory nie dorównują metodom SPM w operacjach wykonywanych bezpośrednio na nanostrukturach, znajdują jednak zastosowanie w układach większej skali, na przykład specjalizowanych podłożach.

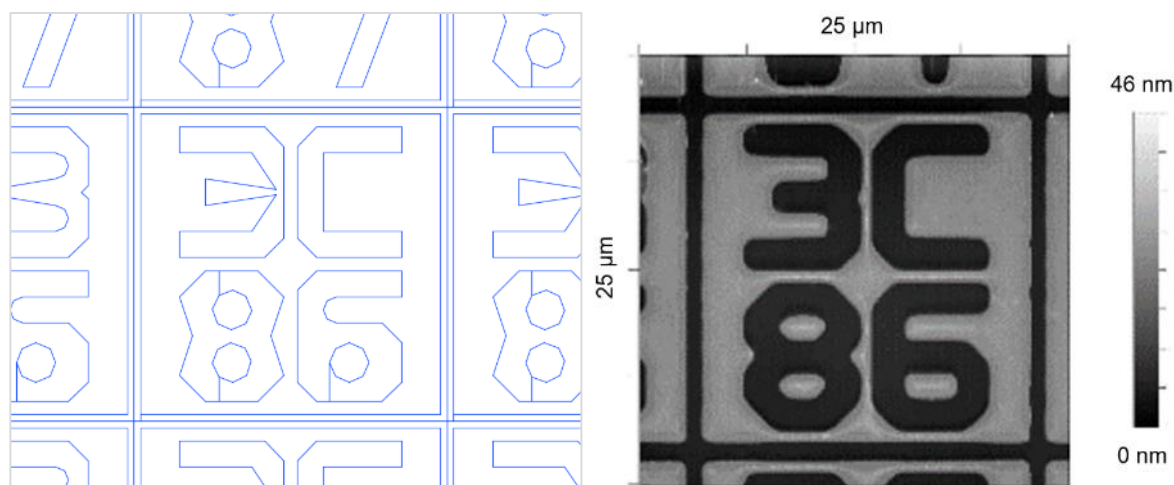
Nanomanipulacja oraz SPM pryncypialnie nie wykluczają się nawzajem ze stosowania w jednym układzie, jednakże istnieją pewne utrudnienia techniczne. Konieczne jest zastosowanie przystosowanej konstrukcji obu urządzeń, bez której doprowadzenie obu do obszaru zainteresowania na podłożu nie będzie możliwe. W przedstawiony w rozprawie układach niestety nie było takiej możliwości.

6.2. Podłoża metrologii struktur NEMS

Przedstawione w poprzednim podrozdziale narzędzia wymagają bezpośredniego dostępu do wyekstrahowanego pojedynczego egzemplarza nanostruktury. Na podłożach technologicznych jest to sytuacja rzadko osiągnięta. W rzadkich przypadkach, gdy technologia procesu pozwala na taką sytuację, wciąż zachodzi ograniczenie kierunku, w jakim posadowiona jest nanostruktura. Konieczne jest więc przetransportowanie nanostruktury w odosobniony obszar zainteresowania.

Wybór obszaru zainteresowania zależy wyłącznie od charakteru wykonywanych badań. Odpowiednio zaprojektowana topografia powierzchni umożliwia takie umieszczenie nanodrutów, że będą podatne na obciążenia generowane przez sondę pomiarową. Umieszczenie w obszarze zainteresowania kontaktów elektrycznych pozwala na ustalanie pól elektrycznych i prądów, grzejnika – sterowanie temperaturą obiektu.

Dla pomiarów korelacyjnych wykorzystujących posiadane systemy C-AFM oraz SThM, konieczne było zaprojektowanie podłoży pozwalających na pomiary wszystkich trzech zjawisk. W najprostszej wersji, podłoża integrowały wyłącznie detale topologiczne wykonane w warstwie SiO₂ na krzemowym podłożu. Wysokość detali była zmienna – od 20 nm do 1,5 μm. Zależała od docelowego zastosowania. Najniższe struktury były wykorzystywane jedynie do wiarygodnej lokalizacji nanostruktur pomiędzy narzędziami badawczymi; najwyższe struktury posiadały detale o rozmaitych geometrycznych kształtach, przygotowane do umieszczania nanostruktur. Wykonano łącznie pięć serii podłoży.



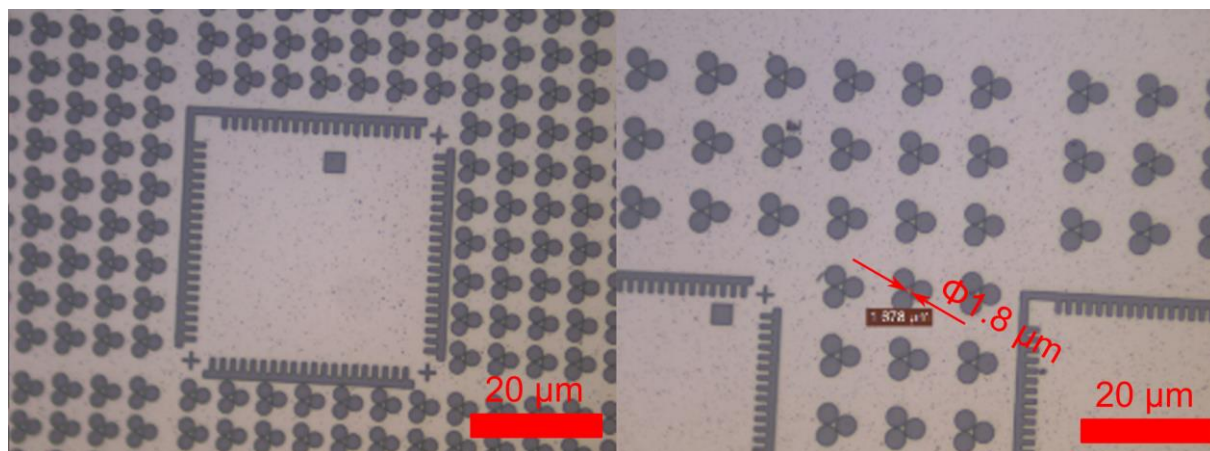
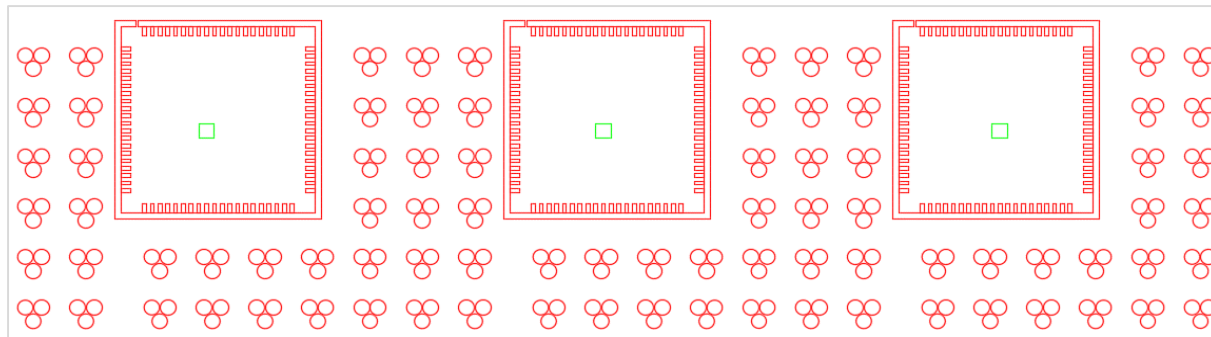
Rysunek 46. Projekt technologiczny maski oraz obraz AFM gotowego podłoża typu pierwszego w modyfikacji po współpracy z NPL. Projekt i obraz AFM wykonane przez autora.

Pierwsze podłoża powstały w oparciu o wcześniejszy projekt dr. inż. Krzysztofa Gajewskiego. Posiadały otwory okrągłe o średnicach od 2 do 40 μm. Ich pierwotnym zastosowaniem było

wytwarzanie zawieszonych membran z materiałów dwuwymiarowych. To zastosowanie dr inż. Krzysztof Gajewski opisał dokładnie w swojej rozprawie doktorskiej. Detale były wytworzone w procesie DRIE warstwy SiO₂ na głębokość 1 μm, do odsłonięcia warstwy krzemu. Wprowadzona modyfikacja polegała na redukcji liczby szczegółów oraz próbie zmniejszenia wymiarów powierzchniowych detali. Ważnym elementem podłoża była siatka koordynacyjna dzieląca podłoże na kwadratowe sekcje z interwałem 50 μm opisane w wierszach i kolumnach liczbami w zakresie 00-99. Cyfry były wysokie na 10 μm, wystarczająco by możliwe było dojrzenie ich pod mikroskopem optycznym o powiększeniu 50x.

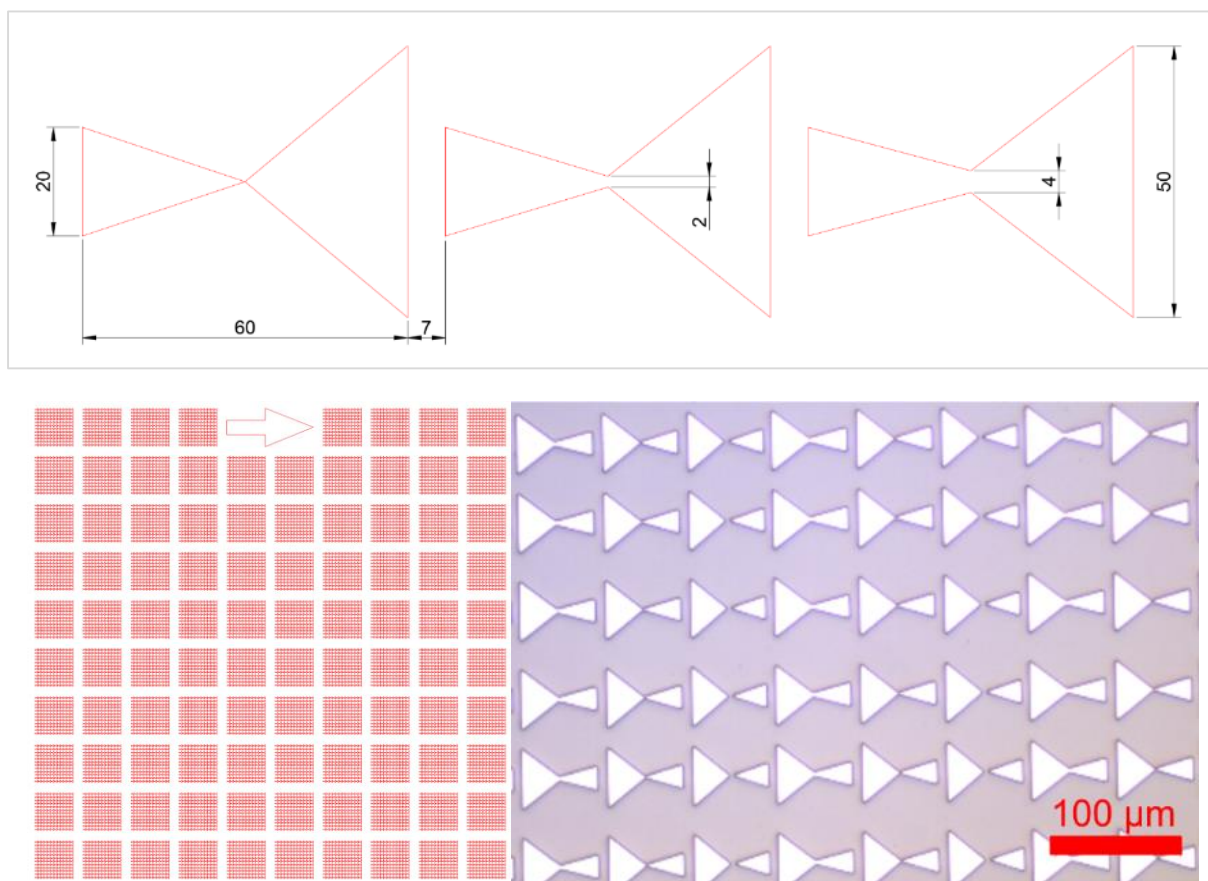
Pewną modyfikacją typu pierwszego były struktury koordynacyjne (Rysunek 46) wypracowane w ramach współpracy z dr. inż. Andrew Yacotem z NPL (ang. *National Physical Laboratory*). Zaproponowane przez niego podłoża składały się wyłącznie z macierzy koordynacyjnej w oznaczeniu heksadecymalnym o interwale 24 μm. Podłoże pełni rolę struktury do kalibracji ustawienia pola roboczego, jednak może być wykorzystane również do umieszczenia nanostruktur. Przedmiotem modyfikacji było zaproponowanie takiej formy znaków, by same przez się pełniły rolę detali do posadowienia nanostruktur. Zmodyfikowane znaki wciąż są możliwe do wyraźnego odczytania, zaś wprowadzone detale o znanych wymiarach przydają podłożu aspektu użytkowego.

Drugi typ podłoży (Rysunek 47) powstał na bazie pierwszego, wprowadzono jednak liczniejsze zmiany. Pozostawiono topologię siatki szczegółów. Zmieniono jednak symbole koordynacyjne – zrezygnowano z oznaczenia cyfrowego, wykorzystano natomiast symboliczne w postaci miniaturowej siatki koordynacyjnej z kroczącym znacznikiem położenia. Takie rozwiązanie znacznie uprościło model cyfrowy maski. Detale powierzchniowe również zostały zmienione w celu zmniejszenia ich wymiarów. Ograniczeniem wymiaru podstawowego pozostało wciąż kryterium interferencyjne, uniemożliwiające wierne odwzorowanie szczegółów poniżej 1 μm (według deklaracji producenta), wobec czego postanowiono spróbować resztkowej definicji detalu. Wzory zdefiniowano jako minimalnej wielkości okręgi ułożone na wierzchołkach trójkąta równobocznego.



Rysunek 47. Projekt technologiczny maski oraz obraz z mikroskopu optycznego gotowego podłoża typu drugiego. Projekt i obrazy wykonane przez autora.

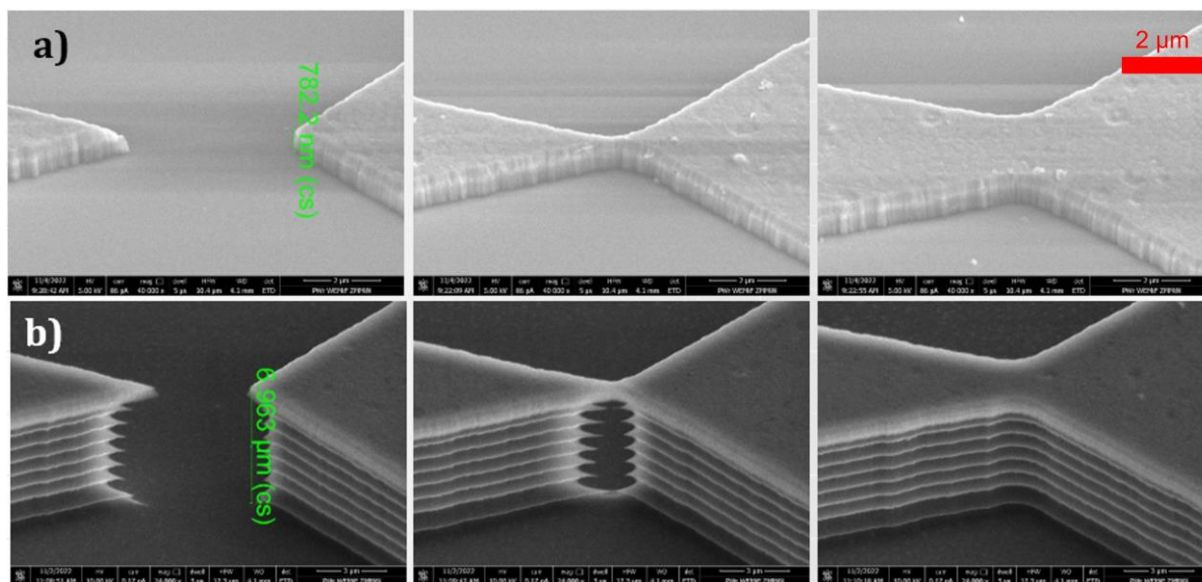
Wobec nieznanego wymiaru nadatku materiału koniecznego do uwzględnienia przy fotolitograficznym odtworzeniu wzoru, okręgi ułożone zostały w różnych odległościach, przy założeniu, że od pewnej maksymalnej odległości, dopełnienie obszaru pomiędzy okręgami pozostanie odrębnym występem. Istnieć mogła również pewna minimalna odległość, dla której doszłoby do całkowitego strawienia dopełnienia. Zdołano w ten sposób wytworzyć detale o mniejszych średnicach, choć nie perfekcyjnie koliste. Część powierzchni poświęcono również na kliny o różnych długościach i kątach rozwarcia. Ustalono w ten sposób, jaki najmniejszy promień detalu można efektywnie uzyskać w procesie technologicznym. Jego głównym ograniczeniem było błyskawiczne (w relacji do normalnego tempa procesu) trawienie powstałego naroża. Jednocześnie uzyskano maksymalnie smukłe detale do umieszczania na nich nanostruktur. Ten typ podłoży wykonano ze 100 nm warstwy glinu na SiO_2 oraz 100 nm warstwy glinu na 1 μm warstwie SiO_2 na krzemie.



Rysunek 48. Projekt poglądowy trzech podstawowych kształtów muszek, projekt technologiczny maski, a także obraz gotowego podłoża typu trzeciego z mikroskopu optycznego. Wymiary niemianowane wyrażone są w mikrometrach. Projekt i obrazy wykonane przez autora.

Trzeci typ podłoży (Rysunek 48) zawierał tak zwane muszki – struktury wykonane na bazie dwóch naprzeciwległych trójkątów równoramiennych, których wierzchołki pozostawały połączone. Na bazie doświadczenia wyciągniętego z wykonania klinów z podłoży typu drugiego, dobrano odległości tak, by uzyskać detale trzech typów: muszki zwarte, na granicy rozwarcia oraz rozwarte. Materiały i ich wysokości były takie same, jak w podłożach typu drugiego, przy czym zastosowano również modyfikację w postaci trawienia selektywnego podłoża krzemowego metodą Boshu. Podłoża zwarte wykazały przewężenie o szerokości mniejszej, niż wykazywana przez poprzednio wykonane zakończenia klinów – jak powinno zająć przy braku naroża. Kliny pozostające na granicy rozwarcia posiadały przewężenie o jeszcze mniejszej szerokości, co jednak istotniejsze, dla detali dwumateriałowych – metalu na SiO_2 – zdołano wykonać przerwanie w warstwie podłożowej, przy

pozostawionym metalicznym mostku (Rysunek 49). Dzięki temu możliwe było, jak w przypadku *opMEMS-ów*, wykonanie rozcięcia FIB o kontrolowanej szerokości bez wprowadzenia zwarcia elektrycznego przez domieszkowanie krawędzi. Detale od razu rozwarte pozwalały natomiast na umiejscawianie dłuższych nanostruktur. Dzięki temu, że wierzchnia warstwa detali była metalem, było to pierwsze podłoże dostosowane do pomiarów mechanicznych i elektrycznych. Wymaga to jednak doprowadzenia sygnału elektrycznego do mikrometrycznych rozmiarów kontaktów elektrycznych, co jest możliwe do zrealizowania wyłącznie parą sond.

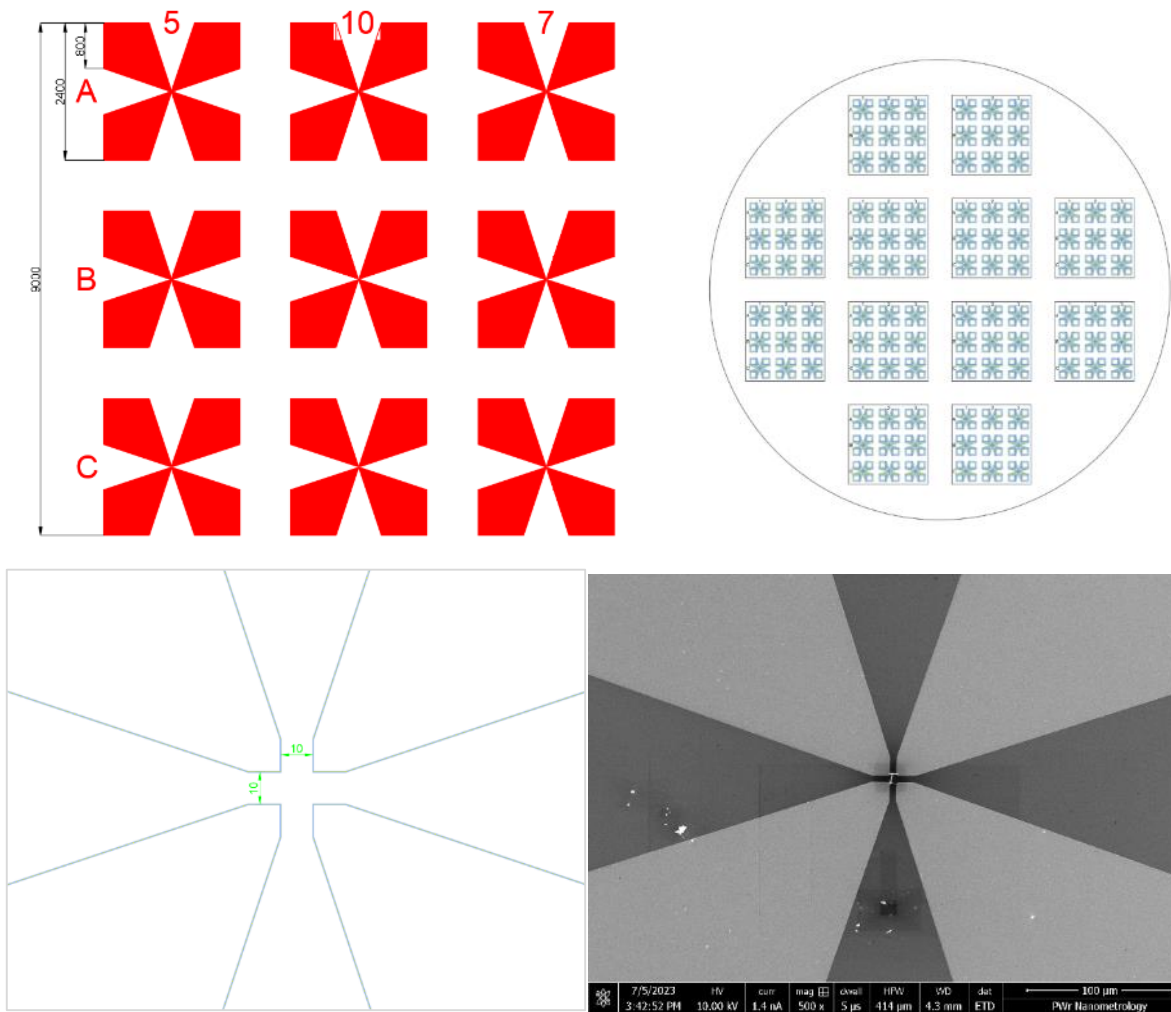


Rysunek 49. Różnica w kontaktach metalicznych podłoża typu trzeciego wykonanych jak podłoża typu drugiego (a) oraz pogłębianych metodą Bosha (b). Obrazy SEM prezentują wszystkie trzy podstawowe kształty muszek oraz przetrawienie podłoża krzemowego w środkowej szerokości, pozwalające na nieprzewodzące rozwarcie wiązką jonów. Obrazy umieszczone dzięki uprzejmości mgr inż. Eweliny Gackiej, przedstawione w podsumowaniu dokonań Katedry Nanometrologii jako partnera projektu Nanowires (*vide* – przypis 31).

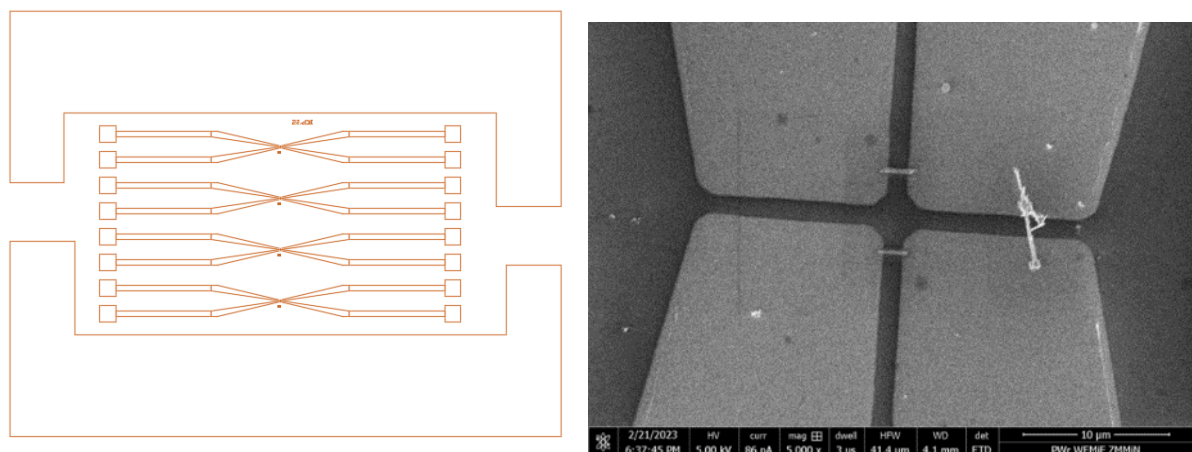
Ostatnie dwa typy struktur zostały zaprojektowane z myślą o wyeliminowaniu konieczności stosowania nanomanipulatorów. Głównym celem zostało więc takie zaplanowanie kształtu obszaru zainteresowania, by wyprowadzone zeń kontakty elektryczne były dostępne makroskopowo. Limituje to liczbę dostępnych obszarów zainteresowania.

Podłoża typu czwartego (Rysunek 50) zostały zaprojektowane wraz z mgr inż. Adrianną Piejko i dr. hab. inż. Damianem Pucickim. Obejmowały dziewięć obszarów zainteresowania, każdy z nich integrujący cztery kontakty metaliczne – platynowe lub złote, powstały bowiem dwie realizacje. Obszary ułożone były w siatkę 3x3 i różniły się dystansem pomiędzy kontaktami od 3 do 10 μm . Istotną cechą, konieczną dla innych wykonywanych badań a tylko korzystną dla planowanego zastosowania montażu nanostruktur było zrównanie poziomu kontaktów metalicznych z izolatorem – SiO_2 . Zabieg ten sprawił, że nie dochodziło do zawieszenia montowanych nanostruktur. Ułożenie kontaktów sprawiało, że – by doprowadzić zewnętrzny sygnał elektryczny – konieczne było zwarcie części z nich, co efektywnie redukowało liczbę wykorzystywanych jednocześnie obszarów zainteresowania w pomiarach SPM.

Piąty typ podłoża (Rysunek 51) został zaprojektowany w technologii spójnej z *opMEMS*. Wykonane zostały poczwórne platynowe kontakty, również czterokrotne, o wysokości 40 nm z przerwami 2, 3, 4 i 5 μm . Spójność z *opMEMS* sprawia, że możliwe było zastosowanie tych samych podstawek montażowych PCB. Dzięki temu typ piąty pozwalał na bezobsługowe pomiary SPM oraz na pomiary elektryczne nanostruktur wewnątrz systemu LiS.



Rysunek 50. Projekt poglądowy oraz technologiczny podłoża typu czwartego – całej maski i samego obszaru zainteresowania, a także obraz SEM pojedynczego obszaru zainteresowania. Wymiary niemianowane wyrażone zostały w mikrometrach. Obrazy autora.



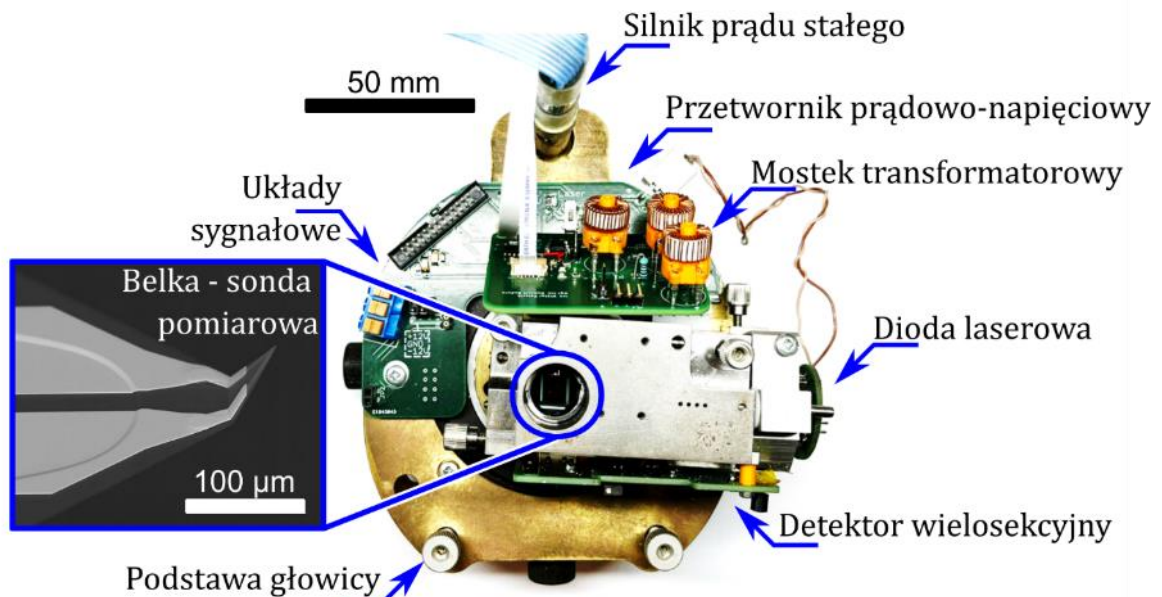
Rysunek 51. Projekt technologiczny maski oraz obraz SEM obszaru zainteresowania podłoża z zamocowaną nanostrukturą – nanodrutem ZnO. Obrazy autora.

6.3. Wykorzystane narzędzia

Do wykonania pomiarów wykorzystano narzędzia oraz podłoża wedle projektu autora. Narzędziami pomiarowymi były głowice mikroskopów korelacyjnych. Głowice zostały zaprojektowane oraz uruchomione przez autora. Chronologicznie pierwsza z nich, model „Tango”, została przystosowana do kontaktowych pomiarów C-AFM (Rysunek 52); druga z nich, model „Bismarc”, znalazła zastosowanie w pomiarach SThM oraz AFM.

Głowice zaprojektowano w układzie ruchomej próbki. Za realizację ruchu odpowiadają dwa wymienne trójosiowe stoliki piezoelektryczne: Nano-MET3 oraz Nano-HS3M firmy Mad City Labs. Stoliki pozwalają na ruch w zakresach – odpowiednio – 50 μm w płaszczyźnie i 5 μm w pionie oraz 10 μm w płaszczyźnie i 5 μm w pionie z rozdzielczościami poniżej 20 pm.

Mocowanie sondy nad próbką zrealizowane jest przez wymienny uchwyt w standardzie „kotwica” albo złącze microSD. Standardowe sondy na podłożach krzemowych są mocowane za pomocą płaskiej sprężyny fosforobrazowej. Uchwyty wykonane są z mosiądzu, poliaktydu bądź ceramiki *Maker* – dwa ostatnie rozwiązania umożliwiają doprowadzenie do sondy sygnału elektrycznego. Złącze microSD jest standardem podłoży PCB do mocowania MEMSów w Katedrze Nanometrologii, wobec czego możliwe jest zamocowanie w głowicy dowolnego przyrządu *opMEMS* montowanego standardowo.



Rysunek 52. Głowica pomiarowa „Tango” w kompletnym oprzyrządowaniu do pomiarów korelacyjnych. Ilustracja autora, przygotowana na potrzeby publikacji [268].

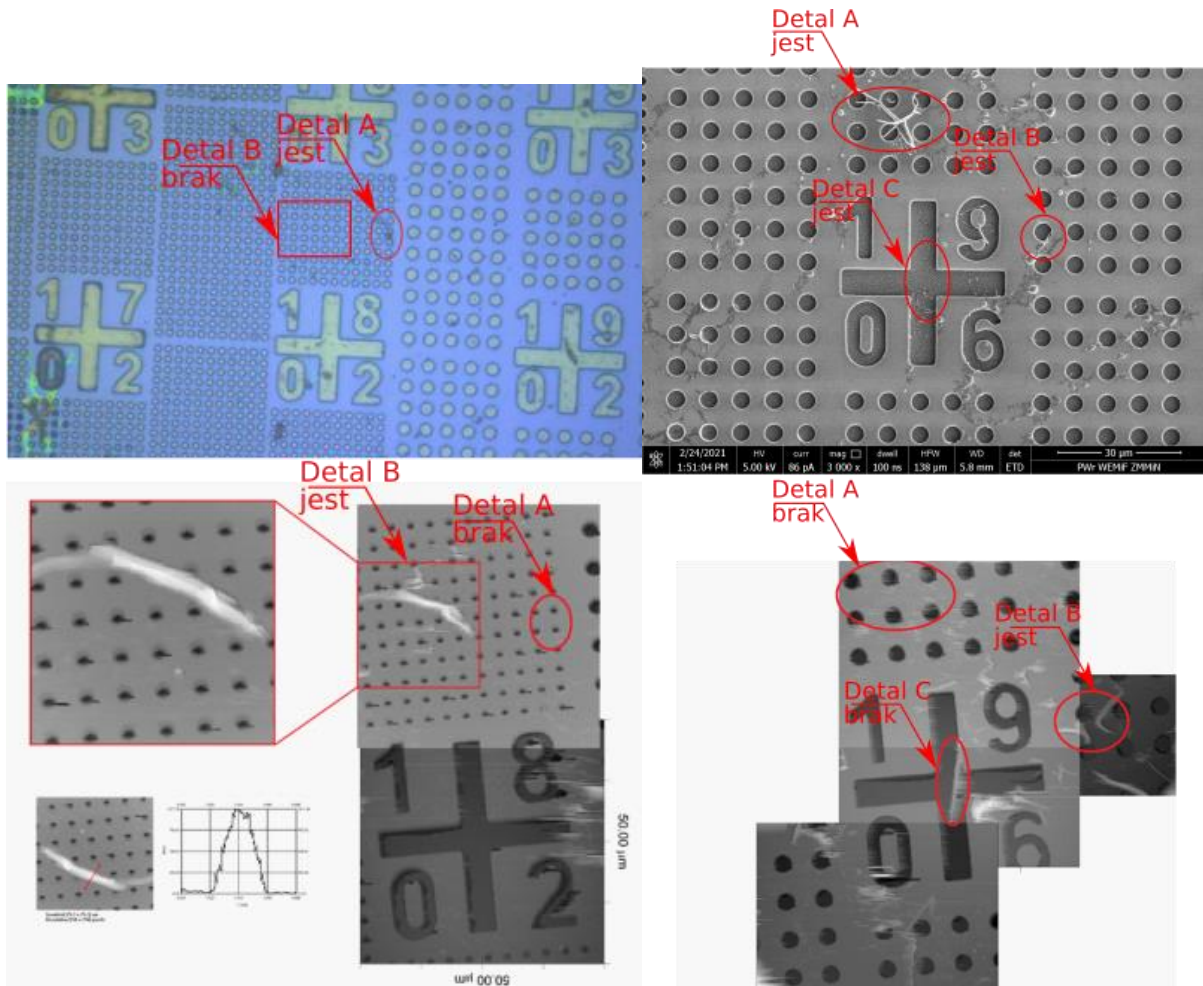
Mocowanie zintegrowane jest z przetwornikiem OBD. Ten zrealizowany jest z wykorzystaniem półprzewodnikowej diody laserowej, układu ogniskującego oraz zestawu zwierciadeł nastawnych za pomocą śrub drobnozwojnych. Układ optyczny został wykonany w oparciu o poprzednie rozwiązania, w szczególności zaproponowane przez dr. inż. Wojciecha Majstrzyka. W wersjach „Tango” oraz „Bismarc” wprowadzono jednak udoskonalenia mające poprawić stabilność nastawiania wiązki detekcyjnej. Podjęte kroki zostały dokładnie opisane przeze mnie i współautorów w publikacji [165].

Głowice zostały wykonane w standardzie wymiarowym Katedry Nanometrologii na bazie poprzednich konstrukcji. Zachowano rozstaw punktów podparcia w postaci dwóch śrub drobnozwojnych oraz liniowego silnika prądu stałego z przekładnią śrubową.

Rozdzielczości oraz możliwości pomiarowe głowic zostały zbadane przez dłuższy okres i są one na ten moment jednymi z czterech działających w Katedrze Nanometrologii autorskich systemów SPM. Zastosowania głowicy obejmują badania korelacyjne rozmaitych próbek, z których część zostanie omówiona w kolejnych podrozdziałach.

6.4. Pomiary właściwości mechanicznych nanodrutów

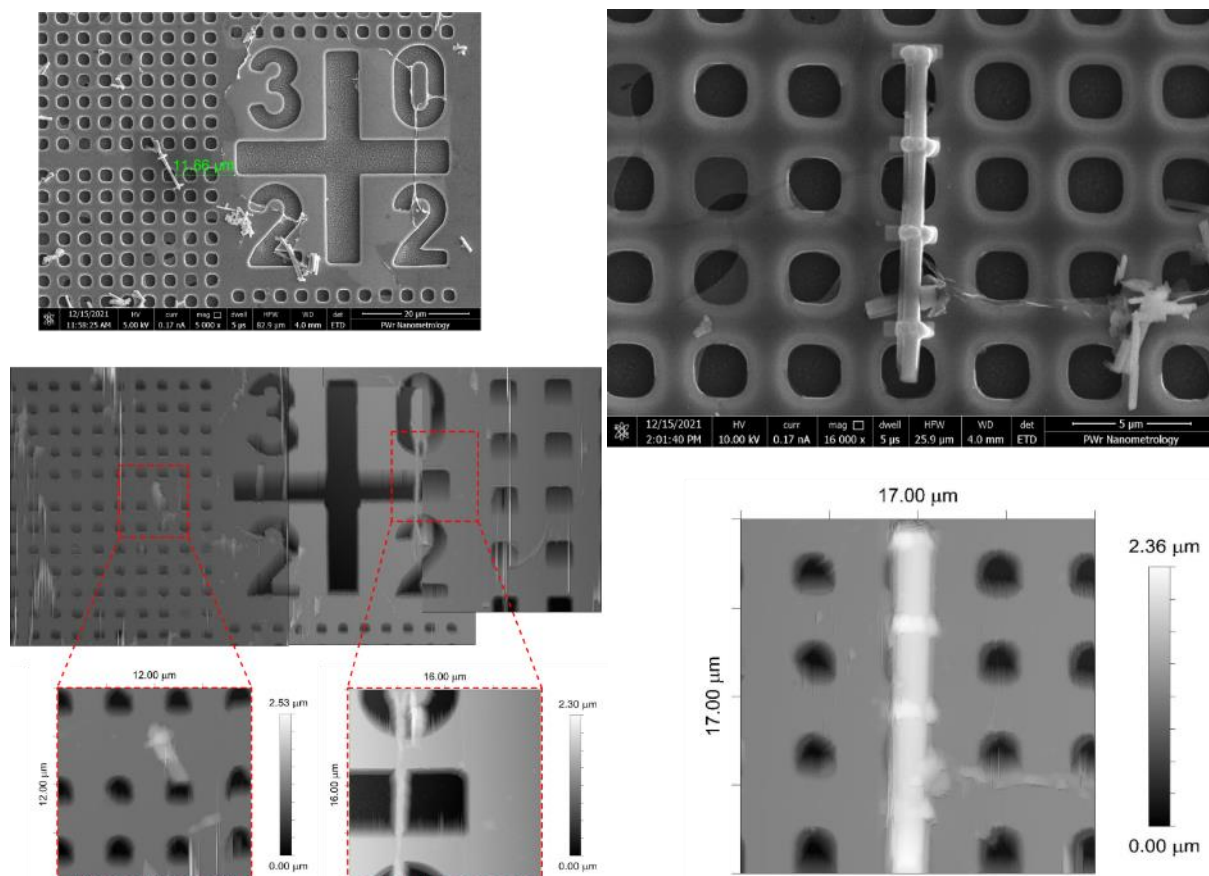
Badania przeprowadzono na nanodrutach z AsP, ZnO oraz Si. Próbki nanodrutów AsP pozyskano w ramach współpracy z dr. hab. inż. Robertem Bogdanowiczem z Politechniki Gdańskiej, pozostałe dwie zaś od partnerów w ramach projektu nanowires (*vide* – przypis 31). Do przeprowadzenia badań mechanicznych wykorzystano podłoża typu pierwszego.



Rysunek 53. Nanodruty AsP dostarczone na powierzchnię dyspersyjnie, zlokalizowane za pomocą SEM oraz mikroskopii optycznej, następnie za pomocą AFM. Porównano obecność nanostruktur na powierzchni pomiędzy różnymi metodami obrazowania pokazuje wpływ metody transportu lub pomiarowej na położenie nieumocowanych nanostruktur. Obrazy: optyczny oraz AFM pochodzą od autora, obraz SEM zamieszczony dzięki uprzejmości mgr inż. Eweliny Gackiej; przedstawione w wystąpieniu konferencyjnym „Atomic force microscopy in single-specimen measurements of nanowires” na SPM workshop 2023 w Lednicach, Czechy.

Nanodruty zostały w pierwszej kolejności naniesione dyspersyjnie przez medium w postaci alkoholu izopropylowego. Próbką AsP została wykonana wyłącznie testowo, by poznać możliwości obrazowania nanodrutów różnymi narzędziami badawczymi. Sekwencyjne badania były prowadzone za pomocą SEM, mikroskopii optycznej oraz AFM (Rysunek 53). Pierwsze dwie obserwacje miały na celu zlokalizowanie nanodrutów oraz wykazanie braku samorzutnego ich przemieszczania po próbce. Badania AFM wykonano we wskazanych lokacjach. Wykazano, że w czasie transferu pomiędzy narzędziami może dochodzić do samorzutnego przemieszczania. Ponadto, w badaniu AFM zaobserwowano położenia znacznie różniące się od wcześniej wskazanych. Niewiele włókien znajdowało się choćby w przybliżeniu w tych samych miejscach, w których zostały wcześniej

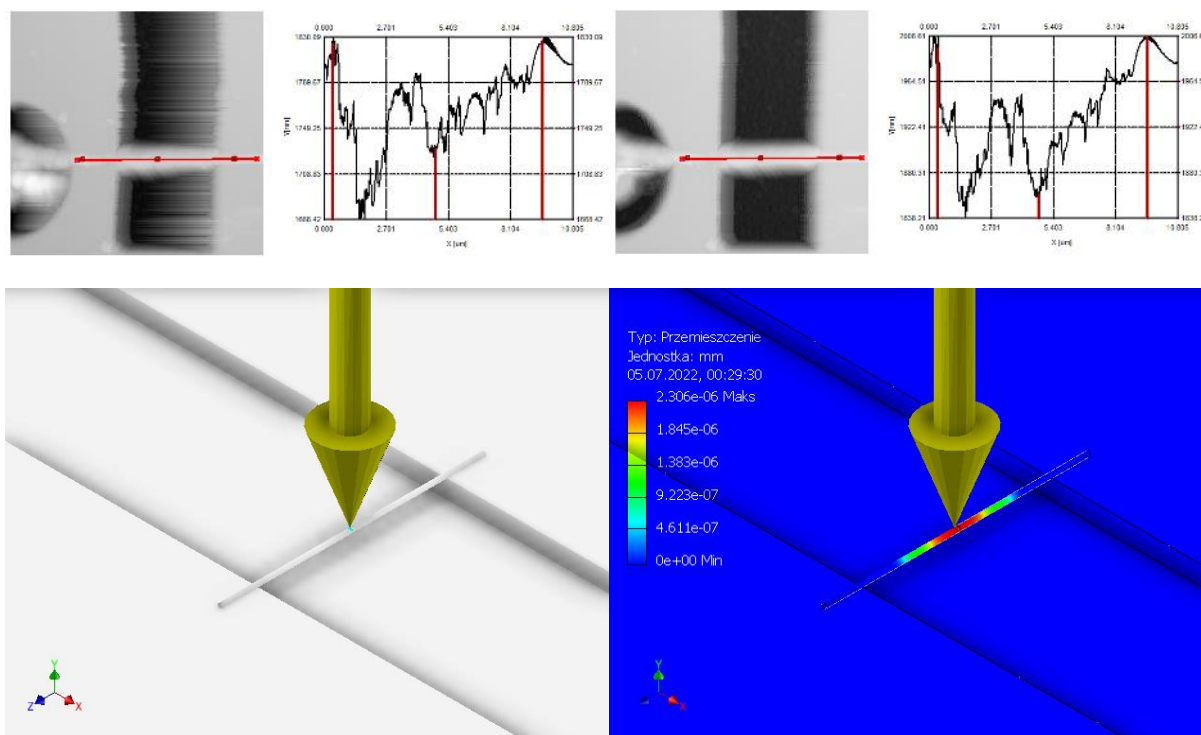
zaobserwowane. Pewne włókna zostały zaobserwowane powtarzalnie w tych samych miejscach bez względu na ustawienie obszaru skanowania, nie znajdowały się jednak w tym samym miejscu, w którym zostały zaobserwowane wcześniej. Może pojawić się wątpliwość, czy to aby nie są inne włókna, które osiadły na próbce podczas przenoszenia podłoża pomiędzy narzędziami lub nie zostały przemieszczone z innych obszarów na podłożu. Wskazuje to na wpływ metody badawczej, prawdopodobnie przez niekontrolowane siły lateralne wywierane przez sondę na podłożu, co zostało zaobserwowane przez mikroskop optyczny jako możliwość poruszania włóknami w trakcie pomiaru AFM. Wnioskiem płynącym z tego doświadczenia była konieczność wykonania mocowania nanostruktur do podłoża.



Rysunek 54. Porównanie położenia nanostruktur mocowanych do podłoża zobrazonych po mocowaniu za pomocą SEM oraz AFM. Jeden z umieszczonych nanodrutów uległ uszkodzeniu, jednak jego lokalizacja została potwierdzona przez odnalezienie mocowania wykonane w technologii FEBID – nanodrut prawdopodobnie uległ uszkodzeniu mechanicznemu w trakcie samego pomiaru powierzchni. Obrazy AFM własne, SEM zamieszczone dzięki uprzejmości mgr inż. Eweliny Gackiej, przedstawione w wystąpieniu konferencyjnym „Atomic force microscopy in single-specimen measurements of nanowires” na SPM workshop 2023 w Lednicach, Czechy.

Z tego względu we współpracy z mgr inż. Eweliną Gacką nanodrutu ZnO umocowano do podłożu w wybranych miejscach (Rysunek 54). W pierwszym podejściu nanodrutu ponownie naniesiono dyspersyjnie, a te spośród nich, które osiadły we właściwy do pomiaru sposób, zamocowano do podłoża przez osadzenie warstwy FBID. Poszukiwano nanodrutów zawieszonych na krawędziach detali powierzchniowych, tak by po zamocowaniu utworzyły belkę jedno- bądź dwustronnie zamocowaną. Ze względu na niewielką liczbę takich przypadków, podjęto się transferu nanomanipulatorami. Mgr inż. Ewelina Gacka wykonała szereg próbek, w których zamocowała nanodrutu poprzez detale powierzchniowe. W następnej kolejności wykonano próby nanoindentacji za pomocą AFM.

Pomiary (Rysunek 55) wykazały, że nawet zamocowanie FBID nie stanowi doskonałej ochrony przed zniszczeniem sondą AFM. Pomimo kontroli siły nacisku z dokładnością do 0,3 nN, siły lateralne wciąż doprowadzały do zniszczenia części z przygotowanych próbek. Powodem ich nietrwałości mogły być również naprężenia własne powstałe podczas procesu. Aby kontrolować dokładną formę nanodrutu podczas pomiarów, badania nanoindentacji wykonano przez mapowanie całego pola próbki ze stałymi siłami. Otrzymane wyniki posłużyły do zebrania serii danych, z której następnie wyznaczono moduł Younga nanodrutu. Badania wykonano na kilku próbkach, jednak największą precyzję wielkości badanych uzyskano na najbardziej wysmukłym nanodrucie (o współczynniku kształtu ponad 20) ze względu na jego podatność mechaniczną.



Temperatura wygrzewania	Siła nacisku (nN) ± 0.3 nN	Położenie nanodrutu (nm) ± 0.2 nm	Przemieszczenie nanodrutu (nm) ± 0.28 nN	Moduł Younga wyznaczony analitycznie (GPa)	Moduł Younga wyznaczony numerycznie (GPa)
200 °C	8	94	-	-	-
	33	126	32	17.6 ± 1.12	22.2 ± 6.5
	58	140.5	14.5	21.2 ± 1.18	48.2 ± 14.1
300 °C	8	221	-	-	-
	33	327	106	156 ± 1.61	50.6 ± 14.8
	58	381	54	208 ± 1.61	99 ± 29.0

Rysunek 55. Pomiary uginania nanodrutu w wyniku siły generowanej przez belkę AFM. Na podstawie porfilu przekroju wyznaczono ugięcie w zależności od wartości siły nacisku. Pomiary pozwoliły na wyznaczenie modułu Younga materiału, czego dokonano metodą analityczną i numeryczną za pomocą MES. Zebrane wyniki przedstawiono w tabeli. Obrazy autora, przedstawione w publikacji [213].

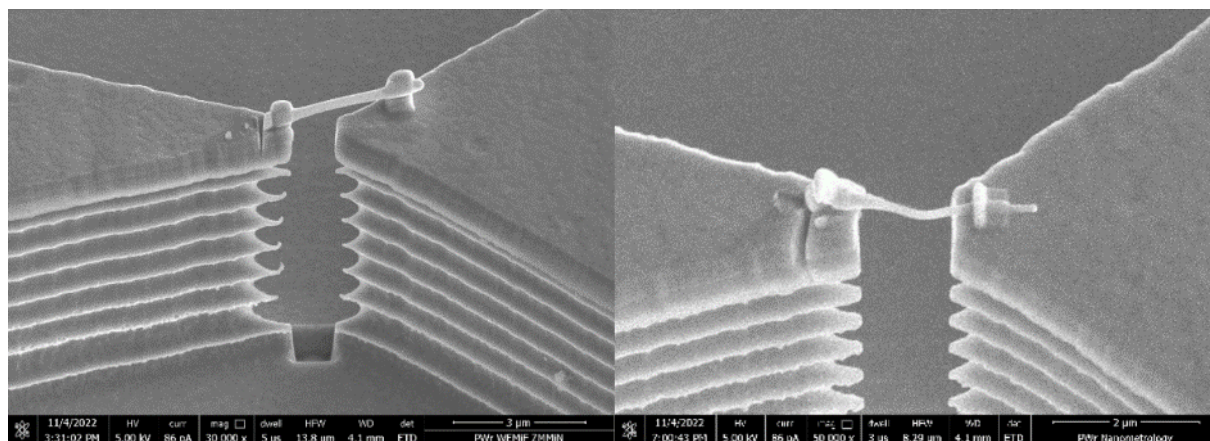
Zamocowanie na podłożu tlenkowo-krzemowym za pomocą materiału FBID pozwoliło na obróbkę termiczną próbki do nawet ponad 1000 °C. Postanowiono zbadać zmianę właściwości mechanicznych nanodrutu ZnO związaną z rekrytalizacją w strukturze wurcytu, jaka powinna nastąpić przy

wygrzewaniu ok. 350 °C. Wykonano wygrzanie próbki *in situ*, dzięki czemu – bez zmiany egzemplarza nanodrutu oraz pola obrazowania – dokonano bezpośredniego porównania właściwości mechanicznych. W wyniku wygrzewania, nanodrut zmienił formę zamocowania – doszło do jego przerwania, najpewniej w wyniku nadmiernych naprężeń termicznych. Niemniej, zdołano wyznaczyć moduł Younga i w tym przypadku.

Poza stałymi materiałowymi, wyznaczano również progi wytrzymałości na zginanie oraz granicę plastyczności. Zmierzone wielkości odpowiadały oczekiwaniom dla badanego materiału. Nie zdołano zaobserwować granicy plastyczności, a wyłącznie granicę wytrzymałości, z czego wywnioskowano, że badane nanodruty są elementami kruchymi. Może być to jednak wywołane zbyt małą rozdzielczością siły.

6.5. Pomiary właściwości elektrycznych nanodrutów

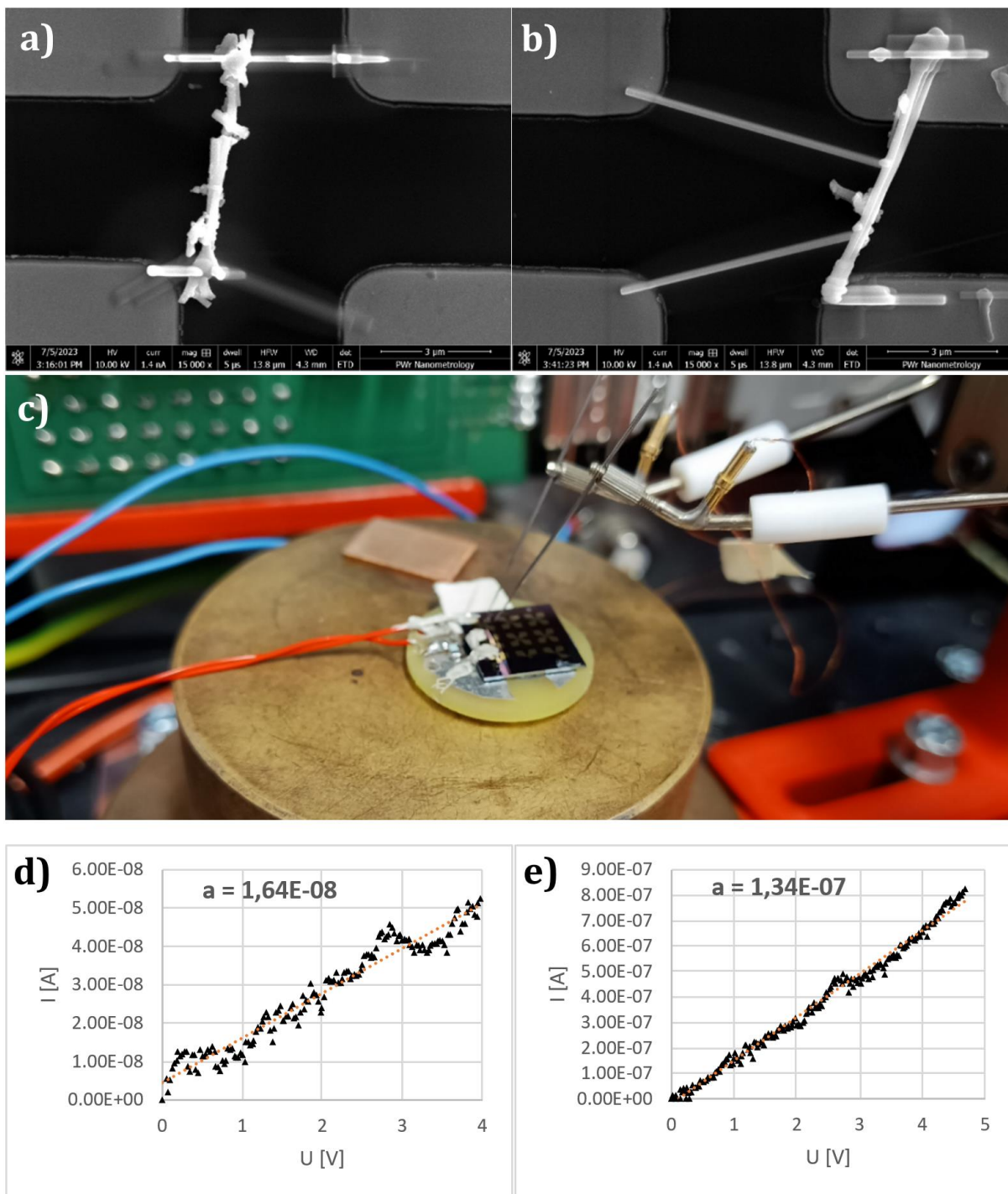
Nanodruty były badane elektrycznie na podłożach typów 3-5. Na podłożach typu trzeciego wykonano pierwsze testowe pomiary z wykorzystaniem nanomanipulatorów (Rysunek 56). Choć było to udoskonaleniem pomiarów czysto mechanicznych – ponieważ, wciąż je umożliwiając, otwierało również próbkę na badania innych właściwości – to z punktu widzenia pomiaru elektrycznego było w pewien sposób ograniczone. Stosowany układ dwupunktowy pomiaru rezystancji nie dostarcza wyczerpującej informacji o próbce, bowiem szeregowo mierzone są również elementy podłączenia sond pomiarowych, spośród których najistotniejszy wpływ mają: kontakt sond do podłoża oraz mierzonej nanostruktury do podłoża. Oba czynniki są niepomijalne, zwłaszcza w badaniach nieznanymi próbek.



Rysunek 56. Nanostruktury w postaci nanodrutów Si zamocowanych za pomocą materiału FEBID na podłożach typu trzeciego. Obrazy autora.

Rozwiązaniem jest zastosowanie układu czteropunktowego pomiaru rezystancji, w którym wynik pomiaru jest niezależny od rezystancji poszczególnych połączeń. Na próbce czwartej wykonano prosty układ czteropunktowy, w którym nanostruktura została połączona dwupunktowo do dwu z czterech kontaktów w obszarze zainteresowania. Każdy z pozostałych kontaktów został podłączony do jednego z połączeń nanostruktury. Wyeliminowano w ten sposób opory doprowadzeń, w tym przewodów pomiarowych, połączeń drutowych i ścieżek na powierzchni, jednak wciąż pozostał wpływ kontaktu nanostruktury do podłoża. Nie zdołano lepiej umieścić nanodrutu ze względu na nanoszenie dyspersyjne. Postanowiono uniknąć transferu nanomanipulatorem, ponieważ może on doprowadzić do chemicznej modyfikacji nanostruktury, co by zaprzeczyło sensowi pomiaru materiałowego.

Na próbce piątej zdołano wykonać właściwe połączenia czteropunktowe nanodrutów dzięki większej odległości dzielącej kontakty metalowe. Naniesienie dyspersyjne zostało wsparte lokalnym transferem nanomanipulatorami – nanodrut został uchwycony elektrostatycznie przez warstwę nieprzewodzącego materiału na spolaryzowanym efektorze.



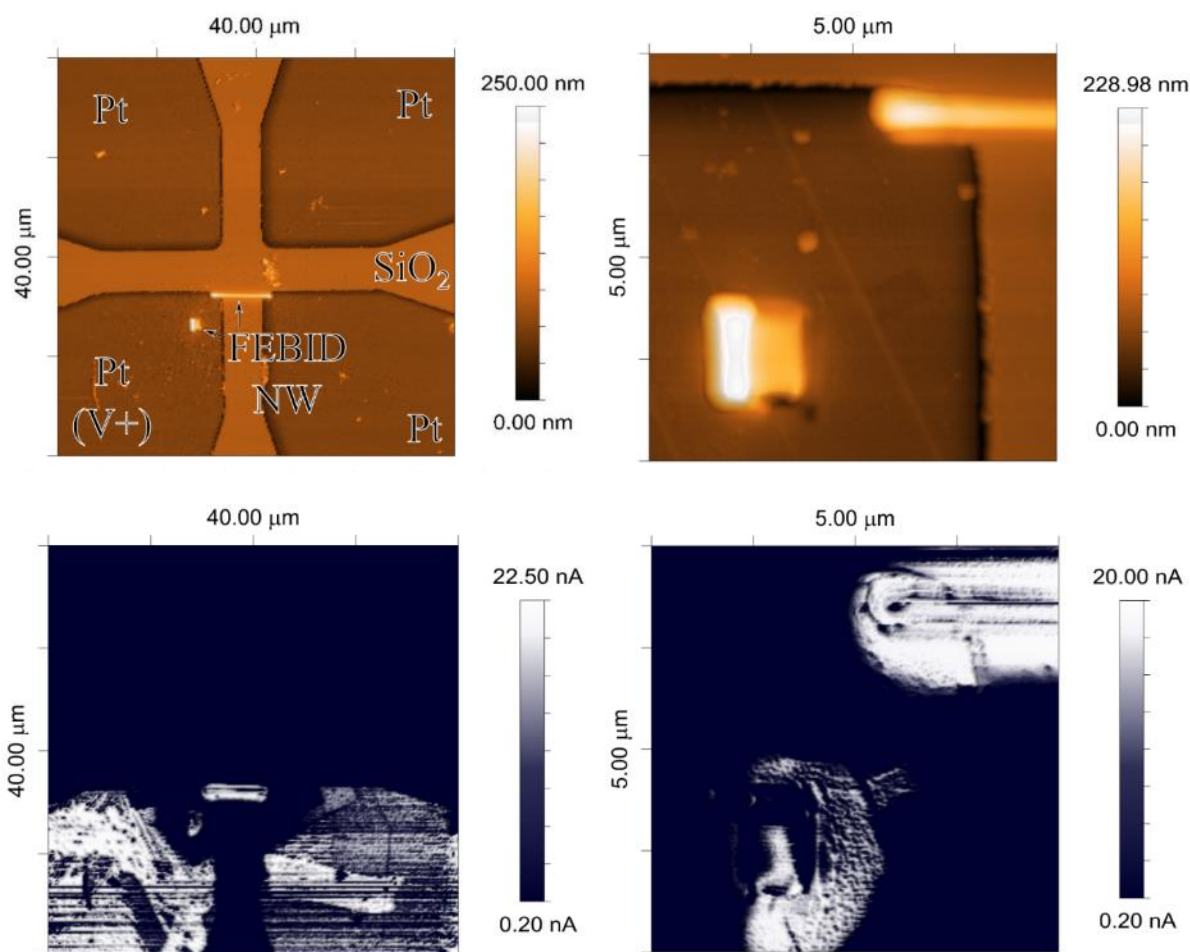
Temperatura wygrzewania	Długość (nm)	Średnica (nm)	Rezystancja (MΩ)	Rezystywność (Ωm)
200 °C	5888 ±50	348 ±20	74,8 ±1,25	3,9 ±0,46
300 °C	2028 ±50	216 ±20	6 ±0,11	0,55 ±0,11

Rysunek 57. Nanodrutu ZnO osadzone w obszarze zainteresowania na podłożu typu czwartego. Próbkę różniły się temperaturą, w której zaszło ich wygrzewanie i restrukturyzacja. Wymiary oraz średnice zmierzono za pomocą mikroskopu SEM. Połączenia elektryczne wykonano w technologii FEBID. Pomiary wykonano w układzie czteropunktowym, rezystancję wyznaczono metodą regresji liniowej charakterystyki prądowo-napięciowej. Wyniki, wraz z wymiarami i wyznaczonymi wartościami rezystywności, umieszczono w tabeli. Obrazy autora przedstawione w publikacji [260].

W ten sposób uniknięto kontaminacji badanej próbki, jednak jest to metoda transportu na niewielkie dystanse (w obrębie pojedynczego podłoża), ponieważ połączenie jest nietrwałe. Połączenia elektryczne i mechaniczne zostały wykonane z materiału FEBID osadzanego powierzchniowo. Na tej próbce wykonano czteropunktowe pomiary rezystancji za pomocą połączeń elektrycznych wykonanych na podstawie PCB i sond ostrzowych (Rysunek 57).

Podłączoną przez podstawkę próbkę poddano również badaniom korelacyjnym SPM. Niestety, nanodruty ZnO zostały uszkodzone w procesie pomiaru, wobec czego nie wykonano właściwych pomiarów SPM, wykazano jednak, że wcześniej zmierzone właściwości były faktycznie skorelowane z nanodrutem, nie zaś z podłożem. Prowadziło to naturalną konsekwencją do pomiarów samego efektu aureoli.

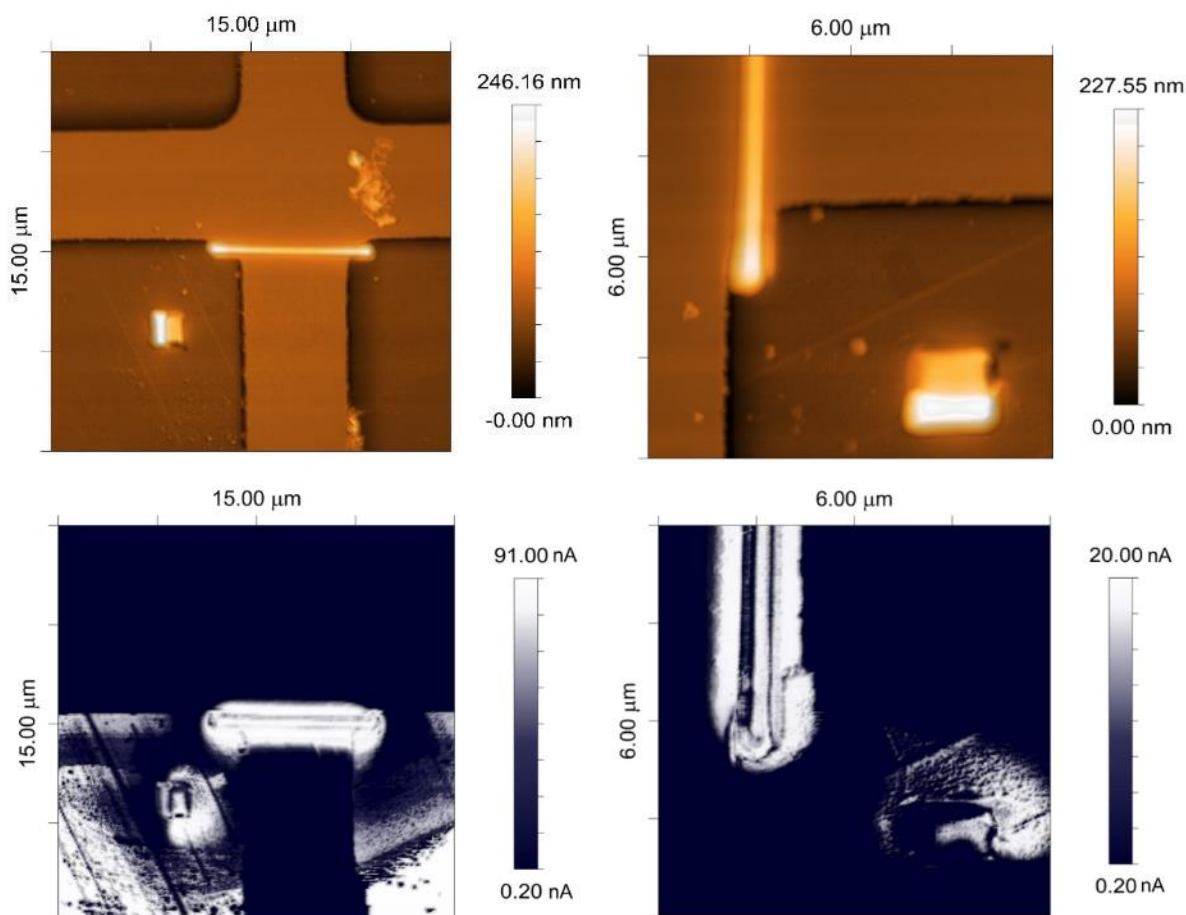
6.6. Korelacyjna SPM efektu aureoli



Rysunek 58. Mapy topografii oraz prądowe podłoża typu czwartego z naniesionym nanodrutem w technologii FEBID. Podłoże było zasilane napięciem 1 V. Obrazy prądowe przedstawiają nierównomierność w przewodności metalizacji platynowej, spowodowaną osadzeniem warstwy węglowej w wyniku obrazowania SEM. W otoczeniu nanodrutu natężenie prądu maleje poniżej progu detekcji przetwornika. Jednocześnie ujawniony zostaje obszar przewodzący o wymiarze większym niż nanodrut, wywołany osadzeniem aureoli przewodzącego materiału Pt(C). Ocenic można jego rozpiętość na ok. 1,6 μm – uwzględniając stukrotny spadek rejestrowanego prądu.

Efekt aureoli powoduje osadzenie FBID bądź implantację w obszarze większym, niż założony. Nanodrut Pt(C) został osadzony na podłożach typu piątego, łącząc powierzchniowo dwa sąsiednie pady. Zostały wytworzone dwie próbki na sąsiadujących poczwórnych kontaktach. Połączenia wykonano

przez nałożenie kleju przewodzącego pomiędzy kontaktami. Obie próbki wykonano z Pt(C), jednak jedna z nich została wtórnie zaimplantowana jonami galu, wobec czego przewodnictwem powinna być bliższa materiałowi wykonanemu w technice FIBID. Poza nanodrutem na powierzchni znalazł się wypust materiału, pozostający na niezmiennym potencjale (Rysunek 58).



Rysunek 59. Mapy topografii oraz prądowe podłoża typu czwartego z naniesionym nanodrutem w technologii FIBID. Podłoże było zasilane napięciem 1 V. Obrazy prądowe ujawniają aurę o znacznej szerokości, bowiem jej rozpiętość wynosi do 2 μm wokół nanodrutu. Ponadto widoczne są charakterystyczne regularne obszary pozostałe po obrazowaniu SEM. Obrazy autora.

Pomiary wykonano z polaryzacją 1 V bądź 5 V, gdzie napięcie było przykładane do jednego z kontaktów, o który oparto nanodrut; drugi był na potencjale masy. W pierwszej kolejności wykonano pomiary w otoczeniu niemodyfikowanego nanodrutu FEBID. Następnie zbadano otoczenie nanodrutu FIBID-podobnego przy jednakowych warunkach pomiaru. Ze względu na pomiar materiału objętościowego, ilościowa ocena przewodności jest utrudniona, chociaż jakościową różnicę widać niezwykle wyraźnie. Polaryzację podłoża w obu przypadkach podłączano tylko do jednej z elektrod, stąd można szacować przewodność narostu łączącego obie elektrody na podstawie dodanego oporu.

Uchwycenie jakiegokolwiek obrazu prądowego na powierzchni wokół osadzonych elementów było niezwykle trudne, choć możliwe było zarejestrowanie prądu płynącego przez sam materiał (na przykład przez wypust). Prawdopodobną przyczyną może być zanieczyszczenie powierzchni złota podczas obrazowania. W pewnym oddaleniu od osadzonej struktury na krawędziach metalizacji możliwe było jednak zaobserwowanie sygnału prądowego. Różnica w prądzie uchwyconym pomiędzy zasiloną a niezasiloną okładką wynosi 51 nA przy napięciu polaryzacji 10 V z szeregowym rezystorem 100 MΩ. Daje to opór druczika ok. 230 MΩ. Wymiary nanodrutu określono przez pomiary przekrojów poprzecznych – pole powierzchni przekroju wynosiło ok. 0,06 μm² zaś długość ok. 5 μm (biorąc

odległość między okładkami), daje to rezystywność ok. 2,8 Ω m. Przybliżony opór drucika z implantacją jonami galu wynosi 5 M Ω . Przyjmując wymiary nanodrutu jak poprzednio, daje to rezystywność wynoszącą ok. 0,039 Ω m. Duża wartość rezystywności może być powodowana przyjęciem nieprawidłowego pola przekroju struktury przez uwzględnienie słabo przewodzącego obszaru aureoli. Możliwe jest również, że implantacja jonami pozostawiła jedynie cienką przypowierzchniową warstwę o poprawionej przewodności. Wyraźnie widoczny jest efekt aureoli wiązki jonowej. W obrazie prądowym wyraźnie odznacza się krawędź obszaru obrazowania (Rysunek 59).

Najistotniejszym wnioskiem płynącym z badania było określenie rozciągłości efektu aureoli osadzania FEBID oraz implantacji jonów. Stwierdzono, że warstwa FEBID powstaje nawet do 1 μ m od założonego kształtu. Na mniejszej odległości zostają rozproszone również implantowane jony. Poważnie uszczupla to możliwości FBID w zakresie kontaktowania powierzchniowego nanostruktur. Nie jest bowiem możliwe wykonanie kontaktów do struktury o wymiarach mniejszych, niż szacowany obszar aureoli, które pozwoliłyby na niezakłócony pomiar wielkości elektrycznych. Jest to jedną z najistotniejszych przesłanek ku wykonywaniu kontaktów zawieszonych. Do tego celu zostały zaprojektowane już nie podłoża, a przyrządy *opMEMS*.

6.7. Pomiary właściwości termicznych nanodrutów FEBID

Do zbadania wybrano wcześniej przygotowaną nanostrukturę FEBID-ową osadzoną na powierzchni SiO₂ pomiędzy elektrodami Pt. Wykonano szeregowe połączenie elektryczne do FEBID-u przez klej srebrny. Nie wykonano pomiaru oporu struktury ze względu na wartość przekraczającą zakres pomiarowy multimetru. Dla zabezpieczenia szeregowo zamontowano rezystor 4,3 M Ω .

Wykorzystano sondę pomiarową Kelvin Nanotechnology KNT-SThM-2an oraz głowicę pomiarową „Bismarc” w konfiguracji SThM. W celu uzyskania wyraźnego kontrastu termicznego, sonda pomiarowa została zasilona sygnałem napięciowym o wartości międzyszczytowej 1200 mV (co odpowiada prądowi ok. 1 mA). Rezystancja belki wynosiła 341 Ω . Ze względu na względnie duże wartości szumów temperatury⁴³ wynoszące nawet do kilkuset milikelwinów oraz relatywnie dużą stałą czasową procesu pomiaru, filtracja sygnału przez całkowanie w multimetrze fazoczułym była prowadzona ze stałą czasową 1 sekundy.

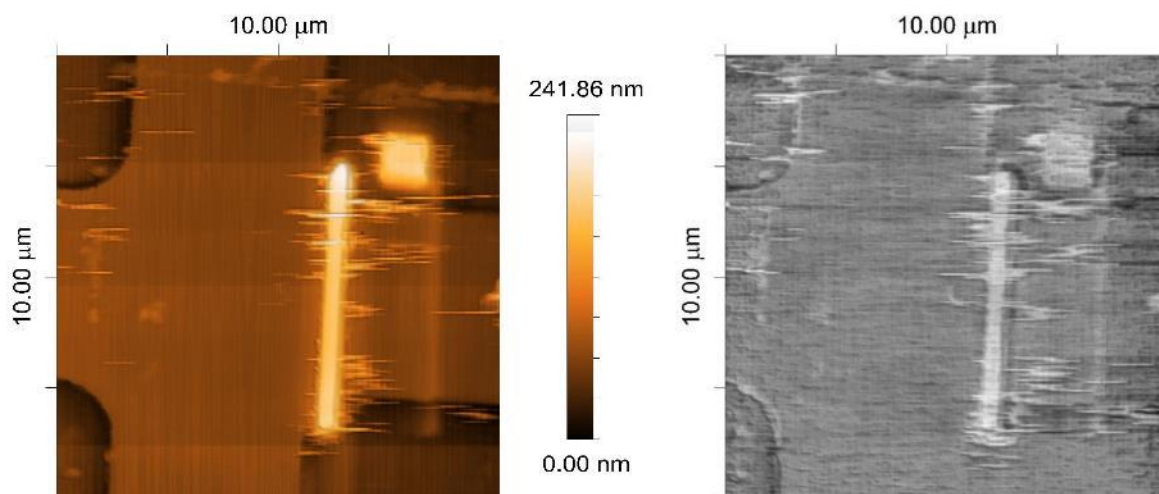
Oprócz badanej nanostruktury – łącznika pomiędzy elektrodami, wykonana została struktura odniesienia w postaci występu FEBID-owego pozostającego w niewielkiej odległości. Ciepło generowane przez przepływający prąd powinno wydzielać się wyłącznie w nanostrukturze, zaś temperatura występu powinna pozostawać stała pomiędzy pomiarami. Dla kilku napięć podawanych na nanostrukturę (w zakresie 0-10 V) wykonano mapowanie temperatury (Rysunek 60).

Nanostruktura została podłączona elektrycznie do generatora funkcyjnego. Został zastosowany sygnał napięciowy wolnozmienny (rampa o częstotliwości 10 mHz) o wartości międzyszczytowej 10 V (Rysunek 61). Okres został dobrany w taki sposób, by zmiana została uchwycona przez silnie spowolniony detektor. W celu wykonania tego pomiaru ustawiono sondę termiczną w jednej, niezmienniej pozycji. W ciągu jednego pomiaru uchwycono kilka okresów. Ponadto zastosowano sygnały stałonapięciowe dla kilku różnych wartości napięcia – te pomiary prowadzone były w polu obejmującym nanostrukturę, występ oraz otoczenie.

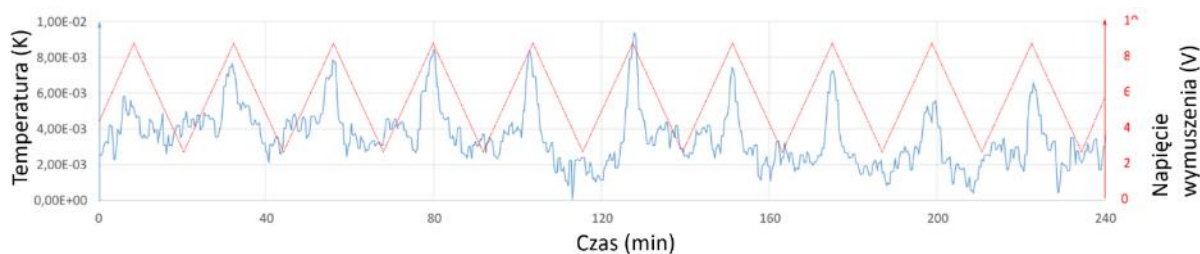
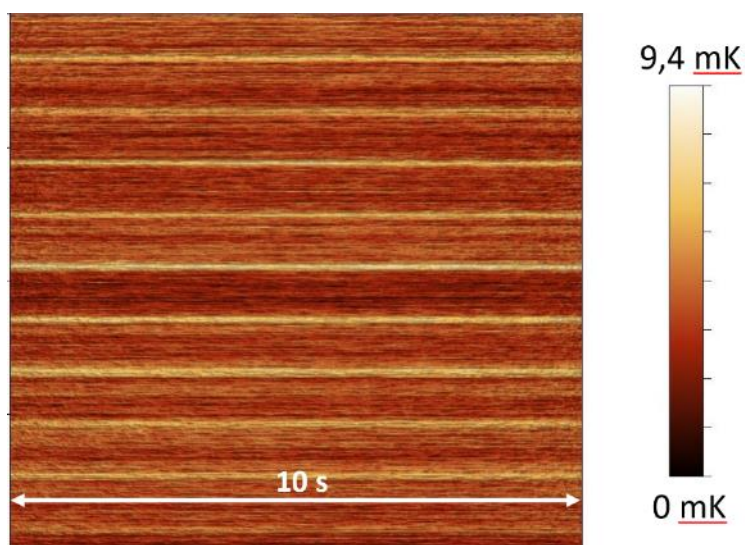
Ocena na podstawie zakresu pomiaru lub wizualna zmian temperatury nie była możliwa, jednak dzięki prowadzeniu pomiarów w niezmiennym obszarze, możliwe było wykonanie przekrojów przez mapę termiczną. Przekrój wybrano tak, aby obejmował obszar badanej nanostruktury, występu-odniesienia, pola metalicznego i pola tlenkowego. Według przypuszczeń, temperatura na obu płaskich polach powinna pozostawać stała; na wyspie powinna być nieco wyższa i stała, zaś na łączniku powinna

⁴³ Przede wszystkim pochodzenia atmosferycznego, a związane z ruchami powietrza. Zaobserwowano wpływ nawet tak odległych czynników, jak otwarcie lub zamknięcie drzwi do pomieszczenia, w którym prowadzony był pomiar, pomimo szczelnego zamknięcia komory pomiarowej. W celu wyeliminowania antropogenicznych zakłóceń pomiar prowadzony był przez noc i nadzorowany zdalnie.

być zależna od napięcia. Badanie wykonane dla sygnału wolnozmiennego wykazało, że temperatura ulegała zmianie o pojedyncze milikelwiny, co potwierdziło powyższą tezę.



Rysunek 60. Mapa topografii oraz przewodności termicznej nanodrutu FEBID. Mapa termiczna jest obrazem jakościowym, pozbawionym skali temperatury; jaśniejszy kolor oznacza wyższą temperaturę czujnika. Obraz termiczny ujawnia aureolę FEBID w postaci obniżonej przewodności termicznej – podwyższonej temperatury.



Rysunek 61. Mapa temperatury oraz jej przekrój prostopadle do szybkiej osi skanowania w relacji do napięcia wymuszającego prąd grzejący nanostrukturę. Pomiar ujawnia zmiany temperatury nie większe niż 6 mK, z rozdzielczością poniżej 1 mK.

6.8. Podsumowanie rozdziału

Jak wynika z przedstawionych przykładowych pomiarów, kluczowe dla badania nanostruktur jest odpowiednie ich umiejscowienie w układzie pomiarowym. Ten musi zapewniać odpowiednią separację nanostruktury od podłoża i otoczenia, w przeciwnym razie pomiar zostaje zakłócony przez wpływy czynników zewnętrznych. Choć możliwe jest uzyskanie wiarygodnych pomiarów różnych wielkości fizycznych w układzie klasycznym, to rozwiązaniem doskonalszym technicznie – przez wzgląd na separację od czynników zewnętrznych oraz wprowadzenie układu pomiarowego będącego zarazem przyrządem pomiarowym – jest zaprojektowany w poprzednich rozdziałach *opMEMS*.

7. Metrologia przyrządów *opMEMS*

7.1. Walidacja wykonanych urządzeń

Celem metrologii *opMEMS* była charakterystyka wykonanych przyrządów. Bez przeprowadzenia tego etapu badań, nie byłoby możliwe zastosowanie ich jako narzędzia metrologicznego. Poszukiwano więc wielkości krytycznych dla prowadzenia pomiarów w nanoskali. Priorytetowe było określenie lub doprowadzenie do zgodności położenia w obszarze zainteresowania, wyznaczenie zakresów ruchu, wielkości prądów upływu i rezystancji wewnętrznych linii pomiarowych. Zbierano również niesprecyzowane dotychczas informacje użytkowe.

Zaprojektowano i wykonano kilka serii przyrządów *opMEMS*. Wykorzystano omawiane wcześniej techniki (*vide* – podrozdziały 3.2.1-3.2.3) do realizacji przyrządów zaproponowanych jako wynik syntezy spełniającej założenia projektu *opMEMS* (*vide* – podrozdział 2.4.3). Nie każda technologia znalazła zastosowanie w wykonaniu każdego typu przyrządu, zebrane konfiguracje zostały omówione poniżej (Tabela 6.), a powody – omówione dokładnie w podrozdziałach poświęconych kolejnym formom.

Tabela 6. Zestawienie technologii wykonania i formy przyrządu w zrealizowanych *opMEMS*-ach oraz informacji o sukcesie każdego podejścia.

Forma	<i>opMEMS-SOI</i>	<i>opMEMS-Si₃N₄</i>	<i>opMEMS-kanapka</i>
Belka mocowana jednostronnie z odniesieniem do bazy	Jedna iteracja Plany ulepszeń	-	Dwie iteracje Brak kontynuacji (seria nieudana)
Belka mocowana jednostronnie z odniesieniem wewnętrznym	-	-	Dwie iteracje Plany ulepszeń
Belka mocowana jednostronnie z asymetryczną belką odniesienia	-	-	Dwie iteracje Plany ulepszeń
Belka mocowana jednostronnie z symetryczną belką odniesienia	Jedna iteracja Brak kontynuacji (seria udana)	-	Jedna iteracja Plany ulepszeń
Belka mocowana dwustronnie z odniesieniem wewnętrznym	-	Trzy iteracje Plany ulepszenia (seria udana)	-

7.1.1. Układ belki mocowanej jednostronnie z odniesieniem do bazy

Pierwsze tego typu urządzenie wykonano wykorzystując belkę typu tzw. pMEMS – wykonaną w pierwotnym celu oceny siły fotonów. Zaprojektowano te urządzenia w technice SOI na bazie wcześniejszej serii MetMolMEMS (wykonanej przy okazji pracy doktorskiej dr inż. Karoliny Orłowskiej) by posiadały dwie przewodzące nogi z domieszkowanego borem krzemu. Przecięcie jednej z nóg u podstawy owocowało strukturą z jednym ruchomym ramieniem zakończonym w bezpośrednim sąsiedztwie nieruchomej bazy. Tak przygotowane urządzenie pozbawione było jednak podstawowego – elektrycznego – mechanizmu aktuacji, a zatem jego funkcjonalność była mocno ograniczona.

W celu jednoczesnej integracji elektrycznego aktuatora oraz ścieżek do badania nanostruktur, topologicznie konieczne jest zastosowanie belki z trzema ramionami, jednym docelowo przecinanym (Rysunek 62). Teoretycznie możliwe jest wykonanie dwuramiennej belki integrującej ścieżkę aktuacji elektrotermicznej – silna asymetria takiego urządzenia stałaby jednak w sprzeczności z przyjętymi założeniami.

Urządzenie składa się więc z dwóch ramion ruchomych i trzeciego nieruchomego – jego położenie zależy wyłączenie od przemieszczenia i strzałki ugięcia ramion ruchomych. Ze względu na zasadniczą

funkcjonalność takiego urządzenia zostało ono nazwane „sztywną płetwą”. W celu rozdzielenia przewodów aktuacyjnych i pomiarowych ramiona wykonane są z izolatora – wielowarstwy Si_3N_4 i SiO_2 – po którym poprowadzone są złote ścieżki przewodzące, należały tym samym do rodziny *opMEMS-kanapka*. Łącznie belka integruje więc dwie pętle prądowe – jedną aktuacyjną i jedną detekcyjną (dla której kształt nie pełni istotnej roli, wobec czego zachowano symetrię struktury). Od strony nieruchomej bazy również została poprowadzona ścieżka pomiarowa. Na etapie technologicznym ścieżki detekcyjne sztywnej płetwy i bazy zostały połączone. Tylko w ten sposób można było zachować dokładne położenie metalu na krawędzi wykonanego wiązką jonów rozcięcia.

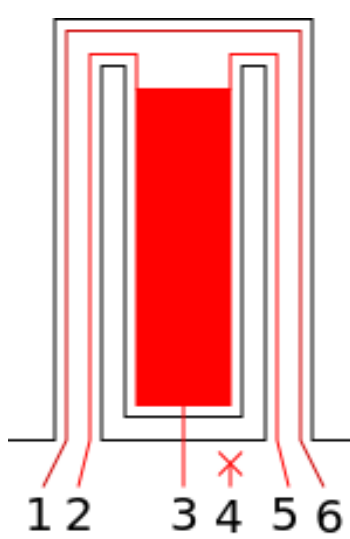
Zmierzone wartości prądów upływu wskazały, że belka jest zasadnym narzędziem do prowadzenia pomiarów prądów poniżej 100 pA – wartości upływów nie przekraczały 10 pA dla 10 V (1 TΩ). W zakresie wymuszenia napięciowego do 200 V nie zdołano wywołać przebiccia urządzenia, potwierdzając wytrzymałość elektryczną.

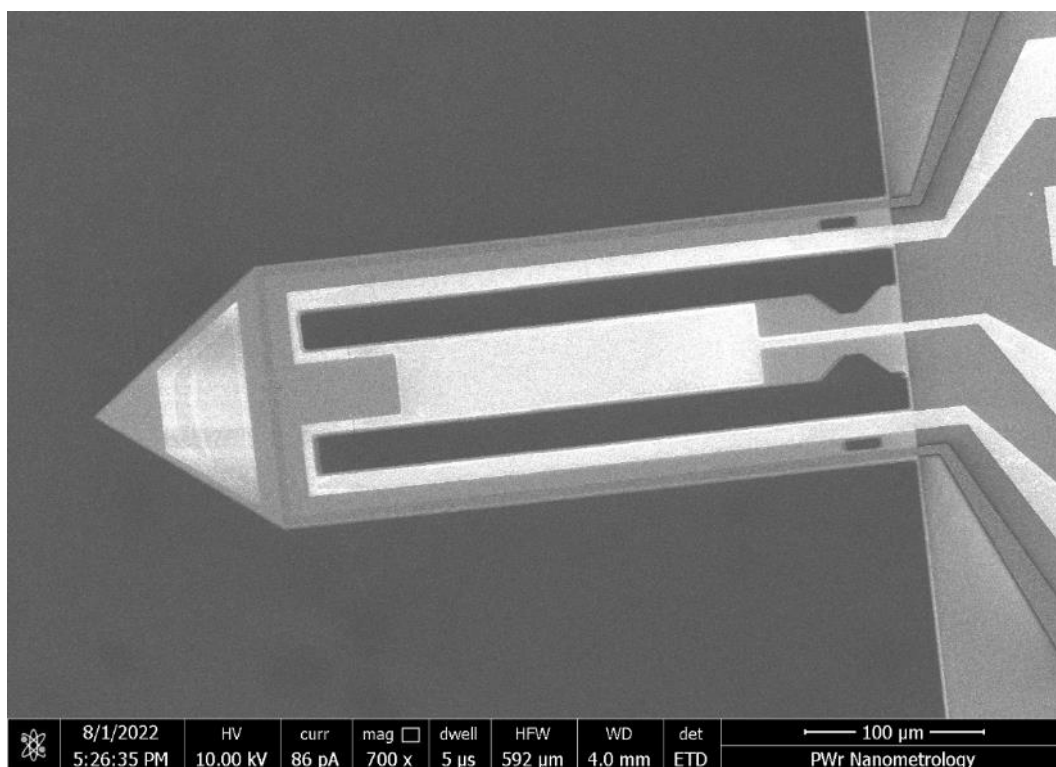
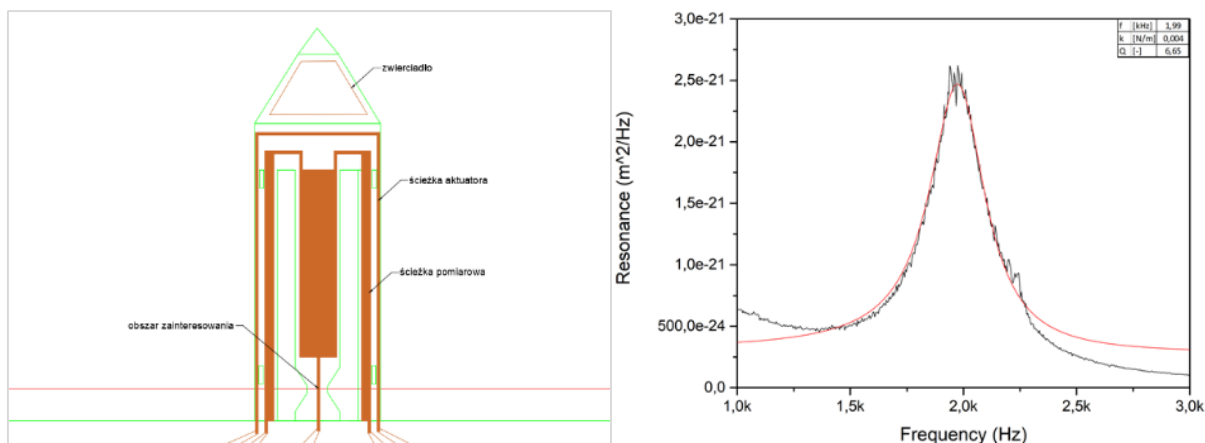
Obrazowanie FIB podstawy belki może teoretycznie prowadzić do pogorszenia izolacji przez powierzchniową implantację galu w azotku krzemu, jednak, choć zagrożenie to jest istotne, bowiem operacje FIB wykonywane są w pobliżu podstawy, to nie zdarzyło się nawet przypadkowe doprowadzenie do takiego zdarzenia.

Rozcinanie belek ujawniło naprężenia własne, co doprowadziło do powstania znacznej wielkości niezgodności położenia. Przeprowadzono analizę szumu termomechanicznego oraz analizę drgań wymuszonych. Analiza drgań wykazała, że maksymalne możliwe do uzyskania wychylenia wynoszą 12,1 μm, co wynika z ograniczonej sprawności urządzenia, która wynosiła $1,8 \cdot 10^{-10}$. Była to wartość zbyt mała, by doprowadzić do zgodności położenia wyłącznie aktuacyjnie. Ponadto przeprowadzono analizę drgań wymuszonych z wykorzystaniem przetwornika OBD w celu zaobserwowania kierunku powstałego wychylenia by ustalić, czy prowadzona aktuacja przybliża przyrząd do zgodności położenia, czy pogłębia niezgodność.

Zastosowano sposoby eliminacji naprężeń własnych omówione w rozdziale 5, w tym miejscu należy wspomnieć, że przy znacznym rozwinięciu długości nastąpiło sumowanie odkształcenia. Wobec tego eliminacja naprężeń była mniej skuteczna. Z tego typu urządzeń korzystano najmniej ze wszystkich zaprojektowanych, ponieważ nie zdołano efektywnie wyeliminować niezgodności naprężeń. Przyrządy okazały się nieużyteczne pod kątem podstawowego zadania stawianego *opMEMS-om*. Powodem wady nie są jednak założenia projektu, a niedociągnięcie technologiczne, toteż możliwe będzie w kolejnych wersjach projektu wykonanie go w innej technologii, na przykład *opMEMS-SOI*.

Tabela 7. Podstawowe parametry przyrządu.

	k [mN/m]	4
	Q	6,7
	f [Hz]	1985
	R ₁₆ (pętla duża) [Ω]	514
	R ₂₅ (pętla mała) [Ω]	przerwana
	R ₃₄ (pętla płetwy) [Ω]	-
	R ₂₃ (płetwa) [Ω]	556
	η _{eth}	$1,8 \cdot 10^{-10}$
	η _{emg}	$1,9 \cdot 10^{-7}$

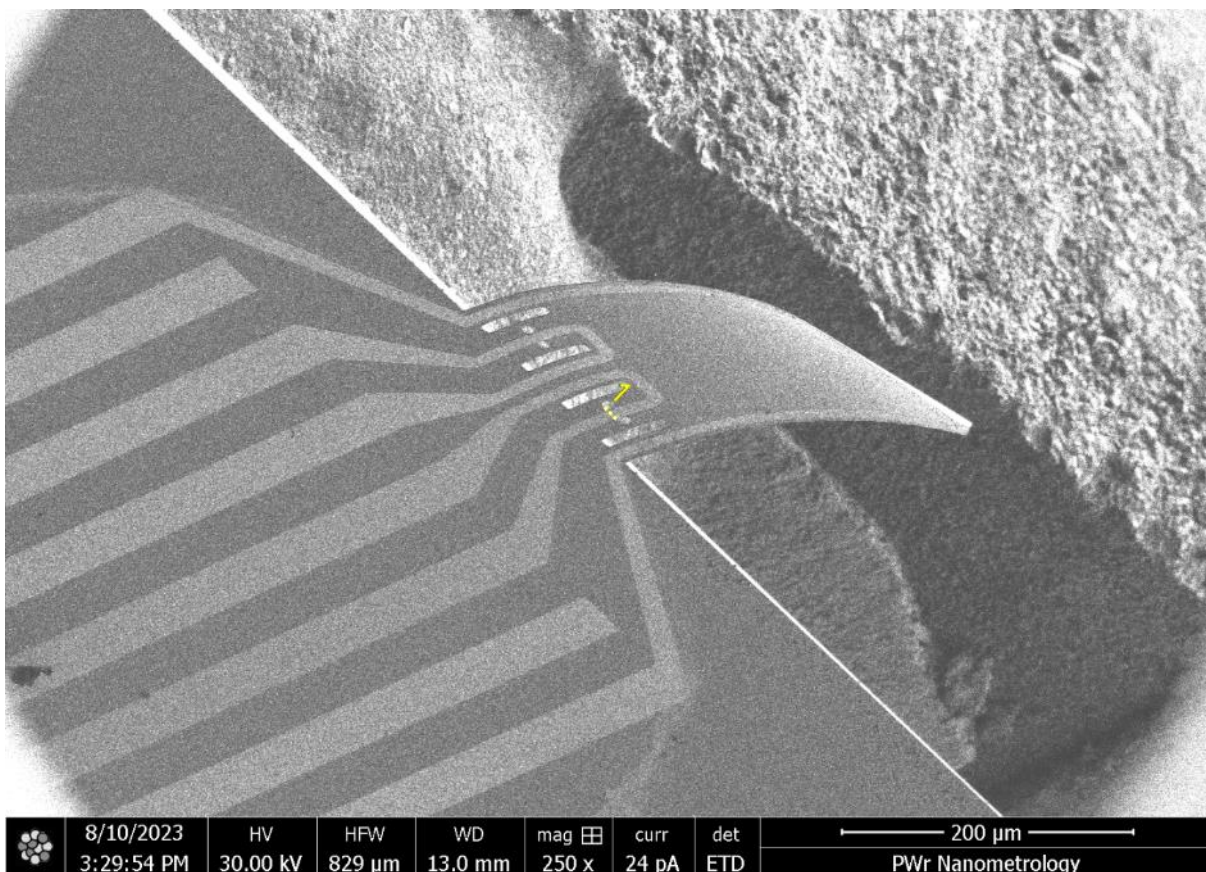
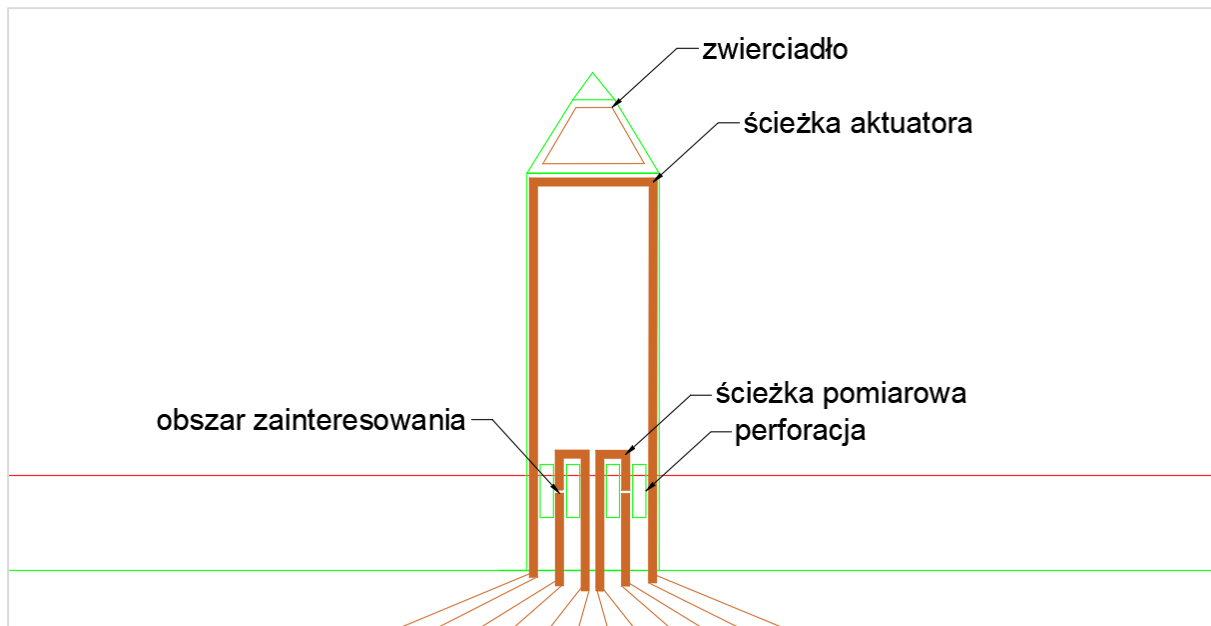


Rysunek 62. Opisany projekt technologiczny belki mocowanej jednostronnie z odniesieniem do bazy, jej obraz SEM oraz szum termomechaniczny wraz z dopasowaniem krzywej rezonansowej oraz podstawowymi parametrami oscylatora.

7.1.2. Układ belki mocowanej jednostronnie z odniesieniem wewnętrznym

Drugim typem urządzenia były belki podobnego typu, bowiem integrujące pętlę aktuatorną oraz pętlę pomiarową w rodzinie *opMEMS-kanapka*. Pętla pomiarowa została znacznie skrócona, aby zredukować rozmiar nieaktuowanego ramienia – sztywnej pętli (Rysunek 63). Miejsce pod uwolnienie obszaru zainteresowania przez rozcięcie struktury wiązką jonów zostało przygotowane jako kwadratowy obszar ze ścieżką przewodzącą. W przeciwieństwie do układu z odniesieniem do bazy, w tym wypadku całkowite rozcięcie struktury zawiera się w obrębie belki. Aby uniknąć powstania upływów przez zaimplantowaną galeń krawędź rozcięcia, wprowadzono tu po raz pierwszy przerwy stopujące. Zaplanowano je w formie otwarć wystarczająco dużych, by były wykonalne metodami fotolitograficznymi. Ich rola była dwójaka – definiowały krawędzie boczne powstającej przez rozcięcie sztywnej pętli, a zarazem stanowiły nieimplantowany fragment obwodu powstałego otworu.

W pierwszej iteracji belek były to otwory prostokątne. Niewielki uzysk procesu produkcji wskazał jednak, że podstawa była zbyt nietrwała do utrzymania całości przyrządu podczas uwalniania, toteż zmieniono kształt otworów na okrągłe, w założeniu powodujące mniejszą koncentrację naprężeń.



Rysunek 63. Opisany projekt technologiczny belki mocowanej jednostronnie z odniesieniem wewnętrznym oraz jej obraz SEM.

Belki były wyposażone również w złote zwierciadło umieszczone na końcu belki. Zwierciadło służyć miało do prowadzenia pomiarów optycznych oraz aktuacji optomechanicznej.

Zmierzone wartości prądów upływu ponownie wykazały użyteczność urządzenia do pomiarów prądów poniżej 100 pA, bowiem wartości upływów nie przekraczały 10 pA dla 10 V (1 TΩ). W zakresie do 200 V nie zdołano wywołać przebicia urządzenia. Jednak w wyniku obrazowania FIB możliwe było doprowadzenie do zmniejszenia rezystywności powierzchni. Ustalono, że dawka jonów nawet tak niewielka jak $1 \mu\text{C}/\mu\text{m}^2$ zmniejsza o rząd rezystancję izolacji, jeśli zostanie dostarczona dookoła otworów separujących obszar zainteresowania. Jest to zagrożenie, którego należy być świadomym przy wykonywaniu operacji technologicznych; utrudnia przede wszystkim lokalizację obszaru zainteresowania w obrazie jonowym⁴⁴.

Belki już wstępnie pokazywały odkształcenie od założonego, planarnego kształtu; po wykonaniu rozcięcia, powstała więc niezgodność położenia, wywołana naprężeniami własnymi. Dzięki znacznie mniejszej odległości pomiędzy uwolnionymi ramionami nie doszło jednak do znaczącego przemieszczenia w obszarze zainteresowania (wynosiło ono nie więcej niż ok. 200 nm). Ponadto, powstałą różnicę udało się zniwelować stosując wybrane metody z rozdziału 5, w szczególności wprowadzenie naprężeń wiązką jonów.

Ten układ przyrządu *opMEMS* nie jest możliwy do powtórzenia w rodzinie innej niż *opMEMS-kanapka* ze względu na konieczność zastosowania rozdzielnych linii aktuacji i detekcji. Jednym z większych problemów technologicznych napotkanych przy wykonywaniu tego typu urządzeń, było powstanie znaczącego ugięcia belki wywołanego naprężeniami własnymi. Choć nie zaburza to pracy urządzenia a jego docelowe zastosowanie wciąż jest dostępne, to znacznie utrudnia (a dla zbyt dużego kąta ugięcia – uniemożliwia) detekcję optyczną, która jest podstawową metodą analizy działania przyrządu. Spośród wykonanych serii *opMEMS-ów*, jedna była zbyt wadliwa, by możliwe było jej wdrożenie do badań. Projekt urządzenia wciąż może być ulepszany, by uniknąć tak dużych naprężeń własnych.

7.1.3. Układ belki mocowanej jednostronnie z asymetryczną belką odniesienia

Zasadniczym problemem objawiającym się w belkach z odniesieniem do nieruchomej bazy, było ograniczenie zakresu aktuacji, który mógłby umożliwić doprowadzenie do zgodności położenia. Zaprojektowano wobec tego trzeci typ struktur, w których baza odniesienia również była elementem aktywnym.

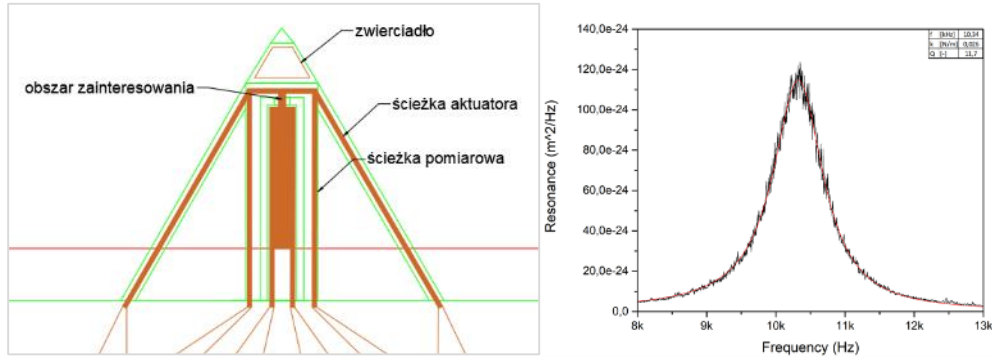
W tym celu zaprojektowano urządzenie składające się z zewnętrznej oraz wewnętrznej belki aktywnej. Każda z nich integrowała pętlę aktuacyjną. Ze względu na ograniczoną przestrzeń w pierwszej wersji nie przewidziano osobnych ścieżek przewodzących dla prowadzenia pomiarów.

Belka została wykonana w dwóch iteracjach. W pierwszej ścieżkę aktuacyjną poprowadzono osobnym ramieniem od ścieżki pomiarowej (Rysunek 64). Okazało się to rozwiązaniem niekoniecznym ze względu na niewielkie wartości prądów upływu, wpłynęło zaś negatywnie na uzysk w produkcji urządzeń – cienkie ramiona boczne były podatne na pęknięcie. W drugiej iteracji zarzucono więc to rozwinięcie i poprowadzono ścieżki jednym ramieniem.

Miejsce pod obszar zainteresowania zostało zaprojektowane jako lite połączenie materiałów nośnych, przez które przechodziła ścieżka pomiarowa. Taka forma okazała się niezbyt skuteczna ze względu na powstawanie dużych naprężeń w czasie cięcia FIB (Rysunek 65). Spiętrzone naprężenia potrafiły powodować zniszczenie lub przynajmniej niekontrolowane pęknięcie przyrządu. Z tego

⁴⁴ Na potrzeby tego działania oraz podobnych, w których konieczne było precyzyjne zastosowanie FIB bez wykonania obrazowania, opracowano następujący porządek działania. W neutralnym obszarze poza obrębem przyrządu, ale nieodległym, by płaszczyzna robocza nie uległa zmianie w wyniku krzywizny podłoża, dokonywano ogniskowania FIB i SEM w jednym punkcie. Urządzenie typu *dual-beam* konstruowane jest w taki sposób, by umożliwiać umieszczenie próbki w obu ogniskach, jednak niekiedy konieczne jest wprowadzenie korekty toru jednej z wiązek. Znalazłszy odpowiednie położenie ustalano odpowiednio mały obszar obrazowania FIB, wiązkę następnie przesłaniano. Za pomocą SEM lokalizowano odpowiedni obszar w obrębie przyrządu, po czym uruchamiano proces trawienia jonowego zadanego kształtu (w przypadku tego przyrządu – liniowego rozcięcia). Dla odpowiednio precyzyjnego zestawienia obszarów roboczych SEM i FIB z sukcesem przeprowadzono wielokrotne rozcinanie „na ślepo”.

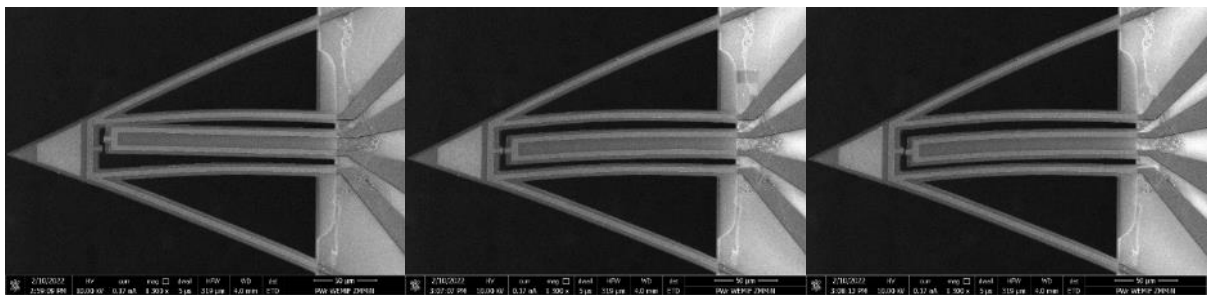
powodu w drugiej serii podjęto dwie próby zmniejszenia obszaru ciętego: wykonano przewężenie oraz, alternatywnie, perforację na całej szerokości połączenia. Przewężenie okazało się koncentrować naprężenia jeszcze podczas procesu produkcyjnego i prowadziło do zniszczenia całego przyrządu – nie udało się wykonać ani jednej belki tego typu. Perforacja natomiast spowodowała poprawę stanu przyrządu, tak że zachowywał on stabilność w procesie uwalniania, zaś podczas cięcia FIB nie pękał.



Rysunek 64. Opisany projekt technologiczny belki mocowanej jednostronnie z asymetryczną belką odniesienia oraz szum termomechaniczny wraz z dopasowaniem krzywej rezonansowej oraz podstawowymi parametrami oscylatora.

Tabela 8. Podstawowe parametry przyrządu.

	k [mN/m]	27
	Q	11,3
	f [Hz]	10300
	R_{16} [Ω]	478
	R_{25} [Ω]	458
	R_{34} [Ω]	501
	R_{23} [Ω]	464
	η_{eth}	$4,4 \cdot 10^{-7}$
	η_{emg}	$1,7 \cdot 10^{-4}$

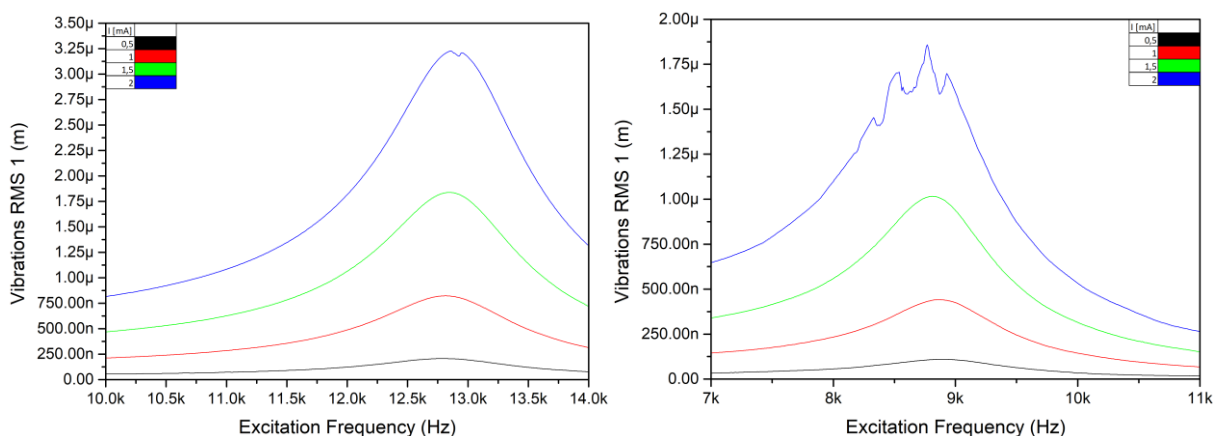


Rysunek 65. Ustalanie zgodności położenia przez operacje zogniskowaną wiązką jonów. Pomiędzy momentami uchwyconymi na obrazach, belka wewnętrzna była napromieniowana strumieniem jonów o łącznym ładunku $1 \mu\text{C}/\text{cm}^2$. Obrazy zamieszczone dzięki uprzejmości mgr inż. Eweliny Gackiej.

Zmierzone wartości prądów upływu ponownie wykazały użyteczność urządzenia do pomiarów prądów poniżej 100 pA, bowiem wartości upływów nie przekraczały 10 pA dla 10 V (1 TΩ). W zakresie do 200 V nie zdołano wywołać przebicia urządzenia. Taka forma przyrządu jest odporna na spowodowanie upływu równoległego do obszaru zainteresowania przez implantację jonów galu, jednak bliskość obszaru zainteresowania i ścieżek przewodzących aktuatorów sprawia, że możliwe jest przypadkowe pogorszenie izolacji pomiędzy nimi. By nie wprowadzać dodatkowego osłabienia przyrządu, nie zapobieżono takiemu ryzyku konstrukcyjnie. Konieczne było odpowiednio ostrożne obrazowanie FIB (vide – przypis 44.).

Bliska lokalizacja nie uchroniła przyrządu przez niezgodnością położenia po rozcięciu, jednak w tym układzie obie struktury mogą być modyfikowane pod kątem dopasowania naprężeń własnych. Dopasowanie polegało więc na ugięciu jednej z belek przez wprowadzenie naprężeń wiązką jonów. Już stosunkowo niewielka dawka (1 μC/cm²) pozwoliła na wprowadzenie pożądanego ugięcia; kolejna spowodowała niezgodność położenia w przeciwnym kierunku (Rysunek 65).

Zakres ruchu w obrębie obszaru zainteresowania był dyktowany przez szerszy z zakresów spośród dwóch belek (wewnętrznej i zewnętrznej). Wykazano, że większym zakresem dysponuje belka zewnętrzna ze względu na większą długość ramion i mniejszą sztywność (Rysunek 66). Co istotne z punktu widzenia pomiarowego, dwie belki składowe posiadały znacznie różne częstotliwości rezonansowe. Stwarza to możliwość prowadzenia pomiarów w warunkach modulacji częstotliwości.



Rysunek 66. Charakterystyki widmowe aktuacji belki (po lewej) oraz asymetrycznej belki odniesienia (po prawej) po ich rozcięciu.

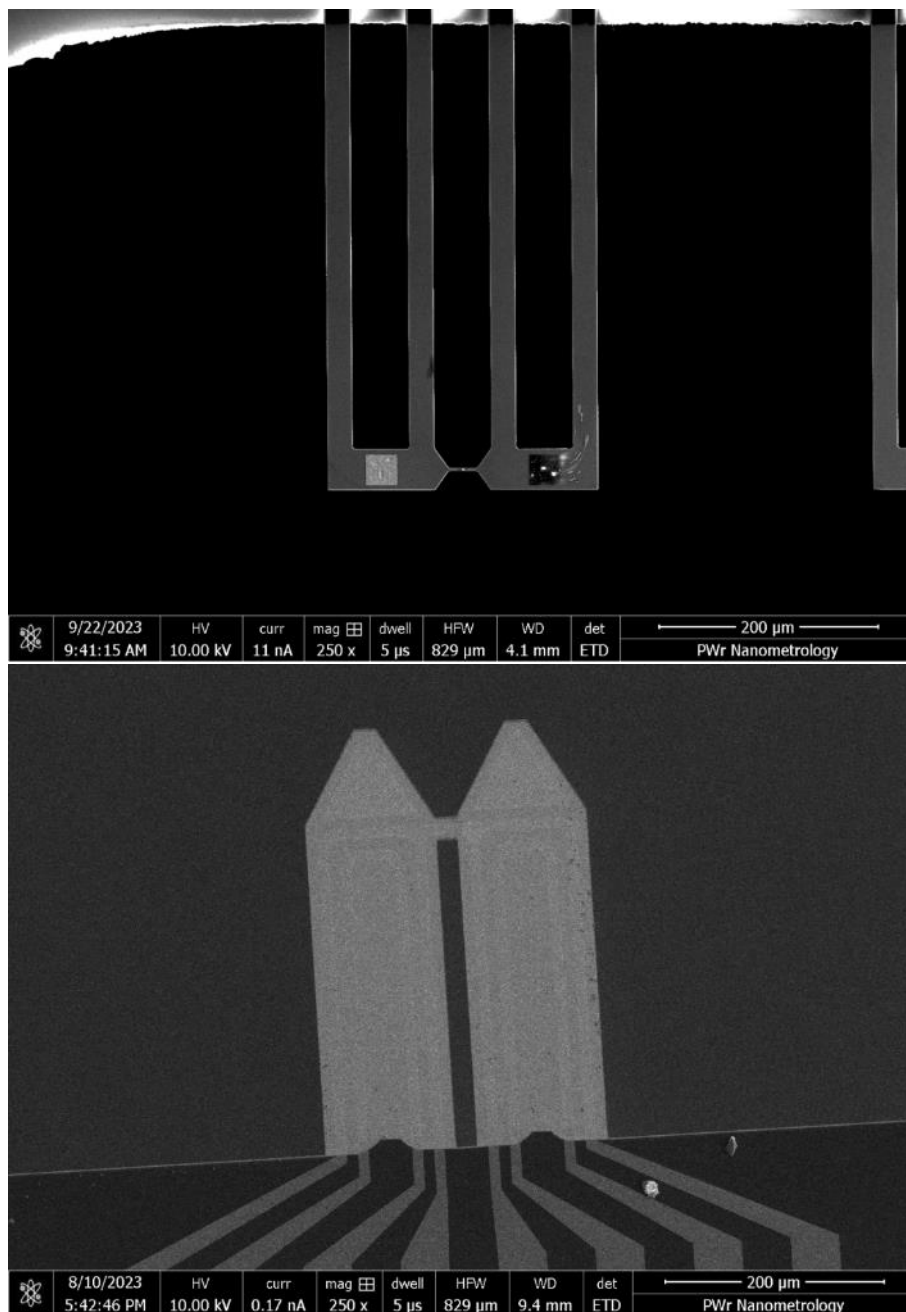
7.1.4. Układ belki mocowanej jednostronnie z symetryczną belką odniesienia

Układ został zaproponowany jako odporny na dotychczas występujące niedopasowanie położenia wywołane asymetrią belki i odniesienia. W układzie symetrycznym, nawet w sytuacji powstałych naprężeń własnych, belki powinny pozostać zgodne w położeniu. Zagrożeniem było pojawienie się naprężeń poprzecznych, ponieważ taki złożony stan wyężenia jest trudny do wyeliminowania. Z tego względu wykonano dwie serie urządzeń – jedne z rodziny *opMEMS-SOI*, drugie zaś z rodziny *opMEMS-kanapka*.

Belki integrowały ścieżkę przewodzącą aktuatora oraz ścieżkę przewodzącą pomiarową w rodzinie *opMEMS-kanapka* oraz wspólną pętlę aktuacji-detekcji w układzie *opMEMS-SOI* (Rysunek 67). Rozcięcie belek było przewidziane w miejscu przewężenia-łącznika pomiędzy dwoma środkowymi ramionami.

Podobnie jak w belkach z asymetryczną belką odniesienia, i w tych obecne były pewne naprężenia własne powodujące ugięcie struktury. W rodzinie *opMEMS-SOI* (wykonanej w pierwszej kolejności) ugięcie było jednak minimalne, a krzywizna struktury była ciężka do zaobserwowania. W rodzinie

opMEMS-kanapka były to wychylenia znacznych wielkości (nawet do 90° strzałki ugięcia), lecz ze względu na symetrię w obu belkach składowych były jednakowe. W niektórych urządzeniach były to zbyt duże ugięcia, by możliwe było ich zastosowanie (jak w podrozdziale 7.1.2), jednak nawet wówczas przyrząd spełniał swoją podstawową funkcjonalność – zapewniał zgodność położenia w obszarze zainteresowania.



Rysunek 67. Obrazy SEM belek mocowanych jednostronnie z symetryczną belką odniesienia wykonanych w technologii *opMEMS-SOI* (powyżej) oraz *opMEMS-kanapka* (poniżej).

Obie belki posiadały bardzo zbliżoną częstotliwość rezonansową. Była to sytuacja korzystna, bowiem w badaniach można było wykorzystać aktywację obu belek w przeciwfazie, a tym samym zwiększyć zakres ruchu o wzmocnienie rezonansowe. Drobną rozbieżność częstotliwości rezonansowych można było zniwelować przez osadzenie FBID – zwiększenie masy drgającej zmniejsza częstotliwość rezonansową. Możliwa również była taka modyfikacja, by obie belki nie rezonowały z jednakową częstotliwością, co sprowadzało je do sytuacji opisanej w podpunkcie 7.1.3.

Rodzina *opMEMS-SOI* posiada niezbywalną wadę w postaci przewodzenia prądu przez całą objętość struktury o znacznej (1000 nm) grubości, co powoduje, że w obszarze zainteresowania trudno jest wyróżnić najbliższe punkty. W obserwacjach prowadzonych wewnątrz LiS nie było możliwe określenie, czy dwa przyrządy NEMS są w istocie zlokalizowane przestrzennie, ponieważ wynikiem obrazowania SEM jest obraz dwuwymiarowy. Dla dokładnego określenia pozycji, konieczna była zmiana kąta padania wiązki elektronowej, co komplikowało proces. Dla rodziny *opMEMS-kanapka* problem nie występował z powodu mniejszej grubości struktury oraz konieczności wytworzenia połączenia między przewodzącymi ścieżkami na powierzchniach wierzchnich.

Rodziny posiadają różne sprawności aktuacji. *opMEMS-SOI* nie są bimorficzne, wobec czego nie są podatne na aktuację termomechaniczną, lecz elektromagnetyczną, co potwierdzono pomiarowo. *opMEMS-kanapka* posiada znacznie większą sprawność aktuacji elektrotermicznej, co czyni ją lepiej dostosowaną do operacji wewnątrz LiS-u.

Dla obu rodzin zmierzone prądy upływu nie przekraczały 10 pA dla 10 V (1 TΩ). W zakresie do 200 V nie zdołano wywołać przebiecia urządzenia. Ze względu na brak materiału podporowego pomiędzy elektrodami obszaru zainteresowania, obrazowanie FIB nie zmniejszało rezystancji izolacji. W rodzinie *opMEMS-kanapka* wciąż możliwe było spowodowanie pogorszenia izolacji pomiędzy ścieżkami pomiarowymi a ścieżkami aktuacji.

Poza wskazanymi dwoma problemami, belka mocowana jednostronnie z symetryczną belką odniesienia w rodzinie *opMEMS-SOI* może być uznana za urządzenie udane – do tego stopnia, że kolejne partie urządzeń były wykonywane bez iteracyjnych zmian w projekcie. Ten sam przyrząd wykonany w rodzinie *opMEMS-kanapka* nie spełnił pokładanych w nim oczekiwań, wobec czego prowadzone będą dalsze prace w celu poprawy rozwiązania.

7.1.5. Układ belki mocowanej dwustronnie z odniesieniem wewnętrznym

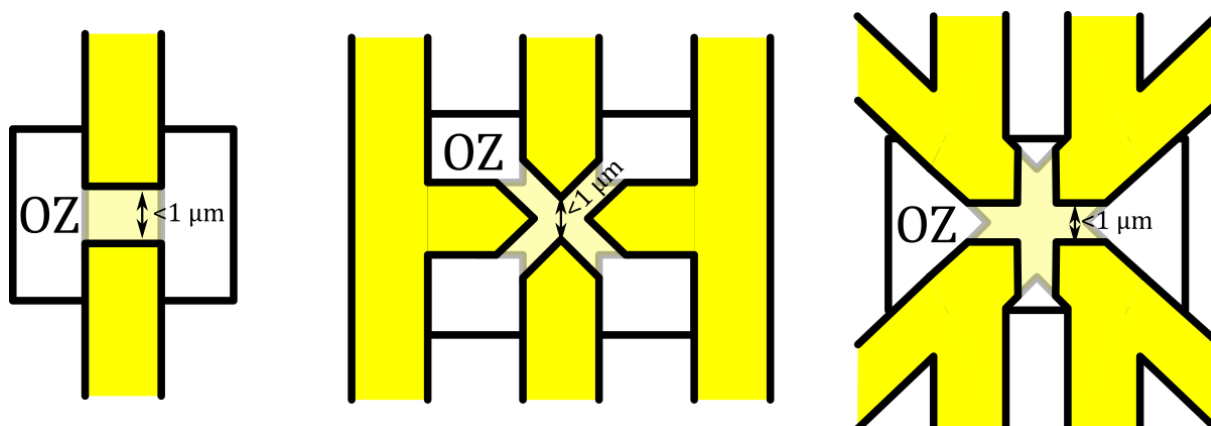
Belkom mocowanym dwustronnie – mostkom⁴⁵ poświęcono najwięcej uwagi, jako że ich forma wspiera wytwarzanie najbardziej kompletnych przyrządów pomiarowych. Z tego względu powstało najwięcej iteracji tych przyrządów (bowiem aż 3), w kilkunastu formach. Wszystkie należały do rodziny *opMEMS-Si₃N₄*, a podłożem był krzem monokrystaliczny w orientacji <110>. Dzięki temu możliwe było uzyskanie mostka o dokładnie określonej grubości i zdefiniowanej krawędzi zamocowania.

Mostki wszystkich form miały 600 μm długości i od 80 do 120 μm szerokości. W pierwszych dwu iteracjach mostki były wykonane na warstwie azotku krzemu o grubości 100 nm z metalizacją grubości 50 nm. Spiętrzenie naprężeń strukturalnych w stosunkowo grubej warstwie azotku krzemu prowadziło jednak do pękania, powodując niewielki uzysk produkcji. Z tego względu trzecia seria została wykonana na azotku krzemu grubości 40 nm z metalizacją grubości również 40 nm. Ponadto, w celu zwiększenia wytrzymałości mostków, zmieniono kształt i wielkości otworów. Wszystkie serie posiadały dwie symetryczne ścieżki aktuatorów umieszczone na obrzeżach mostka oraz pewien układ połączeń pomiarowych w osi symetrii.

Mostki występowały w typach oznaczonych jako E₋, E0₋ i E1₋, puste miejsce było oznaczeniem typu postka. Podstawowym typem były mostki E₋1 (w iteracjach E1, E01 i E11), które integrować miały pojedynczą ścieżkę pomiarową (Rysunek 68). Funkcjonalnie służyć mogły do prowadzenia tych samych pomiarów, które umożliwiały powyższe przyrządy belkowe, jednak z większą rozdzielczością położenia, co wynika z geometrii mostka. W celu ograniczenia prądów upływu dodatkowe ścieżki ekranujące zostały poprowadzone pomiędzy ścieżkami pomiarową a aktuującą. Ich rolą było odprowadzać ewentualny upływ oraz prowadzić jego pomiar, by możliwe było odjęcie go od mierzonej wartości. Przyrządy były montowane po dwa w jednym układzie krzemowym o łącznej liczbie 14

⁴⁵ W kontekście elektrotechnicznym mostek nie jest szczęśliwym określeniem, bowiem definiuje pewną formę układu elektrycznego. Kształt belki dwustronnie utwierdzonej jednoznacznie jednak kojarzy się z mostem, stąd intuicyjnie rozumiana nazwa. W miejscach tej pracy, gdzie mowa jest o mostkach elektrycznych, zostało to wyraźnie zaznaczone.

drutowych połączeń sygnałowych (ścieżki ekranujące każdego pozostawały na wspólnym potencjale z metalizacją na powierzchni azotku⁴⁶).



Rysunek 68. Układy ścieżek przewodzących w obszarach zainteresowania (OZ) *opMEMS-Si₃N₄* z odniesieniem wewnętrznym odpowiednio: I-kształtne, H-kształtne i X-kształtne.

Zaawansowany typ E_2 (ponownie w iteracjach E2, E02 i E12) dodawał w obszarze zainteresowania poprzeczne linie pomiarowe połączone ze ścieżkami ekranującymi (Rysunek 68). Ze względu na kształt ścieżek w obszarze zainteresowania mostki nazywane były potocznie „H-kształtnymi”. Można było przeprowadzić cięcie FIB w taki sposób, by oddzielić od siebie cztery ścieżki, tworząc czteropunktowy układ pomiarowy lub odciąć ścieżki boczne, doprowadzając układ do funkcjonalności typu EX1. Każda ze ścieżek potencjalnie sygnałowych została podłączona osobnym połączeniem drutowym, więc łącznie konieczne było doprowadzenie 16 połączeń do dwu umieszczonych w układzie przyrządów.

Typ E_3 (wyłącznie w dwu iteracjach E03 i E13) posiadał obszar zainteresowania z doprowadzonymi ośmioma sygnałami pomiarowymi (Rysunek 68). Ze względu na minimalne wymiary struktur w obrębie przyrządu, konieczne było zrezygnowanie ze ścieżek ekranujących by nie zwiększać istotnie jego szerokości (tym samym – sztywności). Nie wszystkie osiem połączeń zostało również doprowadzonych na tę samą odległość od obszaru zainteresowania, zamiast tego zostały połączone parami ok. 15 μm poza nim. Doprowadzone krzyżowo cztery ścieżki pomiarowe były powodem potocznej nazwy mostków – „X-kształtne”. W razie potrzeby możliwe było rozdzielenie ich na osiem ścieżek pomiarowych, co jest wystarczającą liczbą do przeprowadzenia podwójnego czteropunktowego pomiaru rezystancji. Łączna liczba połączeń wynosiła 12, wobec czego te przyrządy montowane były pojedynczo.

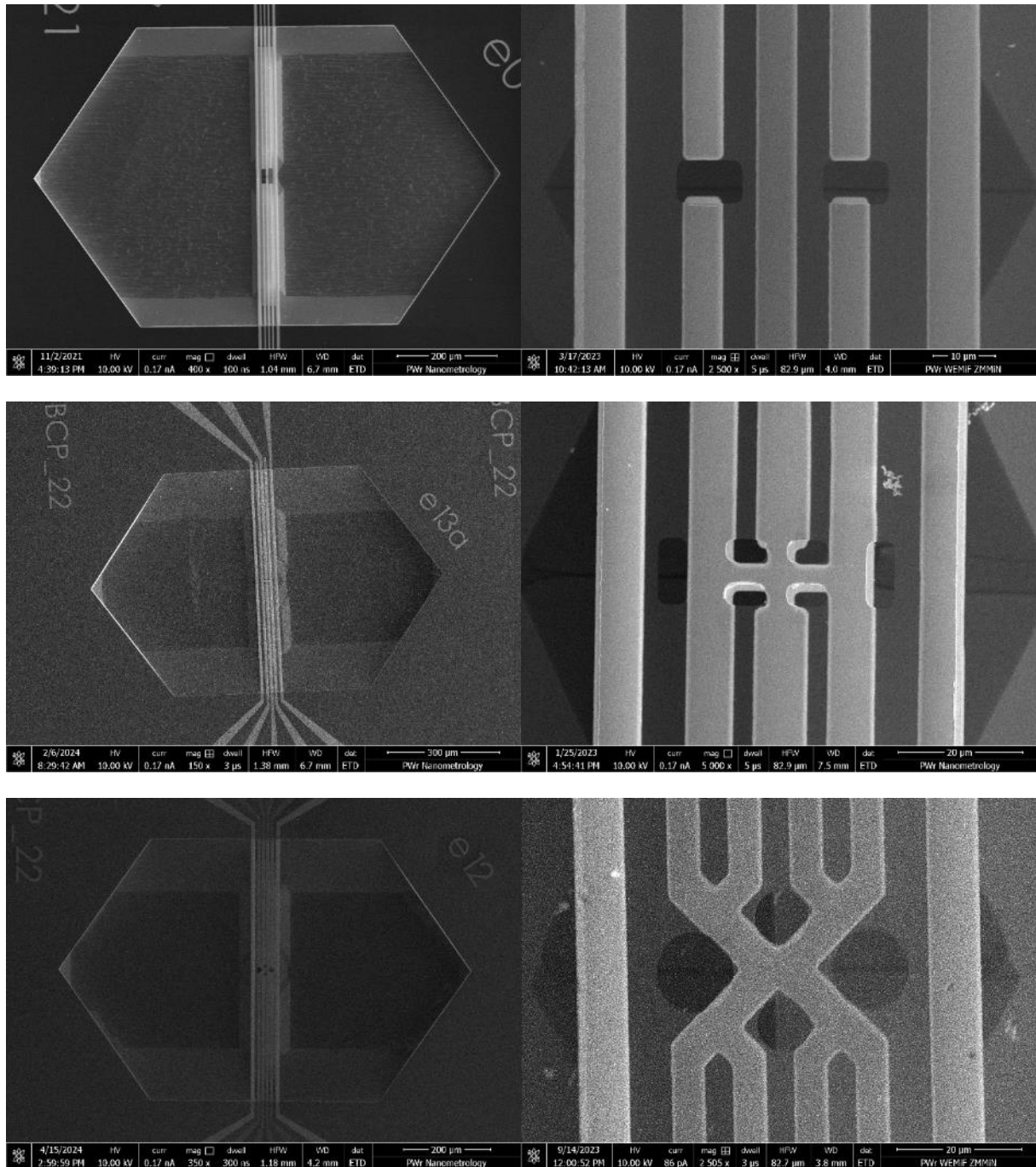
Typ E_4 (wyłącznie jedna iteracja) funkcjonalnie był tożsamy z typem EX1, jednak ścieżki aktuatorów zostały poprowadzone w zamkniętych pętlach. Miało to na celu zapobieżenie rozpraszaniu ciepła podczas aktuacji w całej objętości przyrządu. Typ E4 nie został porównany z E1, ponieważ asymetria struktury spowodowała spiętrzenie naprężeń i zniszczenie podczas uwalniania. Nie udało się wykonać żadnego przyrządu tego typu.

Typ E_5 wyróżniał się drabinką obszarów zainteresowania. Był przewidziany jako platforma wielokrotnego użytku, ponieważ jeden przyrząd integrował cztery potencjalne obszary zainteresowania; miał ponadto służyć do badania zjawisk zachodzących równolegle. Choć pojedyncze przyrządy tego typu zostały wykonane, to nie znalazły jak dotąd zastosowania w prowadzonych badaniach.

Ze względu na niewielkie przestrzenie (rzędu szerokości ścieżki) pomiędzy ścieżkami pomiarowymi a pozostałymi, najważniejszym parametrem ograniczającym pomiary elektryczne były wartości prądów upływu. Przyrządy E1-E3, badane pod kątem izolacji pomiędzy ścieżkami

⁴⁶ Metalizacje na powierzchni struktury poza obrębem przyrządu pozostawiono z powodów technologicznych – usunięcie dużej powierzchni metalizacji mogło prowadzić do intensywniejszej redepozycji.

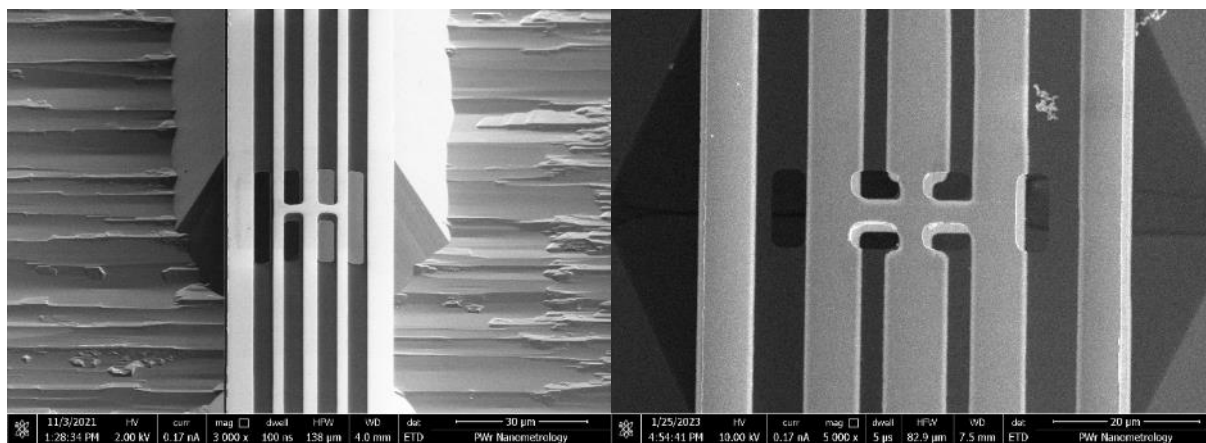
pomiarowymi a aktuacji oraz – po rozcięciu – na wskroś obszaru zainteresowania wykazywały upływ na poziomie 1 nA przy 10 V wymuszenia lub większe. Dodatkowo charakterystyka prądowo-napięciowa upływów nie była liniowa (rezystancyjna), a eksponencjalna (złączowa bądź emisyjna). Prawdopodobnym powodem była charakterystyka procesu technologicznego nakładania warstwy metalizacji, wykorzystano bowiem odwzorowanie negatywowe z maskowaniem ścieżek przewodzących i odsłonięciem metalizacji pod RIE. Prawdopodobną przyczyną szczątkowej rezystancji powierzchni była redepozycja trawionej metalizacji lub niekompletne jej usunięcie. W plazmie tlenowej, którą wykorzystywano do RIE, trawiony był jednak również azotek krzemu, wobec czego próby głębszego trawienia – „doczyszczania” – powodowały osłabienie warstwy nośnej i uszkodzenie przyrządów.



Rysunek 69. Przyrządy typów E11, E12 i E13 pokazane w pełnym wymiarze oraz w zbliżeniu na obszarze zainteresowania.

W iteracji drugiej (E01-E03) zastosowano proces tzw. *lift-off* (ang. *lift-off*, oderwać się od ziemi), w którym metalizacja była nakładana na pozytywową warstwę kopiową; ta następnie została usunięta wraz ze zbędnymi elementami metalizacji. Zapobiegło to zarówno redepozycji jak i obecności metalu na powierzchniach izolujących. Ponadto zmieniono projekt, zwiększając odległości pomiędzy ścieżkami przewodzącymi. Uprawy przyrządów iteracji drugiej nie przekraczały 100 pA dla 10 V, do 200 V nie stwierdzono zaś przebicia elektrycznego ani nieliniowości charakterystyki prądowo-napięciowej.

Trzecia iteracja (E11-E13) została wykonana na cieńszym, izolacyjnie lepszym azotku krzemu. Zaowocowało to zmniejszeniem prądów upływu poniżej 10 pA dla 10 V, czyli wartości porównywalnej z pozostałymi rodzinami, na granicy możliwości pomiaru. Zmniejszenie grubości zmniejszyło jednak napięcie przebicia do teoretycznie 80 V (ponieważ podwójna grubość azotku krzemu w przyrządzie to 80 nm, a jego wytrzymałość dielektryczna to około 1 GV/m). W praktyce wykazano, że przebicie następuje dopiero dla wymuszenia ok. 100 V, co jest prawdopodobnie powodowane większą niż zakładana wytrzymałością dielektryczną. Jest to istotne ograniczenie przyrządów *opMEMS-Si₃N₄*, które wykorzystywano wyłącznie do pomiarów, w których napięcia w obszarze zainteresowania nie przekraczały 50 V – wartości koniecznej do przebicia pojedynczej warstwy azotku krzemu. Pomiar i wyznaczanie wartości napięcia przebicia było bowiem prowadzone z tak zwaną „wiszącą masą” krzemu w podłożu przyrządu, czyli jego potencjał ustalał się indukcyjnie na pośredni pomiędzy potencjałami badanych ścieżek.



Rysunek 70. Różnica w formie obszaru zainteresowania pomiędzy iteracjami E03 a E13. Zmniejszone otwory oraz odległości pomiędzy ścieżkami detektora, jak również poszerzone ścieżki poprawiły stabilność przyrządu. Obrazy zamieszczone dzięki uprzejmości mgr inż. Eweliny Gackiej.

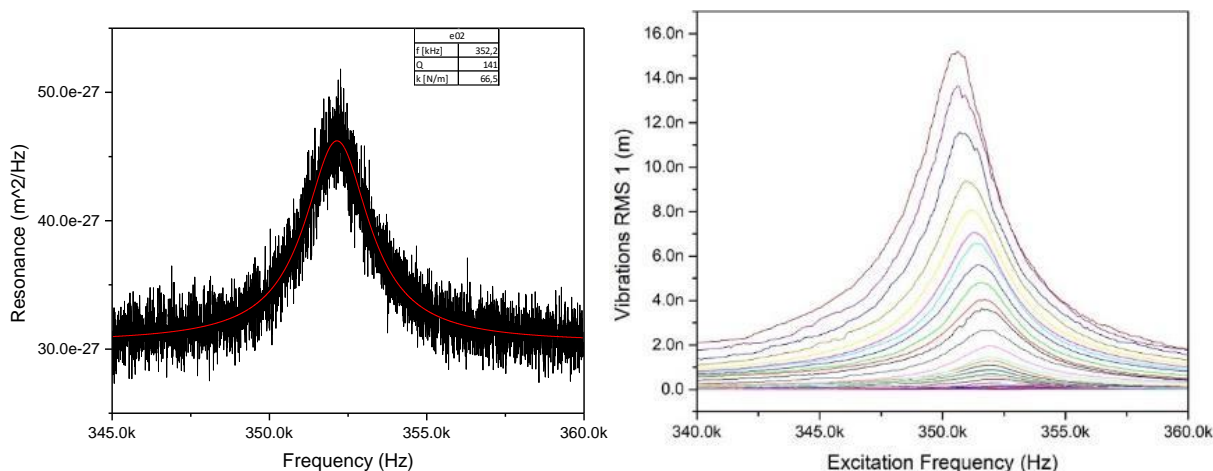
Wszystkie trzy typy przyrządów wykazywały bardzo podobne wartości parametrów harmonicznych (Rysunek 71). Nie ustalono tendencji zależnej od formy, prawdopodobnie została ona ukryta przez zróżnicowanie przyrządów wynikające z uwarunkowań technologicznych.

Istotne w operacjach tym typem przyrządów było niwelowanie naprężeń własnych, powodujących niezgodność położenia oraz uszkodzenia struktur. We wszystkich przyrządach występowało charakterystyczne „łódeczkowanie” czyli poprzeczne zwiżanie się mostka. W typie EX1 wywoływało to ugięcie swobodnych ramion mostka po wykonaniu rozcięcia w obszarze zainteresowania; w typach EX2 i EX3 podnoszenie osiowych i obniżanie poprzecznych swobodnych ramion. Wyrównanie ich było głównym zadaniem prac prowadzonych z mostkami *opMEMS*.

Analiza MES wykazała, że naprężenia własne wywoływane są termicznie w wyniku ochłodzenia struktury po zakończeniu procesu technologicznego. Z braku możliwości użytkowania *opMEMS-ów* w temperaturach procesowych, konieczne było zastosowanie metod opisanych w rozdziale 5. Prowadzono przede wszystkim wytwarzanie i odpuszczanie naprężeń za pomocą wiązki jonów oraz odpuszczanie naprężeń za pomocą modyfikacji topologicznych. Naprężony element mostka odcinano od warstwy przenoszącej naprężenia (modyfikacja topologiczna), a uwolniony poddawano

naprężeniom wytworzonym wiązką jonów w celu ugięcia w założonym kierunku. Proces prowadzono wieloetapowo w celu dokładnej kontroli nad powstałym odkształceniem. Niezgodność położenia zredukowano nawet poniżej 100 nm niezgodności w obszarze zainteresowania – pozostały dystans zredukowano przez wytworzenie nanostruktury zgodnej w położeniu, korzystając z rozdzielczości oferowanej przez FBID oraz aktytację przyrządu (Rysunek 71).

Zagadnienie wykorzystania *opMEMS*-ów w formie przedstawionej w tym podrozdziale zostało wyczerpująco opisane w publikacji „*New design of operational MEMS bridges for vacuum nanoelectronics based on focused electron beam induced deposition*” zgłoszonej do recenzji w czasopiśmie Beilstein Journal of Nanotechnology, obecnie w akceptacji edytora po poprawie uwag rezydentów.



Rysunek 71. Charakterystyka szumu termomechanicznego wybranego przyrządu E11 oraz aktywacji prądami o wartościach akuteicznych do 2 mA.

7.2. Ocena zdolności rozdzielczej przyrządów *opMEMS*

7.2.1. Rozdzielczość przyrządów *opMEMS* a układów je zawierających

Przyrządy *opMEMS* stanowią platformę eksperymentalną, która – ogólnie rzecz ujmując – pozwala na prowadzenie badań w nanoskali. Zasadniczym powodem ograniczenia rozdzielczości (jak opisano we wstępie) jest szum obecny w mierzonym sygnale. Wobec tego błędem byłoby rozpatrywanie *opMEMS*-ów w oderwaniu od rzeczywistego układu pomiarowego, w którym są stosowane.

Rachunek błędu w skali, w której rozdzielczość pomiaru staje się tożsama z szumem układu, można prowadzić metodami bilansu szumu. Niekiedy jest to jedyna metoda, ponieważ niemożliwe jest określenie poziomu szumu w układzie, gdyż niemożliwe jest zebranie serii pomiarów. Należy odróżnić również szum pomiaru od zaszumienia – niestabilności samego procesu. Przykładem niech będzie pomiar prądu emisji polowej (*vide* – rozdział 8.), który może być mierzony z przedstawioną rozdzielczością, lecz jego wielkość zmienia się dynamicznie w trakcie pomiaru.

Prowadzi to również do wspomnianego już zagadnienia działania zwrotnego pomiaru, które następuje, gdy dynamiczna zmiana wielkości mierzonej jest wynikiem prowadzenia pomiaru. Wówczas szum procesu i szum pomiaru stają się nierozłącznie splątane.

Zasadna jest więc niezależna ocena szumu *opMEMS*-a jako przyrządu oraz układu pomiarowego opartego o *opMEMS*. Możliwe jest wówczas określenie, jak duży jest wpływ samego przyrządu na parametry pomiaru.

W rachunku szumu istotną wielkością jest PSD/ESD (*vide* – podrozdział 3.3.3), która określa wielkość zakłóceń w relacji do pasma pomiaru. Wielkością PSD są waty na herce, zaś ESD – sygnał na pierwiastek z herca; sygnałem jest jednostka odpowiedniej wielkości fizycznej. Bilans szumów prowadzony w PSD przyjmuje postać sumy arytmetycznej, a ESD – sumy geometrycznej. Wielkości

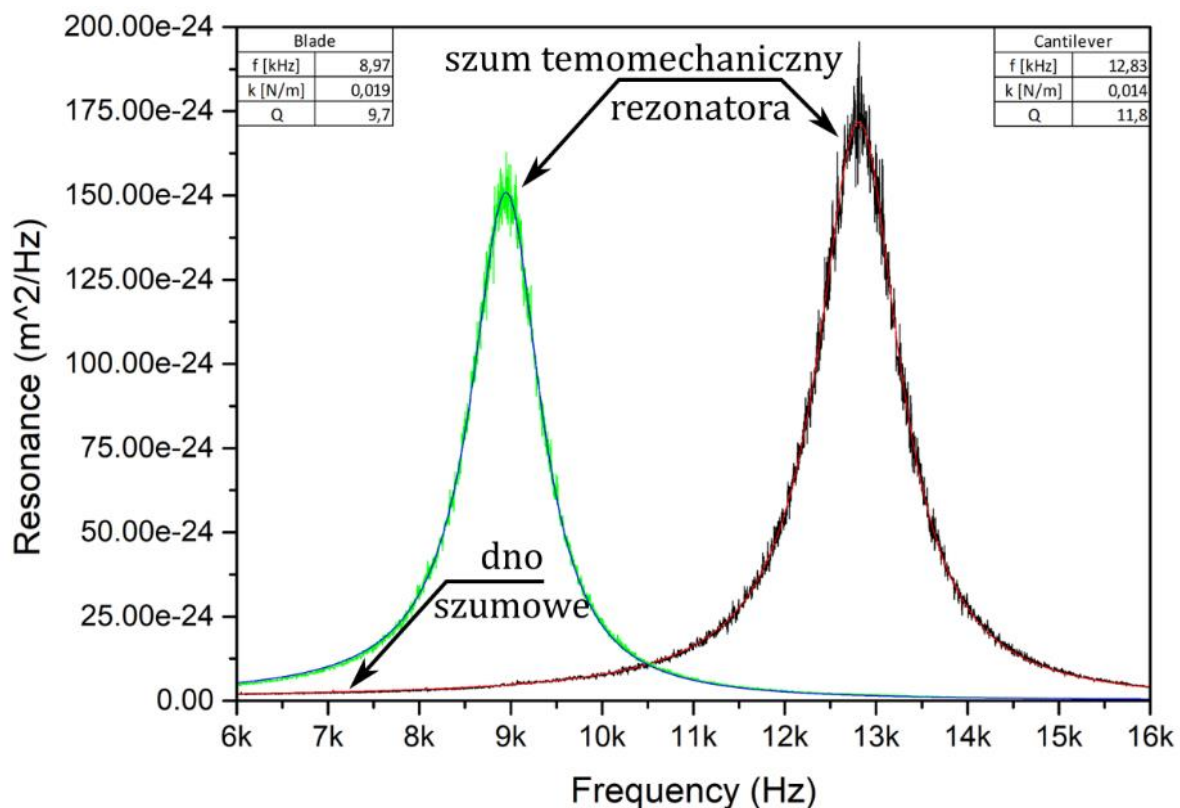
mogą być używane zamiennie, ponieważ są sobie równoważne tak długo, jak badany proces stochastyczny jest stacjonarny w szerszym zakresie – PSD wynosi więc tyle, co kwadrat z ESD.

7.2.2. Rozdzielczość mechaniczna

Najistotniejszą z szeregu przyczyn ograniczających rozdzielczość pomiarową jest szum termiczny struktury atomowej ciała stałego, opisany wyczerpująco w podrozdziale 3.3.3. Stanowi on niezbywalne źródło szumu położenia. Wyłącznym sposobem na redukcję szumu termomechanicznego jest zmniejszenie temperatury pracy przyrządu, co nie może być zastosowane na tym etapie rozwoju LiS. Takie układy są jednak demonstrowane, jak choćby w [311] lub [312].

Istotny wpływ ma również szum akustyczny, który propagowany jest w otoczeniu przez medium (powietrze) lub podłoże. Środowiskiem docelowym stosowania przyrządów *opMEMS* jest wysoka próżnia, która uniemożliwia propagację przez medium, lecz absolutna eliminacja szumu akustycznego nie jest możliwa przez wzgląd na konieczność stosowania zamocowania o pewnej skończenie małej sztywności. Wartość szumu akustycznego w próżni można jednak uznać za pomijalnie małą.

Te dwie wielkości określają rozdzielczość samego przyrządu *opMEMS*. Nie ma możliwości ilościowej oceny wielkości szumu akustycznego przed wykonaniem pomiaru, toteż jego wielkość może być wyłącznie wtórnie wyznaczona na podstawie bilansu szumu układu.



Rysunek 72. Charakterystyki spektralne szumu przyrządu, które ujawniają poziom szumu termomechanicznego oraz innych źródeł zakłóceń.

Pomiary szumu termomechanicznego (Rysunek 72) prowadzono wibrometrycznie. Oceniono, że PSD szumu urządzenia pomiarowego – wibrometru marki SIOS wraz z układem akwizycji danych – odpowiada deklaracji producenta i wynosi $5 \text{ pmHz}^{-0.5}$. PSD szumu termomechanicznego można oszacować na podstawie wartości sztywności, której znajomość zakłada się z błędem 5 % (co wynika z metody pomiaru). Wyznaczona w ten sposób teoretyczna wartość szumu termomechanicznego pozwala ocenić rzeczywisty poziom szumu akustycznego, który ulega wygaszeniu w próżni. Dla *opMEMS*-ów (choć zależy to od typu urządzenia) wartość rozdzielczości wynosi nie mniej niż 0,7 pm.

Własności przyrządu zostają pogorszone przez własności układu pomiarowego, w którym sumowana jest również składowa wynikająca z metody pomiarowej (uwzględniana już przy wyznaczeniu parametrów urządzenia) oraz składowa wynikająca z aktuacji. Należy rozróżnić składową szumu celowej aktuacji oraz pasożytniczą aktuację sygnałem pomiarowym. Wielkość szumu aktuacji jest wyznaczona na podstawie rozdzielczości aktuacji (*vide* – podrozdział 2.2) i dla najczęściej stosowanej aktuacji termomechanicznej wynosiła mniej niż 0,1 fm, co wynika z szumu stabilizowanego źródła prądowego, a co jest wielkością pomijalnie małą.

Sumaryczna rozdzielczość pomiaru może być określona na poziomie wynikającym z wielkości szumu termomechanicznego (ponieważ inne potencjalne źródła zakłóceń wprowadzają je na zanedbywalnie małym poziomie). Nie sposób wobec tego wskazać uniwersalną rozdzielczość opMEMS-ów, jako że jest to zależne od typu i egzemplarza przyrządu. Niemniej, jest to wartość wystarczająca do oceny zachowań nanostruktury w skali zadanej założeniami projektowymi.

7.2.3. Rozdzielczości elektryczna

Pomiary elektryczne ograniczone są przez szum napięciowy i prądowy rezystorów, którymi są ścieżki pomiarowe *opMEMS-a*. Szum napięciowy może być obliczony na podstawie standardowego wzoru wiążącego PSD ze stałą Boltzmanna, pasmem pomiaru, temperaturą i rezystancją. Widać tym samym, że wartość szumu jest silnie związana z objętością dynamiką pomiaru – im szersze pasmo, tym wartość szumu napięciowego jest większa. Ogranicza to silnie rozdzielczość pomiarów zjawisk dynamicznych. Szum prądowy zależny jest od typu przewodnictwa, więc od materiału rezystora. Wielkość szumu prądowego wyznaczana jest eksperymentalnie [313], jednak co do zasady jest proporcjonalna do temperatury, a odwrotnie proporcjonalna do pasma i rezystancji.

Szum napięciowy ścieżek pomiarowych wynika z ich rezystancji – ok. 200 Ω na ścieżkę (dokładne wartości należy wyznaczyć dla konkretnego przyrządu) – i wynosi dla tej wartości 0,91 nVHz^{-0.5}.

Poza samym urządzeniem, źródłami szumu są pozostałe rezystancje obecne w układzie – przede wszystkim rezystory ograniczające o znacznym oporze – ich szum napięciowy wynosi 643 nVHz^{-0.5}; prądowy jest pomijalnie mały z uwagi na dużą wartość rezystancji. W porównaniu z tą wartością, szumy wprowadzane przez przewody i złącza są pomijalnie małe.

Dzięki konstrukcji układu pomiarowego z zapewnieniem ekranowania elektromagnetycznego torów sygnałowych oraz umieszczeniu przyrządu *opMEMS* w ekranowanej komorze próżniowej, przyjmuje się, że wartości szumów wyindukowanych są pomijalnie małe.

Samo urządzenie pomiarowe w postaci SMU lub omomierza również posiada ograniczoną rozdzielczość. Dla SMU Keithley 2634B, najczęściej wykorzystywanego w pomiarach *opMEMS-ów*, są to wartości na poziomie 225 μV w paśmie 50 Hz szumu napięciowego i 240 pA w paśmie 5 Hz w idealnych warunkach deklarowanych przez producenta. Wartości zależą również od dobranego zakresu pomiarowego oraz od trybu pracy źródła mierzącego, bowiem źródło posiada gorsze właściwości szumowe. Dla przykładu: dla standardowo stosowanych w pomiarach prądowych nanostruktur zakresów 200 V pracy źródła napięciowego i 10 nA zakresu amperomierza, rozdzielczość wynosi 50 mV oraz 3 pA. Wobec tych wartości, wielkości szumów pozostałych elementów układu są bez znaczenia.

Jak bezpośrednio wynika z przedstawionej analizy, głównym ograniczeniem pomiarów jest urządzenie zewnętrzne. Jego rozdzielczości uniemożliwiają osiągnięcie poziomu rozdzielczości pomiaru, który byłby ograniczony przez przyrząd *opMEMS*.

7.2.4. Rozdzielczość termiczna

Rozdzielczość termiczna przyrządów *opMEMS* zależy od właściwej konstrukcji czujnika temperatury. Możliwe jest zastosowanie technologicznie wykonanego termorezystora – przewężonej metalizacji platynowej. Alternatywnie, możliwa jest depozycja nanostruktury FBID, której właściwości

termorezystancyjne opisane są również w pracy [175]. Należy zauważyć, że szum pomiaru temperatury wynikający między innymi z szumu prądowego FBID jest składową rozdzielczości termicznej, lecz nie kontrybuuje do rozdzielczości elektrycznej – wówczas bowiem jest to własność obiektu mierzzonego.

Wskazać można dwa główne ograniczenia rozdzielczości w termorezystancyjnych pomiarach termicznych. Pierwsze z nich dotyczy będzie szumu sygnału pomiarowego, którym jest rezystancja. Ten został już opisany w poprzednim podrozdziale, przy czym wskazano, że jego wartość zależy silnie od materiałów składowych elementów rezystancyjnych. Wartości szumów pomiaru prądu przez rezystor FBID zostały również opisane w publikacji [175]. Ich wielkości są przeliczone wprost na rozdzielczość pomiaru temperatury przez uwzględnienie również temperaturowego współczynnika rezystancji z publikacji [175] i wynoszą od 0,11 do 3,1 K (wyznaczone w paśmie 1 kHz). Różnice wywołane są wygrzewaniem nanodrudu i metodą prowadzenia tego procesu – przez rozpraszanie ciepła Joule’a lub napromieniowanie wiązką elektronową. Sam szum prądowy pozostaje na poziomie ok. 0,1 %.

Drugie ograniczenie dotyczy działania zwrotnego termorezystancyjnego pomiaru temperatury. Sygnał pomiarowy sam stanowi źródło ciepła, w stanie ustalonym dostarczające jednorodny strumień ciepła. Jeśli pomiar następuje przez zmianę rezystancji, wówczas zmiana stanu układu powoduje również zmianę ciepła pochodzącego od sygnału pomiarowego, ta zaś zależna jest od początkowej temperatury – rezystancji – materiału. Jest to relacja błędów multiplikatywnego.

Poza ograniczeniami rozdzielczości, układ termiczny jest również podatny na ograniczenia czułości – w efekcie wpływające na ograniczenie rozdzielczości efektywnej układu pomiarowego. Jeśli źródłem ciepła i zmian temperatury jest element nanostruktury inny, niż termorezystor pomiarowy, wówczas temperatura ustala się w wyniku obecności dzielnika rezystancyjnego – bowiem co najmniej termorezystor musi być połączony z masą termiczną. Założyć można, że badania prowadzone są z częstotliwościami o wiele mniejszymi, niż wynikałyby z termicznych stałych czasowych, toteż obliczenia można prowadzić dla przypadku stałosygnałowego⁴⁷.

W stosowanym później układzie trójprzewodowym ciepło odprowadzane jest z osobna trzema równoległymi rezystancjami cieplnymi, razem zaś odkłada temperaturę na dzielniku szeregowym. Łatwo zauważyć, że długość katody, która jest źródłem strumienia cieplnego, porównywalna z długościami przyłączeń termorezystora powoduje obniżenie temperatury mierzonej – czyli czułości – czterokrotnie. Koniecznym jest zauważenie, że rozdzielczość pomiaru nie ulega zmianie, lecz rozdzielczość efektywna już tak – ponieważ ograniczona jest szumem.

⁴⁷ Odmiennej dyskusji wymagałoby ustalenie postaci przypadku zmiennosygnałowego dla układu termicznego.

8. Metrologia prowadzona przyrządami *opMEMS*

8.1. Pomiary właściwości elektrycznych nanodrutów FEBID w przyrządzie *opMEMS*

Pomiary wielkości elektrycznych prowadzono wewnątrz systemu LiS. Przyrządy *opMEMS* zostały zamontowane na podstawkach PCB. Dla belek jednostronnie zamocowanych wykorzystano standardowy w Katedrze Nanometrologii układ PCB ze złączem kompatybilnym ze standardem *microSD*. Do belek dwustronnie zamocowanych użyto podstawek zaprojektowanych we współpracy z drem Krzysztofem Kwoką (Rysunek 15). Podstawki integrowały dwa bloki krzemowe zamocowane symetrycznie po dwu stronach układu. Połączenia elektryczne zostały wykonane w technice połączeń drutowych. W środku symetrii zostało zamocowane płaskie złącze pionowe, dzięki czemu podstawa była łączona elektrycznie bez wystających poziomo elementów.

Układ pomiarowy zawierał wyłącznie przyrządy do pomiarów elektrycznych, bowiem nie było konieczności aktuacji *opMEMS-a*. W celu uniknięcia niepożądanego aktuacji w wyniku zakłóceń wyindukowanych w układzie, pozostałe podłączenia do przyrządu zwarto na potencjale masy.

Do tych pomiarów wykorzystano belki zamocowane jednostronnie z symetryczną belką odniesienia z rodziny *opMEMS-SOI* (Rysunek 67) oraz powtórzono za pomocą belek mocowanych dwustronnie z rodziny *opMEMS-Si₃N₄* (Rysunek 69). Obszar zainteresowania przyrządu doprowadzono do zgodności położenia, jak opisano w rozdziale 7.

Nanodrut FEBID osadzono w obszarze zainteresowania za pomocą procesu osadzania prowadzonego poziomo, który wymagał odpowiedniego doboru parametrów. W tabeli 9 zebrano wypracowane reguły doboru.

Tabela 9 Użytkowy opis wpływu podstawowych parametrów procesu osadzania na formę powstającej nanostruktury. Z wykorzystaniem podanych w tabeli wskazówek możliwy jest ręczny dobór parametrów procesu. Zbyt mała wartość każdego parametru – nie wprost – prowadzi do niemożności osadzania przestrzennego struktur poziomych.

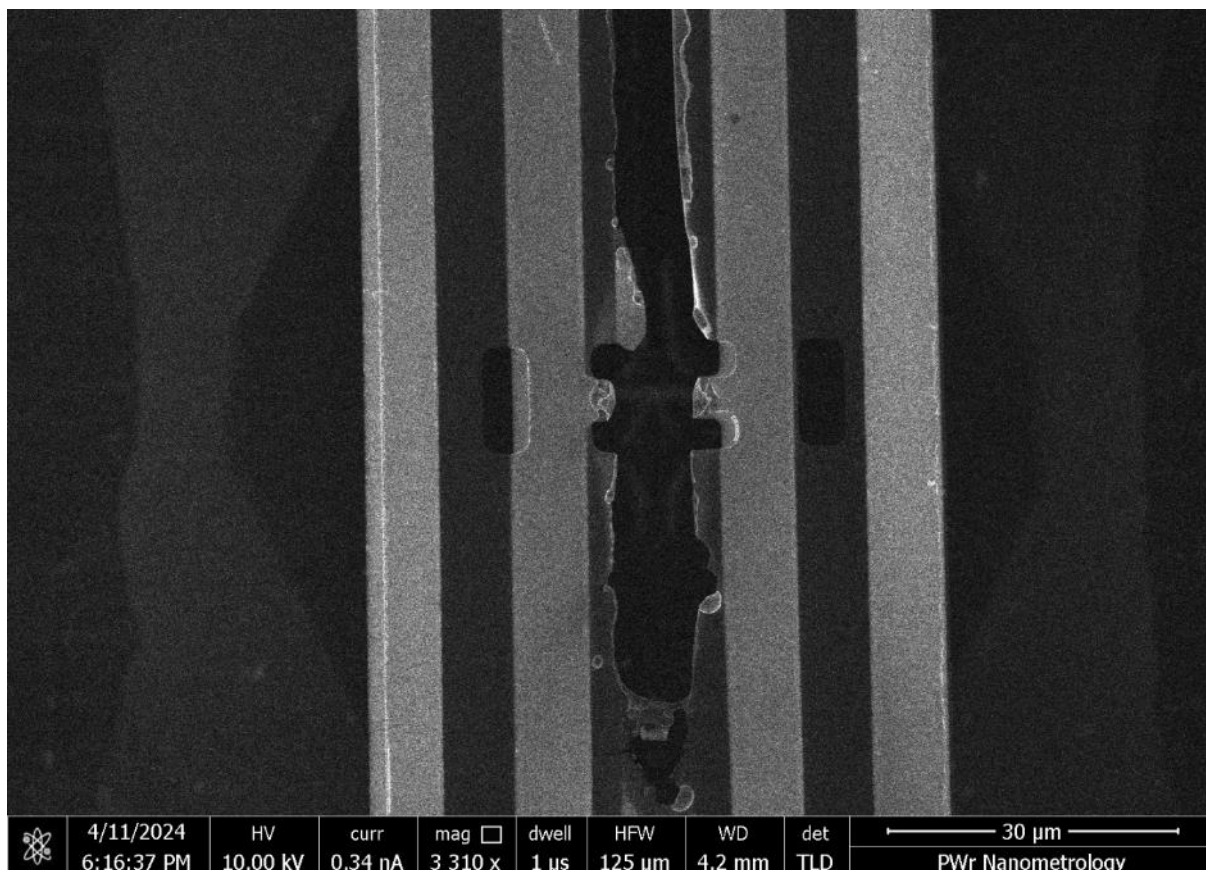
Parametr:	Rola:	Oznaki zbyt małej wartości:	Oznaki zbyt dużej wartości:
Energia wiązki	Zwiększenie obszaru osadzania	Brak osadzania materiału na krawędziach nanostruktury	Osadzanie materiału wyłącznie na krawędziach nanostruktury; Obecność cienia na podłożu; Rozległy efekt aureoli
Prąd wiązki	Zwiększenie intensywności osadzania	Powolny wzrost nanostruktury	Niekontrolowany wzrost nanostruktury; Wysoka aureola
Czas naświetlania punktu	Wzrost objętości nanostruktury	Niewielka średnica nanostruktury; Obecność cienia na podłożu	Pionizacja nanostruktury
Odległość między punktami	Pionizacja struktury	Pionowe, lecz urywane fragmenty nanostruktury	Zagięcie nanostruktury w dół

Ostatecznie wybrane parametry procesu to energia wiązki: 30 keV, prąd wiązki: 86 pA, czas naświetlania punktu: 12 ms, odległość między punktami: 10 nm, pojedynczy przejazd przez linię. By wytworzyć najcieńszą możliwą strukturę, proces zatrzymywano ręcznie po wykonaniu tylko połowy zadania – przejazdu wiązki w jedną stronę. Dzięki temu uzyskano nanostrukturę w postaci nanodrutu o średnicy 80 nm.

Nanodrut był skierowany nad elektrodę przeciwną do elektrody początkowej. W celu połączenia go mechanicznie i elektrycznie wykorzystywano trzy metody. Pierwsza polegała na takim aktuowaniu przyrządu, by doszło do styku nanodrutu z elektrodą. Powstający wówczas kontakt adhezyjny został następnie utrwalony FEBID-em. Metoda sprawdziła się, choć konieczne było wykorzystanie aktuacji

taktylnej za pomocą nanomanipulatora⁴⁸, bowiem zakres ruchu przyrządu uniemożliwił doprowadzenie do kontaktu nanodrutu innymi metodami aktuacji.

Druga metoda zakładała wykonanie kontaktu siłami elektrostatycznymi. Ugięcie nanodrutu próbowano wywołać przez naładowanie go wiązką elektronową oraz przez przyłożenie zewnętrznego pola elektrycznego. Naładowanie obszaru zainteresowania okazało się niewykonalne przez zbyt dużą jego pojemność. Przyłożenie pola elektrycznego pozwoliło na połączenie nanodrutu z elektrodą, jednak jest to proces ryzykowny – zgromadzony ładunek może powodować eksplozję zbyt wiotkich nanostruktur, nawet pomimo rezystorów zabezpieczających układ (Rysunek 73).

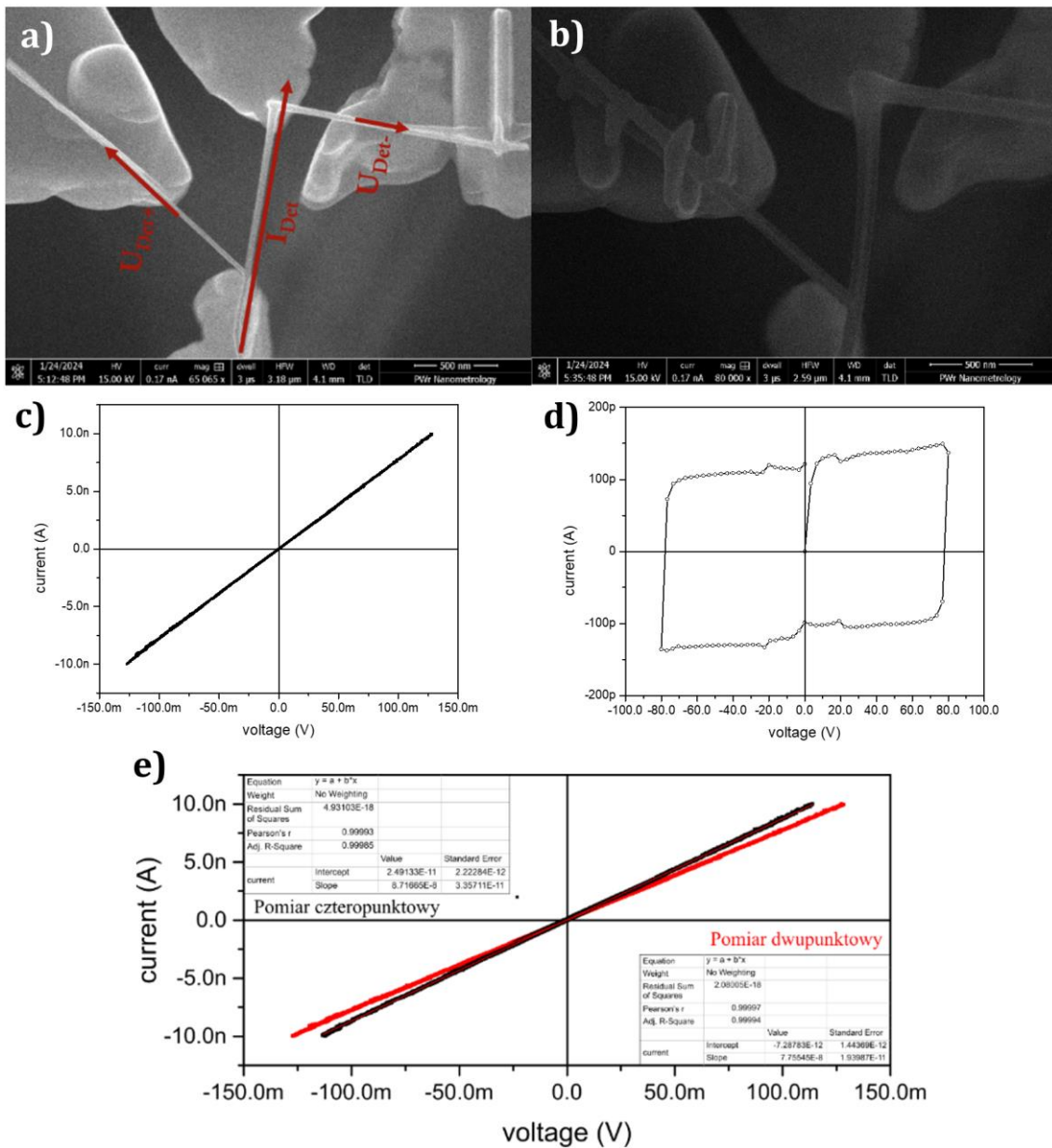


Rysunek 73. Efekt rozładowania pojemności układu pomiarowego przez zwarcie w obszarze zainteresowania przyrządu E13. Widoczne są skutki przetopienia metalizacji ścieżki pomiarowej.

Trzecia metoda polega na wykonaniu połączenia pomiędzy elektrodą a nanodrutem przez osadzenie cienkiej pionowej płetwy. Kształt jest dyktowany nieznaną wysokością, na jakiej nanodrut znajduje się nad powierzchnią. Płetwa osadzana jednocześnie od podłoża oraz od krawędzi nanodrutu musi spotkać się w którymś miejscu w przestrzeni, jeśli jest dostatecznie szeroka. Metoda trzecia została dopracowana i była później stosowana do wykonywania połączeń elektrycznych nanodrutów w poprzek obszaru zainteresowania, chociaż posiada dwie istotne wady. Pierwszą jest wpłynięcie na kształt już istniejących nanostruktur przez efekt aureoli wokół powstającej płetwy. Drugą jest niekiedy znaczna wysokość powstałego połączenia. Może mieć ona znaczenie w pomiarach elektrycznych

⁴⁸ Co zasadniczo różne od nanomanipulacji, bowiem poruszany był cały przyrząd, nie nanostruktura. Nanomanipulacja w tej skali byłaby awykonalna ze względu na brak dostosowanych narzędzi. Potwierdzono to eksperymentalnie, próbując dokonać ugięcia nanodrutu FEBID za pomocą nanomanipulatora EasyLift. Dysproporcja w rozmiarach nanodrutu (60 nm średnicy, 600 nm długości) i efektora nanomanipulatora (promień krzywizny: 1 μm) sprawiły, że obserwacja procesu w czasie rzeczywistym była niemożliwa, a przez kontakt elektrostatyczny doszło do zerwania nanodrutu.

i mechanicznych, ponieważ jej rezystancja oraz sztywność przy znacznych wysokościach mogą być porównywalne z parametrami badanego nanodrutu.



Rysunek 74. Pomiary w układzie czteropunktowym rezystywności nanodrutu FEBID – odcinka zawieszonoego pomiędzy kontaktami FEBID. Na obrazie oznaczono schematycznie położenie gałęzi prądowej I_{det} oraz połączeń napięciowych U_{det} w układzie pomiarowym (a). Widoczna jest restrukturyzacja w postaci powstania jaśniejszego rdzenia (b). Charakterystyki prądowo-napięciowe prezentują wynik pomiaru rezystancji nanodrutu (c) oraz upływów w przyrządzie (d), a także różnicę między pomiarem dwu- i czteropunktowym (e).

Pomiary rezystywności nanodrutów Pt(C) rozpoczęto od zweryfikowania poprawności działania układu przez wykonanie dwupunktowego pomiaru rezystancji nanodrutu FEBID i porównanie z wynikami opisanymi w publikacjach [175,314]. Wykorzystano do tego celu mostki *opMEMS-Si₃N₄* typu E01 i E02. Wyznaczona rezystywność wynosiła od 0,01 do 1 Ω cm (w zależności od wygrzania nanodrutu) i była zgodna z wcześniej ustalonymi wartościami. Nanodrut FEBID został w następnej kolejności wygrzany ciepłem wywołanym przez przepływ prądu stałego o wartościach do 1 μ A. Wyniki również porównano z wcześniej wspomnianą publikacją.

Następnie sprawdzono maksymalną gęstość prądu przewodzoną przez nanodrut FEBID. W tym celu zastosowano wymuszenie prądowe do 50 μA . Przerwanie struktury nastąpiło pomiędzy prądami 40 a 45 μA , co stanowi o ograniczeniu gęstości prądu do 6,25 A/cm^2 . Istotne było prowadzenie pomiaru w tempie, dla którego zanedbywalny staje się wpływ pojemności elektrycznych obecnych w układzie. SMU, będąc urządzeniem działającym na zasadzie sprzężenia zwrotnego do mierzonych wielkości elektrycznych, jest niewrażliwe na gwałtowne zmiany wartości sygnałów w układzie – toteż stała czasowa regulatora SMU może spowodować wymuszenie większego prądu, niż zadany. Jest to zagrożenie mogące powodować zniszczenie nanostruktur dla w istocie nieznanymi wartości prądów – bowiem wielkości zmierzone nie będą odpowiadać stanowi układu. Z tego względu pomiary prowadzone były rampą o naroście nie szybszym niż 10 nA/s .

Wykonywano również pomiary szumu rezystancji nanodrutów FEBID poprzez zadanie wymuszenie napięciowego, które rampą zbiegało do wartości ustalonej, następnie podtrzymywanej przez 1000 s. W tym czasie mierzona była stabilność i szum sygnału prądowego, a pośrednio – rezystancji. Stabilność została osiągnięta po początkowym okresie spadku rezystancji, który należy utożsamiać z wygrzewaniem. ESD szumu została oszacowana na 950 Ω .

Znajomość wartości szumu rezystancji jest konieczna z dwóch względów – nanodrutu FEBID w dalszej części prac zostaną wykorzystane jako połączenia elektryczne nie biorące udziału w pomiarze oraz jako termorezystory będące elementem przyrządu pomiarowego (*vide* – podrozdział 7.2).

Po wykonaniu pomiarów dwupunktowych rezystywności, nanodrut został usunięty za pomocą FIB, po czym zweryfikowano poziom prądów upływu (Rysunek 74).

Pomiary rezystancji prowadzono również w układzie czteropunktowym. Dotychczas na świecie nie został przedstawiony tego typu pomiar, stąd nie było możliwości porównania osiągniętych wyników z wiarygodnym źródłem. Układ pomiarowy w nanoskali zbudowano w następujący sposób: pojedynczy nanodrut rozciągnięto pomiędzy dwiema elektrodami, jak w pomiarze dwupunktowym; utworzono tym samym gałąź prądową. Gałęzie napięciowe doprowadzono przez osadzanie od zawieszono nanodrutu, ponieważ materiał osadzany w przyjętej trzeciej metodzie łączenia nanodrutów spowodowałby nadmierny narost na mierzonej nanostrukturze. Uzyskano całkowicie zawieszony układ czteropunktowy z mierzonym nanodrutem FEBID niepołączonym bezpośrednio z żadnym elementem opMEMS. Wyeliminowano w ten sposób jeden z możliwych czynników, to jest znaczny opór kontraktu elektrycznego FEBID-metal.

Pomiary udowodniły, że mierzona rezystywność FEBID jest niezależna od układu – czteropunktowo bowiem wyniosła tyle samo, co mierzona dwupunktowo. Obalono w ten sposób tezę, jakoby nanodrutu FEBID były nadprzewodnikami (lub superprzewodnikami) w temperaturach normalnych [315]. Zaobserwowano jednak poprawę rezystywności po wygrzaniu, co sugeruje, że faktycznie wartość rezystancji kontaktu stanowi istotny czynnik rezystancji układu. Oszacowano ją na 0,711 $\text{M}\Omega$ przez równoległy pomiar struktury w układzie dwu- i czteropunktowym⁴⁹ (Rysunek 74).

Prawdopodobną przyczyną spadku rezystywności nanodrutów FEBID jest restrukturyzacja materiału, polegająca przede wszystkim na rekrytalizacji platyny zawartej w kompozycie. Zjawisko było opisywane przez grupy badawcze, między innymi z Grazu [277], jako zmianę rozmiaru ziaren metalu w wyniku nagrzewania (*vide* – podrozdział 5.3.2). W komorze LiS zostało zaobserwowane wytworzenie się jaskrawego rdzenia wewnątrz nanodrutu FEBID widocznego przy większych energiach wiązki – utożsamiam go z rdzeniem metalicznym. Świadczyłoby to o zjawiskach elektromigracji zachodzących wewnątrz wytężonego materiału FEBID. Zachodzenie takich zjawisk było sugerowane między innymi w pracach dr. Utke [316].

Istotnym efektem zaobserwowanym przy okazji pomiarów rezystancji było osadzanie materiału na powierzchniach nanostruktury obciążanej elektrycznie. W szczególności zaobserwowano zmianę średnicy nanodrutu. Istnieje możliwość, że materiał resztkowy obecny w komorze próżniowej, więc

⁴⁹ Rezystancja kontaktu nie pozostawała jednakowa, z czego wynika, że zasadna byłaby próba jej normalizacji – na przykład do pola powierzchni kontaktu bądź inaczej ujętej rozległości. Można jednak przypuszczać, że nie jest to trywialna zależność liniowa (z powodu występowania opisanego na kolejnych stronach rdzenia nanodrutu).

również na powierzchni badanej nanostruktury, został rozłożony elektrycznie bądź termicznie; przy czym termiczne osadzenie jest mniej prawdopodobne przez zmniejszoną adhezyjność powierzchni. Sugerowałoby to, że osadzanie następuje przez rozbitcie materiału elektronami pochodzącymi z wnętrza materiału – na przykład w wyniku emisji elektronów wywołanej znacznym polem elektrycznym wewnątrz przewodnika. Temat ten będzie rozważany w podrozdziale 8.3.

8.2. Pomiary wytrzymałości na zrywanie nanodrutów FEBID przyrządem *opMEMS*

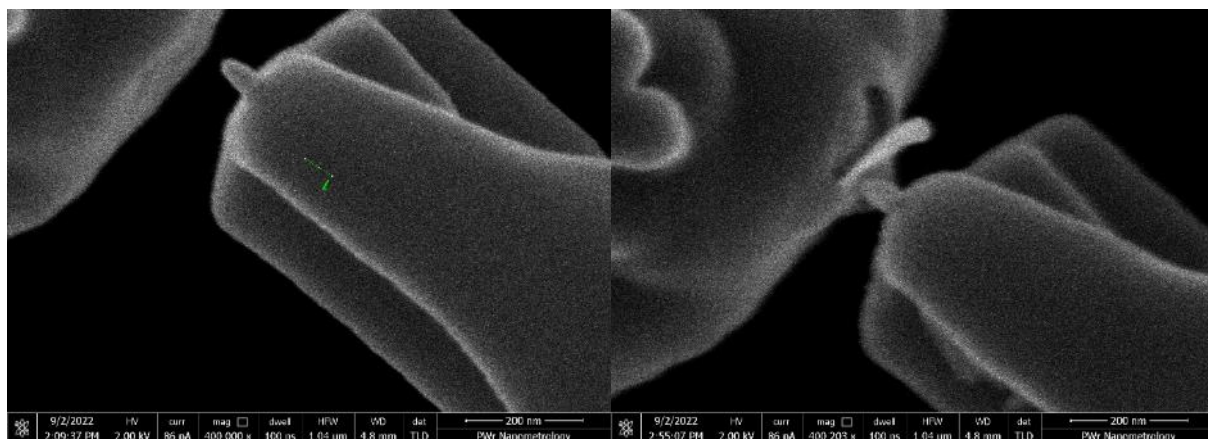
Nanodrutu FEBID osadzono w obszarze zainteresowania pomiędzy elektrodami w taki sposób, by maksymalnie zredukować sprężystość połączenia – wykorzystano więc przede wszystkim metodę łączenia przez aktyzację przyrządu i adhezję nanodrutu. Wykonanie zostało zrealizowane na przyrządach typu belek zamocowanych jednostronnie z asymetryczną i symetryczną belką odniesienia w rodzinach *opMEMS-SOI* i *opMEMS-kanapka*.

Pomiar polegał na wywołaniu przemieszczenia statycznego aktyacją jednej z belek w przyrządzie. Wówczas obciążenie nanodrutu stanowiła belka odniesienia, oddziałująca ze sztywnością na długości ugięcia. Zastosowanie dwóch różnych urządzeń daje możliwość wykonania badań siły w trzech różnych zakresach, bowiem w układzie z asymetryczną belką odniesienia występują dwie belki o znacząco różnych sztywnościach; jeszcze inną sztywność posiada belka symetryczna.

Nanodrutu były osadzane na możliwie krótkich odcinkach, by zminimalizować zakres jałowego ruchu. Jednocześnie odległości musiały być na tyle duże, by nanodrut był strukturą wiotką, dobrze przybliżaną modelem rozciąganej struny (*vide* – przypis 37). Ustalono, że długości powinny wynosić 400 – 500 nm przy średnicach nanodrutu poniżej 50 nm (współczynnik kształtu 10).

Aktyację wykonywano metodami taktylną oraz elektrotermiczną. Pierwsza z nich została zastosowana w celu szybkiej oceny wytrzymałości, zaś druga w celu określenia dokładnej wartości wychylenia, przy której następuje zerwanie nanodrutu. Wartość wychylenia wyznaczono na podstawie wartości sprawności i odniesienie do łącznej sprężystości układu.

Przerwanie nanodrutu było wykrywane elektrycznie w ciągłym pomiarze rezystancji. Obserwacje SEM prowadzone w czasie aktyacji mogłyby prowadzić do powstania dodatkowego wychylenia; ponadto obrazowanie SEM powodowałoby osadzenie dodatkowego materiału, zmieniając właściwości badanej nanostruktury.



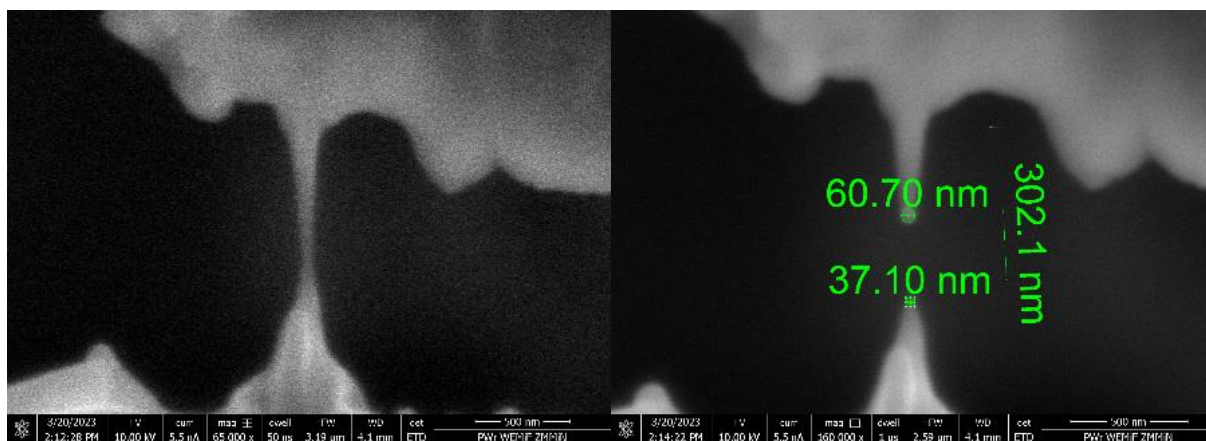
Rysunek 75. Efekt próby rozciągania przeprowadzonej na nanodrucie FEBID o niewielkim współczynniku kształtu – doszło do naderwania mocowania nanodrutu do podłoża. Obrazy związane z realizacją prac w grupie MecaNano⁵⁰.

⁵⁰ Akcja kooperacji w ramach Horyzontu Europa – European Cooperation in Science & Technology (E-COST) “European Network for the Mechanics of Matter at the Nano-Scale (MecaNano)”.

Wartość siły wywieranej przez *opMEMS*-y była zbyt niewielka, by doprowadzić do przzerwania nanodrutów FEBID o średnicach powyżej 40 nm. Przy wychyleniach na poziomie 50 μm (osiągniętych dzięki aktuacji taktylnej, lecz nie zmierzonych precyzyjnie), które odpowiadają sile na poziomie 650 nN, więc naprężeniu w przekroju nanodrutu 500 MPa, doszło do pęknięcia zamocowania nanodrutu do ścieżki przewodzącej (Rysunek 75). Świadczy to o mniejszej wytrzymałości na rozciąganie kontaktu między materiałami niż materiału FEBID. Poznanie dokładnej wartości wytrzymałości kontaktu jest utrudnione ze względu na nieznanie dokładnie pole powierzchni; przybliżając je jednak na 40 000 nm^2 , można szacować wartość wytrzymałości na 20 MPa.

Za pomocą sztywniejszego z przyrządów *opMEMS* – o sztywności 66 N/m – niemożliwe jest wywarcie siły większej niż 1,1 μN w maksymalnym zakresie ruchu wynoszącym 16 nm. Mając na względzie wytrzymałość na rozciąganie nanodrutów nie mniejszą niż zmierzone 500 MPa, konieczne jest zmniejszenie pola przekroju nanodrutu poniżej 51 nm. Ze względu na czynniki opisane w poprzednim podrozdziale, jest to zadanie trudne w samym procesie osadzania. Zamiast tego postanowiono wykonać przecienienie nanodrutu za pomocą modyfikacji FIB.

Jak wspomniano w podrozdziale 5.3.4, FEBID jest bardzo podatny na działanie wiązki jonów. Bezpośrednie obrazowanie FIB nanodrutów wymaga stosowania niewielkich mocy wiązki, w przeciwnym razie dochodzi do zerwania połączonego z ugięciem – zerwanie jest wynikiem działania naprężeń wewnętrznych, o czym świadczy postać przelomu nanodrutu. Konieczność stosowania bardzo niewielkich mocy powoduje problem z uzyskaniem jakościowo dobrego obrazu, co znacznie utrudnia operacje na nanostrukturach. Do delikatnej obróbki nanodrutów (przypominającej nieco obróbkę wykańczającą) zastosowano aureolę wiązki. Gęstość jonów maleje eksponencjalnie z odległością od domniemanej osi optycznej, toteż – przy zachowaniu wysokorozdzielczego ogniskowania i obrazowania – możliwe jest prowadzenie powolnego, więc dobrze kontrolowanego procesu obróbki. Ta technika została opracowana na potrzeby rozprawy, wobec czego nie jest skodyfikowana ani tym bardziej zaimplementowana przez producenta oprogramowania. Do jej dopracowania wymagany był szereg prób, w wyniku których opracowano pewne parametry obróbki. Określono, że obrazowanie obszaru (lub napromieniowanie punktu) w odległości ok. 40 nm od docelowo modyfikowanej krawędzi, pozwala na bezpieczne usuwanie materiału bez ryzyka zerwania, pod warunkiem kontroli procesu za pomocą SEM. Zastosowane tu parametry FIB to energia 5 keV oraz prąd 86 pA.



Rysunek 76. Efekt próby rozciągania przeprowadzonej na nanodrucie FEBID o współczynniku kształtu ponad 10 – doszło do zerwania nanodrutu przy sile mniejszej, niż przyłożona przez *opMEMS*.
Obrazy związane z realizacją prac w grupie MecaNano⁵⁰.

Przecieniony w taki sposób nanodrut do średnicy ok. 30 nm poddano obciążeniu (Rysunek 76). Na podstawie wychylenia 10 nm określono siłę, przy której doszło do zerwania, na 660 nN, czyli wytrzymałość na rozciąganie na 934 MPa. Określono jednocześnie, że FEBID jest materiałem plastycznym, ponieważ przelom prezentował wyraźne wydłużenie. Uzyskane wartości nie są jednak reprezentatywne dla materiału FEBID, ponieważ został on poddany modyfikacji jonami galu.

Problematyczne jest określenie, jaki jest wpływ galu zaimplantowanego w materiale FEBID na jego właściwości mechaniczne. Można przypuszczać, że zwiększa on wytrzymałość na ściskanie, a przez to zwiększa wytrzymałość na zginanie. *opMEMS*-y umożliwiają wykonanie dokładnych badań tego zjawiska.

Wykorzystanie bardziej precyzyjnej metody obrazowania (na przykład mikroskopu transmisyjnego) mogłoby dostarczyć odpowiedzi na temat dokładnej natury mechanizmu rozrywania się tego materiału. Obserwacje SEM wskazują, że wyciągnięta została osnowa węgla amorficznego. Świadczyłyby to o budowie wewnętrznej kompozytu FEBID – składa się on z kruchego lub niezwiązanego ściśle wypełnienia platynowego oraz plastycznej osnowy węglowej. Badanie nanodrutu wygrzanego (jaki opisano w poprzednim rozdziale) dostarczyłoby odpowiedzi na temat dokładnej natury mechanicznej materiałów składowych – posiadanym przyrządami nie zdołano jednak doprowadzić do przerwania takiej struktury.

8.3. Pomiary modułu Younga nanodrutów FEBID przyrządem *opMEMS*

W precyzyjnym układzie elektromechanicznym, jakim jest *opMEMS*, istnieje możliwość dokładnej kontroli pól elektrycznych w skali odległości poniżej mikrometrów. Prowadzi to do możliwości stosowania sił elektrostatycznych do badania nanostruktur. Zakładając, że nanodrut jest przewodnikiem (co jest prawdą dla Pt(C)), można przyjąć, że przyłożony potencjał U wymusza na jego długości jednorodne obciążenie F . Przyjmując, że nanodrut stanowi wewnętrzną okładkę (o promieniu r_1) kondensatora walcowego (o promieniu r_2 , wysokości L) domkniętego tylko na ćwierci obwodu (przybliżenie wybrane ze względu na relację wymiarów nanodrutu i elektrody), to siła nań oddziałująca wynosi:

$$F = \frac{\pi \epsilon_0 L}{4 \ln \frac{r_2}{r_1}} U^2. \quad (40)$$

Dla zmierzonego w takim wypadku wychylenia z końca nanodrutu, moduł Younga E wynosi:

$$E = \frac{5\pi \epsilon_0 L^4 U^2}{192 z I_y \ln \frac{r_2}{r_1}}, \quad (41)$$

gdzie I_y to moment bezwładności przekroju poprzecznego nanodrutu. Wzór obowiązuje wyłącznie dla wychyleń znacznie mniejszych od odległości między okładkami kondensatora, w przeciwnym razie kąt opasania kondensatora staje się różniczkowo zależny od siły.

W tym ujęciu przyjęto kilka założeń, które zostaną dookreślone w konkretnym zagadnieniu pomiarowym. Nie istnieją natomiast przyczyny pryncypialnie wykluczające przeprowadzenie proponowanego eksperymentu. Istotne dla prostoty opisu jest zawieszenie struktury mierzonej, czyli brak innych oddziaływań, w szczególności źródeł pola elektrycznego – co jest zapewnione przez właściwości platformy *opMEMS*. Prace w tym zakresie pozostają w obszarze zainteresowań autora i będą stanowić przedmiot badań na kolejnych etapach rozwoju metodyki *opMEMS-ów*.

8.4. Pomiary emisji polowej z nanodrutów FEBID w przyrządzie *opMEMS*

8.4.1. Pomiary wielkości elektrycznych

W celu dokonania pomiarów emisji polowej, wykonywano nanoukład pomiarowy zawierający nanoemiter polowy z materiału Pt(C). Celem było uzyskanie układu, w którym dojdzie do wzmocnienia pola elektrycznego, a w jego wyniku do tunelowania elektronów przez barierę energetyczną materiału do próżni – czyli emisji elektronów w modelu Fowlera-Nordheima.

Zjawisko emisji elektronu wymaga przekroczenia bariery potencjału przez elektron. W pewnych rodzajach emisji, energia nadawana jest elektronowi w wyniku przekazania przez energetyczną cząstkę – w termoemisji przez fonon, w fotoemisji przez foton. Elektron może również posiadać wystarczający pęd i energię, by w sprzyjających warunkach samoczynnie opuścić materiał – takie zjawisko może wystąpić w złączu Schottky'ego, jeśli droga swobodna elektronu jest większa niż szerokość złącza, a on

w paśmie przed złączem ma energię większą niż praca wyjścia drugiego materiału. Podobne zjawisko można wykorzystać, by wywołać emisję polową z dowolnego materiału. Zakrzywienie pasm uzyskuje się przez przyłożenie zewnętrznego pola elektrycznego; wówczas emisja jest tożsama z tunelowaniem elektronów przez powstałą trójkątną barierę potencjału⁵¹, a jej natężenie wynosi według Fowlera i Nordheima (z poprawką Gooda i Müllera dotyczącą temperatury emitera):

$$J(T) = \frac{e^3 E_U^2}{8\pi h \phi t^2(v)} \exp\left(-\frac{8\pi\phi^{\frac{3}{2}}\sqrt{2m_e}}{3ehE} v(v)\right) \frac{\pi kT}{d} \arcsin\left(\frac{\pi kT}{d}\right). \quad (42)$$

gdzie J to gęstość prądu emisji, e to ładunek elementarny, E_U to składowa pola elektrycznego normalna do powierzchni emitującej, h to stała Plancka, ϕ to praca wyjścia materiału, T to temperatura, m_e to masa spoczynkowa elektronu, a v i t to funkcje eliptyczne Nordheima zależne od v , czyli:

$$v = \frac{\sqrt{e^3 E}}{\phi \sqrt{4\pi\epsilon_0}}. \quad (43)$$

Ta złożona funkcja daje się uprościć do postaci:

$$I = a_{FN} U^2 e^{-\frac{b_{FN}}{U}}, \quad (44)$$

w której występujące zmienne a_{FN} i b_{FN} opisują wcześniej podane współczynniki:

$$a_{FN} = \frac{\kappa e^3 \gamma^2}{8,8\pi h \phi} \exp\left(\frac{1,16 \cdot 10^{-6} \pi \sqrt{2m_e}}{3eh\sqrt{\phi}}\right), \quad (45)$$

$$b_{FN} = \frac{7,6\pi\phi^{\frac{3}{2}}\sqrt{2m_e}}{3eh\gamma}. \quad (46)$$

Uwikłane w nich zostały stałe układu κ i γ , odpowiednio – pole powierzchni emitującej oraz współczynnik wzmocnienia pola elektrycznego E_U wymuszanego napięciem U takim, że:

$$\gamma = \frac{E_U}{U}. \quad (47)$$

Współczynnik γ zależny od kształtu elektrod. Dla dwóch płaskich elektrod oddalonych o odległość d_{FN} , współczynnik γ wynosi tyle, co $1/d_{FN}$. Dla odległości między elektrodami znacznie większej od promienia krzywizny emitera r , natężenie pola elektrycznego można przybliżyć za pomocą γ wynoszącego $1/r$. Jak podaje [317], γ potrafi wynosić nawet kilkukrotnie więcej dla emiterów o wysmukłym kształcie, zakończonych punktowo.

Pole powierzchni emitującej κ ograniczone jest do czoła emitera, wokół którego następuje zagęszczenie pola elektrycznego. Powodować to może ograniczenie prądu emisji rezystancją nanoemitera, w wyniku czego mierzona charakterystyka odbiegnie od kształtu zadanego opisem Fowlera-Nordheima.

Zauważmy, że równanie (44) można wyrazić również jako:

$$\ln\left(\frac{I}{a_{FN} U^2}\right) = -\frac{b_{FN}}{U}. \quad (48)$$

Przedstawienie wyniku pomiaru w skali odpowiedniej do tego równania spowoduje, że krzywa odpowiadająca emisji polowej przyjmie kształt prostej. Można łatwo wykazać, że tej właściwości nie posiada równanie Shockleya ani – tym bardziej – prawo Ohma. Jest to więc wygodne narzędzie badawcze do weryfikowania zachodzenia emisji (Rysunek 77).

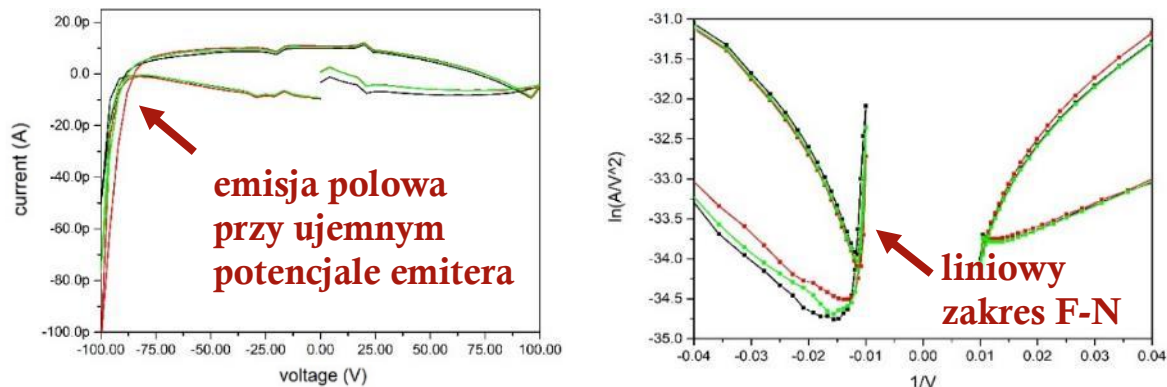
Celem eksperymentów było uzyskanie właśnie takiego układu, w którym dwie nanostruktury wykonane z materiału FEBID zostałyby zbliżone na odległość wystarczającą do wymuszenia emisji polowej. Celem stosowania przyrządów *opMEMS* było swobodne modelowanie nanostruktur emiterowych w przestrzeni, a w następnej kolejności wprowadzenie dodatkowych czynników do badania (napięć bramkujących, pomiaru temperatury).

Wszystkie pomiary były prowadzone przez wymuszenie emisji polowej zadanym napięciem lub prądem w układzie sterowanym przez SMU. Wymuszenie było zadawane w postaci narostu i spadku nie przekraczającego wcześniej podanej wartości 10 nA/s zmiany prądu bądź 5 V/s zmiany napięcia.

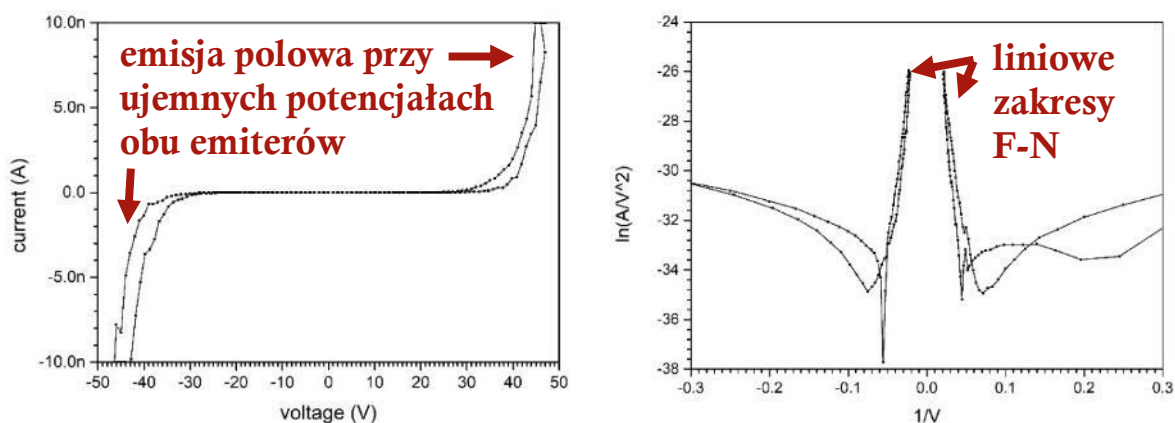
⁵¹ Bariera w istocie nie jest trójkątna, co jest wynikiem działania sił zwierciadlanych, ale nie jest to istotne dla prowadzonych rozważań.

W pierwszej kolejności postanowiono maksymalizować współczynnik γ , wykonując smukłe nanodruły o dużych współczynnikach kształtu. Wadą tych nanostruktur była ich mała sztywność. W obecności istotnego pola elektrycznego potrafiły ugiąć się na odległości wystarczające do wykonania zwarcia pomiędzy elektrodami⁵².

a)



b)



Rysunek 77. Charakterystyki prądowo-napięciowe w dziedzinie liniowej oraz przekształcenia Fowlera-Nordheima, prezentujące przebieg emisji polowej. Reprezentacja Fowlera-Nordheima pomaga rozpoznać rzeczywiste zdarzenie emisji. Przykład (a) prezentuje diodę emiterową, przykład (b) warystor emiterowy. Występowanie emisji wyłącznie jednostronnej jest dowodem na jej występowanie, jeśli jedyną alternatywą jest wystąpienie zwarcia. Przedstawione charakterystyki zawierają wybrane ze zbioru potwierdzonych wyników emisji polowej w przyrządach *opMEMS*.

Wobec tego problemu, wypracowano pomysł osadzania monolitycznego nanodrutu i rozcinania go w wybranym punkcie. Zastosowanie FIB początkowo było pewnym problemem, bowiem proces przecinania nie był stopowany w odpowiednim momencie, w związku z czym nanodrut ulegał znacznemu zaoblению. Sprawiało to, że odległość pomiędzy elektrodami przestawała być znacznie mniejsza od promienia krzywizny, wobec czego wzrastała wartość pola elektrycznego konieczna do zapoczątkowania emisji. Ponadto niemożliwe było uzyskanie odległości pomiędzy elektrodami mniejszych od 150 nm. W takich układach możliwe było uzyskanie emisji polowej wyłącznie przy napięciach rzędu 100 V. Poprawę tej koncepcji przyniosło zastosowanie trawienia FIB za pomocą

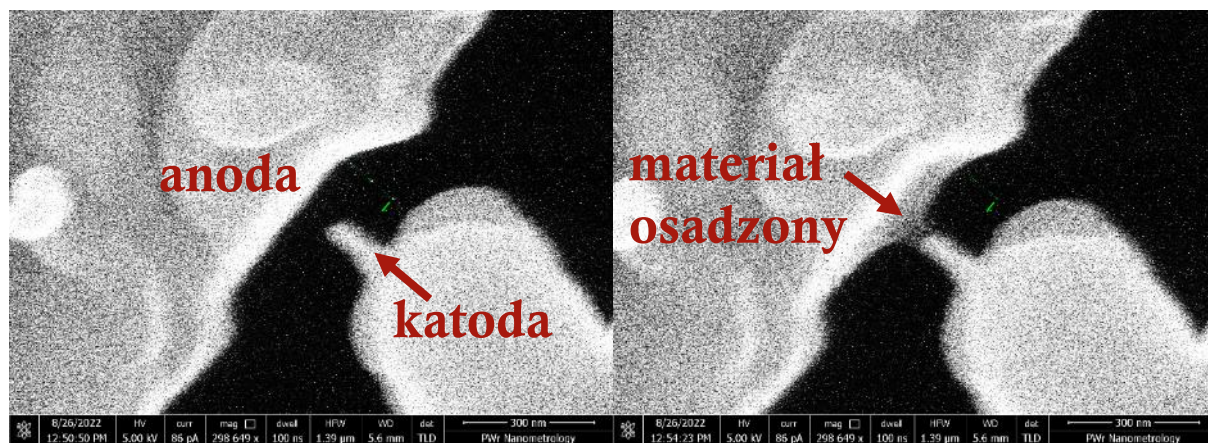
⁵² To, co w rozdziale 8.3 opisywano jako metodę pomiarową, stanowi w tym przypadku przeszkodę w prowadzeniu badań, powoduje bowiem niepożądane przemieszczenia.

aureoli (*vide* – poprzedni podrozdział). Nanodrut wstępnie przecieniony ulegał przerwaniu w wyniku powolnego trawienia, co zapewniało zarówno mniejszy promień zaokrąglenia, jak i mniejszą odległość między elektrodami. Uzyskiwano w ten sposób odległości na poziomie 40-50 nm oraz rejestrowano emisję polową przy napięciach rzędu 60 V.

Wadą rozwiązania technicznego z przecinaniem nanodrutu w celu wytworzenia emitera jest tworzenie układu dwukatodowego (tzw. ostrze-ostrze). Kierunek zachodzenia emisji polowej jest zależny od wymuszonego pola elektrycznego, jednak kształt nanodrutów pozwala na prowadzenie procesu w obu kierunkach. Tym samym jest to układ warystora emiterowego. Układ taki, choć równoważny pod względem badania diodzie emiterowej, daje jedną mniej przesłankę ku rozpoznaniu emisji polowej, nie wskazuje bowiem na kierunkowość zjawiska. Jeżeli promienie zaokrąglenia emiterów są różne, wówczas istnieje możliwość rozróżnienia kierunku po napięciu progowym emisji; do badań jednak poszukiwana była metoda wytwarzania układu jednokatodowego (tzw. ostrze-ściana).

Prowadzono również eksplozyjne przecinanie nanodrutów. Formy powstałe w wyniku rozpylenia materiału pozwalały na prowadzenie emisji polowej przy względnie niewielkich napięciach, co prawdopodobnie było wywołane ich niewielkimi promieniami zaokrąglenia. Choć stanowiły dobre emitery polowe, nie były dobrą platformą badawczą – nieznana była bowiem dokładna pozycja, z której zachodziła emisja; nie można było również stwierdzić, czy w złączu obecny jest wyłącznie jeden emiter. Ponadto metoda eksplozyjna wytwarzania emiterów jest chaotyczna oraz może prowadzić do zniszczenia przyrządu; jest to groźne zjawisko w szczególności w rodzinie *opMEMS-Si₃N₄*, w której grubości materiałów porównywalne są z wytwarzanymi nanostrukturami.

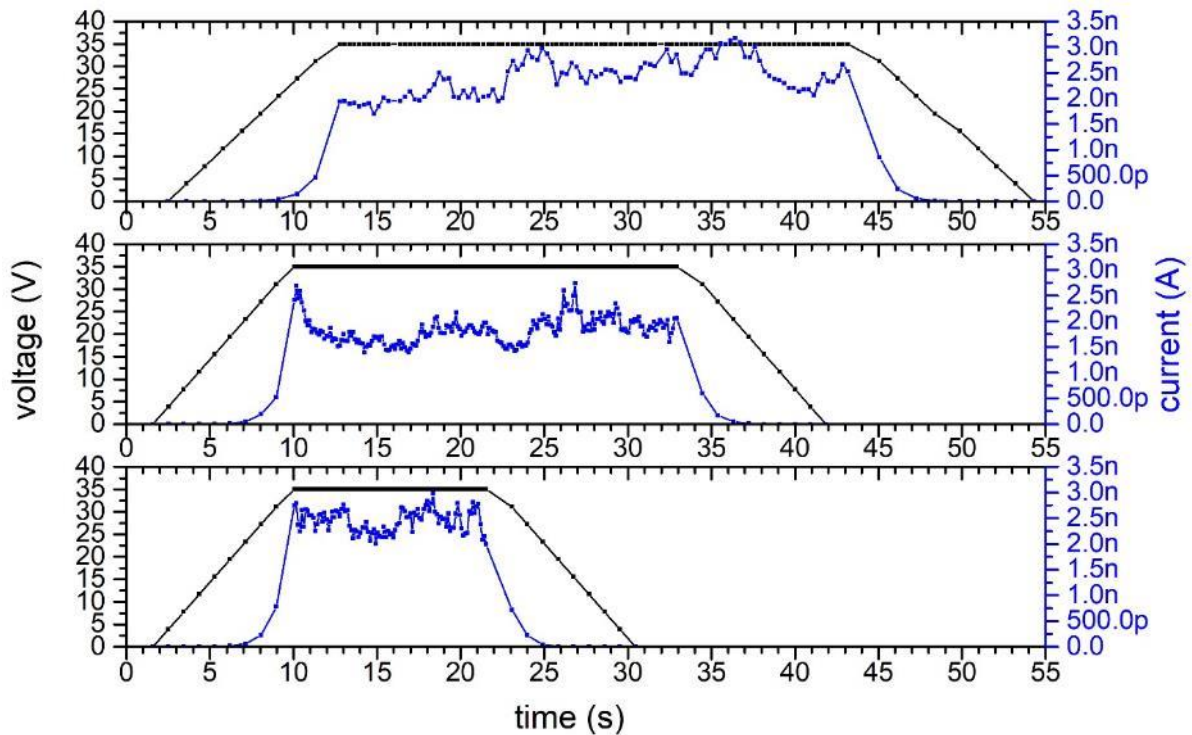
Obrano również odmienne podejście, polegające na wzmocnieniu nanostruktury. Wstępnie osadzano podstawę o znacznych wymiarach (ok. 100-200 nm szerokości). Na tak przygotowanym postumencie osadzano przysadzisty nanodrut (o współczynniku kształtu 1-2). Nie prowadzono natomiast obróbki FIB. Dzięki dokładnej kontroli nad kształtem niewielkiej struktury, doprowadzono do odległości rzędu 20 nm i emisji polowej przy nawet 30 V. Co istotne, emiter wytwarzany był asymetrycznie w układzie jednokatodowym.



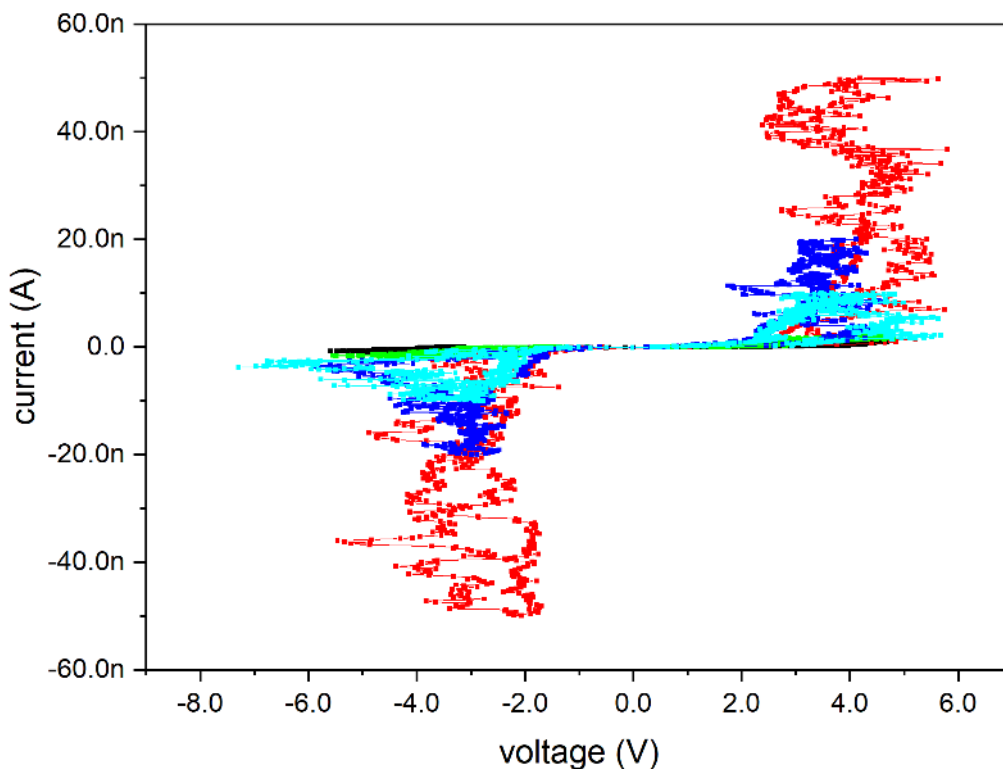
Rysunek 78. Wynik procesu pomiaru w postaci osadzenia materiału pomiędzy nanodrutem – emitерem polowym, a przeciwelektrodą. Kontrast materiałowy wskazuje na niewielką gęstość osadu.

Zaobserwowanie tego typu zmiany eliminowało wynik z uznania za efekt emisji polowej.

Podczas pracy z emiterami oddalonymi na niewielkie odległości po raz pierwszy zarejestrowano osadzanie materiału stowarzyszone z emisją polową (Rysunek 78). Po procesie, w którym napięcia osiągały wartości wystarczające do wywołania emisji polowej, obserwowano narost materiału na anodzie. Natężenie zjawiska było na tyle duże, że po kilku (niekiedy nawet po jednej) próbach emisji dochodziło do zwarcia się emiterów. Obserwowano wówczas charakterystykę Shockleya lub omową. Odróżniono osadzanie materiału od mechanicznego – adhezyjnego zwarcia, które mogło również wystąpić przez obserwację zmian składu materiałowego elektrod – materiał osadzony składał się z atomów lekkich; przypuszczalnie z węgla obecnego w komorze w postaci węglowodorów.



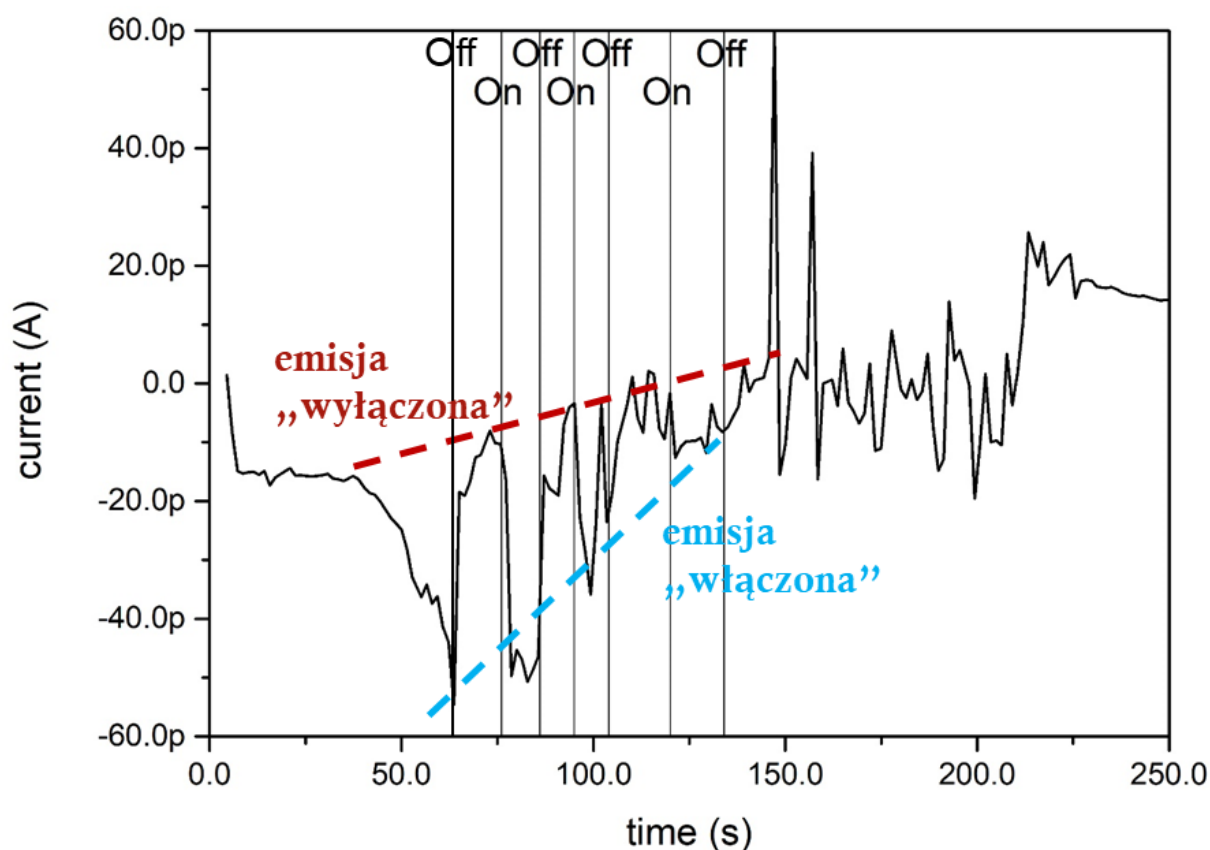
Rysunek 79. Stabilizacja emisji w czasie dla prądów rzędu kilku nanoamperów. Wyniki uzyskane we współpracy z dr. inż. Krzysztofem Kwoką, który odpowiadał za oprogramowanie wirtualnych przyrządów pomiarowych.



Rysunek 80. Charakterystyka prądowo-napięciowa w skali liniowej emisji polowej zarejestrowanej przy napięciach niższych od 10 V w układzie z anodą w formie ściany. W układzie pomiarowym zastosowano wymuszenie prądowe. Kolejne kolory przebiegów prezentują serie pomiarowe o rosnących prądach maksymalnych.

Aby zapobiec zjawisku niepożądanego osadzania, odległości między emiterami zostały zwiększone z zachowaniem małych promieni krzywizny, by nie zwiększać stosowanych napięć. Najlepsze efekty uzyskano w układzie z bardzo wiotkim emiterem wykonanym na postumencie, a posadowionym naprzeciw anody o dużej powierzchni. Wówczas udało się ustabilizować prąd emisji na poziomie 2 nA, co wykazano przez podtrzymanie go w czasie kilkudziesięciu sekund (Rysunek 79).

Ostatnim typem układu, który wykonywano, była wiotka katoda naprzeciw anody w formie ściany o wymiarach ok. 1000x1000 nm. Przesłanką dla eksperymentu takim układzie była wątpliwość, czy anoda – pełniąc w istocie rolę ekstraktora – domyka obwód emitera polowego. Gdyby bowiem do ekstrakcji dochodziło przy niższych napięciach, ale emitowane elektrony nie były odbierane przez założoną anodę, wówczas niekontrolowany byłby strumień elektronów. Takie rozumowanie wyjaśniałoby obserwowane zjawiska wtórnego osadzania materiału oraz konieczność stosowania względnie dużych pól elektrycznych. Dla przykładu – w układzie, w którym znajdował się emiter o promieniu zaokrąglenia 10 nm, do wywołania emisji o natężeniu 1 nA z materiału o pracy wyjścia ok. 5 eV konieczne jest pole ok. 12 GV/m [318], czyli napięcie ok. 12 V. Uzyskiwano jednak znacznie mniejsze prądy przy większych wartościach napięcia, co jest przesłanką ku działaniu drugiej elektrody wyłącznie jako ekstraktor, nie zaś anoda.



Rysunek 81. Przebieg czasowy prądu emisji polowej z oznaczonymi momentami, w których dochodziło do przełączenia aktuatora opMEMS. Skokowe zmiany prądu odpowiadają zmianom pola wymuszającego emisję związanym ze zmianą odległości w obszarze zainteresowania. Oznaczono obwiednie prądów upływu (wyłącznie obserwowanych przy „wyłączonej” emisji) oraz prądu emisji polowej.

W sąsiedztwie anody w formie sferycznej ściany obejmującej emiter niemożliwe jest osadzenie emitera bez modyfikacji kształtu anody przez efekt aureoli; również osadzenie ściany wokół emitera nie jest możliwe, bez istotnej zmiany jego wymiarów. Dzięki zastosowaniu przyrządu *opMEMS*, wykonano te operacje niezależnie w obszarze zainteresowania o niezgodnym położeniu elektrod, po czym

doprowadzono je do zgodności położenia przez wytworzenie naprężeń w swobodnym ramieniu. W tak opracowanym układzie zarejestrowano prąd emisji polowej przy napięciach rzędu 3 i 4 woltów (Rysunek 80). Dowodzi to poprawności wcześniejszego rozumowania i konieczności stosowania platformy *opMEMS* do ustalania zgodności położenia w układach nanoelektroniki próżniowej.

8.4.2. Pomiary wielkości termicznych

W procesie emisji polowej energia elektronów, które ulegają emisji, nie podlega zmianie, a emisja następuje z poziomów energetycznych naturalnie obsadzonych. Jednocześnie szerokość bariery potencjału, przez którą następuje tunelowanie, zmienia się niejednorodnie, toteż większe jest prawdopodobieństwo emisji elektronów o energiach większych. Jeżeli emitowane są elektrony obsadzające wyłącznie poziomy energetyczne powyżej lub poniżej poziomu Fermiego, a zastępowane są elektronami o losowych energiach (czyli energii Fermiego), dochodzi do zmiany bilansu energetycznego – w pierwszym przypadku pojawia się energia jest pochłaniana, w drugim – dostarczana. Innymi słowy, dochodzi do ochłodzenia lub ogrzania emitera polowego. Zjawisko to zostało opisane przez W.B. Nottinghama w 1940 roku [319] jako obserwacja poczyniona do pomiarów spadków temperatury w procesie termoemisji opisanych przez [320]. Wedle hipotezy, zjawisko powinno zachodzić nie tylko dla wysokoenergetycznych elektronów, lecz dla każdego przypadku, w zależności od rozkładu poziomów obsadzeń. Badanie występowania zjawiska Nottinghama było tematem projektu OPUS „Nanometrologia efektu Nottingham prowadzona operacyjnymi układami mikro-elektromechanicznymi”⁵³, w którego pracach autor miał przyjemność uczestniczyć.

Temperatura osiągnięta przez emiter jest wypadkową zmian energii przy zastępowaniu emitowanych elektronów. Według prof. Czarczyńskiego [321] równowaga energetyczna ustala się w temperaturze absolutnej emitera T_E w przybliżeniu równej:

$$T_E = 5,8 \cdot 10^{-7} \frac{E_U}{\sqrt{\phi}} \quad (49)$$

gdzie ϕ to praca wyjścia materiału emitera, a E_U to pole elektryczne w okolicy emitera. Co istotne, jest to bezwzględna temperatura, na którą nie ma wpływu stan otoczenia. Nie oznacza to zarazem, że zostanie przez układ osiągnięta, bowiem efekt Nottinghama związany jest z ograniczonym strumieniem cieplnym. Jego dokładna postać nie jest znana, jednak można domniemywać, że jest związana z prądem emisji jako czynnikiem decydującym o tempie procesu. Jednocześnie zwiększony prąd emisji wiązać się będzie z ciepłem Joule’a związanym z prądem emisji.

Wartości wpływu ciepła Joule’a na temperaturę emitera można szacować przez określenie przybliżonej pojemności cieplnej nanoemitera oraz rezystancji cieplnych wszystkich jego połączeń. Stan ustalony temperatury zostanie osiągnięty, gdy ciepło dostarczane przez prąd emisji Q_J będzie równe ciepłu Q_T wywołanemu różnicą temperatur $T_O - T_E$ pomiędzy emitерem a otoczeniem przez połączenia o rezystancji cieplnej λ :

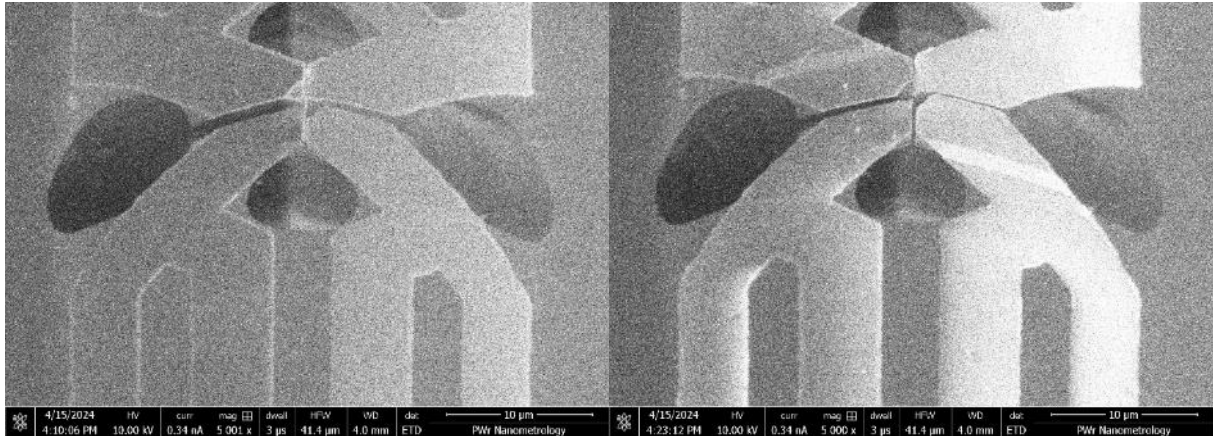
$$RI^2 = Q_J = Q_T = \frac{T_O - T_E}{\lambda} \quad (50)$$

Wartość rezystancji emitera R możliwa jest do wyznaczenia na podstawie eksperymentalnie wyznaczonej rezystywności, zaś wartość prądu emisji jest bezpośrednio rejestrowana w pomiarze. Wynikowa temperatura T_E jest pewną wypadkową temperatur z równań (49) i (50).

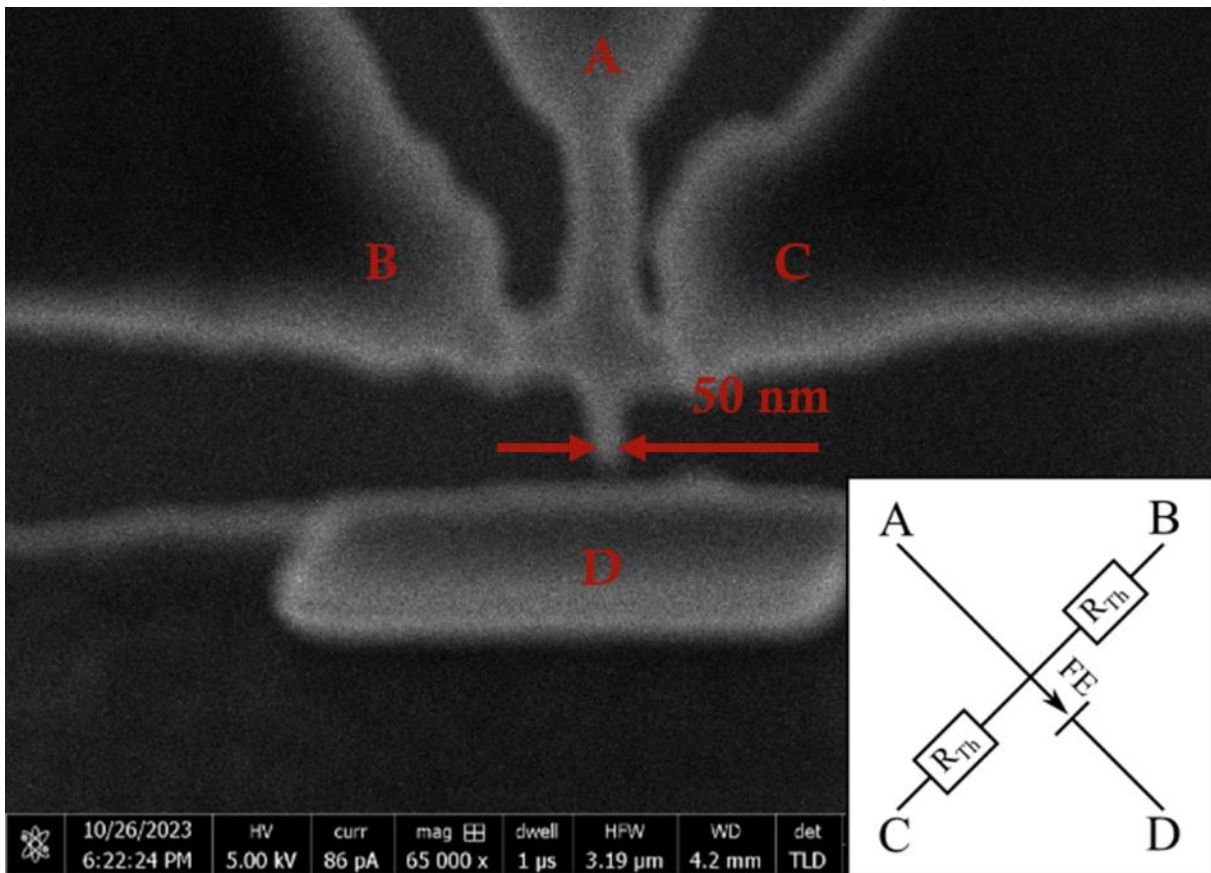
Pomiary temperatury emisji polowej stanowią wyzwanie ze względu na niewielkie ilości energii oraz pojemności cieplne, które podlegają pomiarowi. Zaproponowany układ integrował termorezystor FEBID, poddany wygrzewaniu i naświetlaniu, jako że w publikacji [175] wykazano, że takie cechują się największą czułością i rozdzielczością. Jako platformę wykorzystano mostki z rodziny *opMEMS-Si₃N₄* typów E12 oraz E13, ponieważ te zapewniały cztery elektrody pomiarowe w obszarze zainteresowania. Doprowadzono do zgodności położenia metodami modyfikacji naprężeń wiązką

⁵³ Grant Narodowego Centrum Nauki OPUS 19 nr 2020/37/B/ST7/03792 „Nanometrologia efektu Nottingham prowadzona operacyjnymi układami mikro-elektromechanicznymi”, kierownik: prof. dr hab. inż. Teodor Gotszalk.

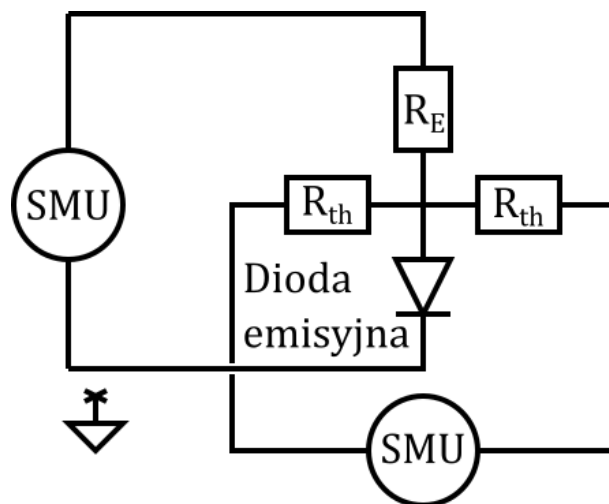
jonów (Rysunek 82). Na tak przygotowanej strukturze przeprowadzono osadzenie nanostruktury pomiarowej w układzie nanotermistora FEBID oraz nanoemitera polowego połączonych jednopunktowo (Rysunek 83). Zapewniło to połączenie mechaniczne oraz termiczne oraz brak przesłuchów elektrycznych. Ostatnią właściwość zweryfikowano konstruując modelowy układ z elementów dyskretnych (Rysunek 84).



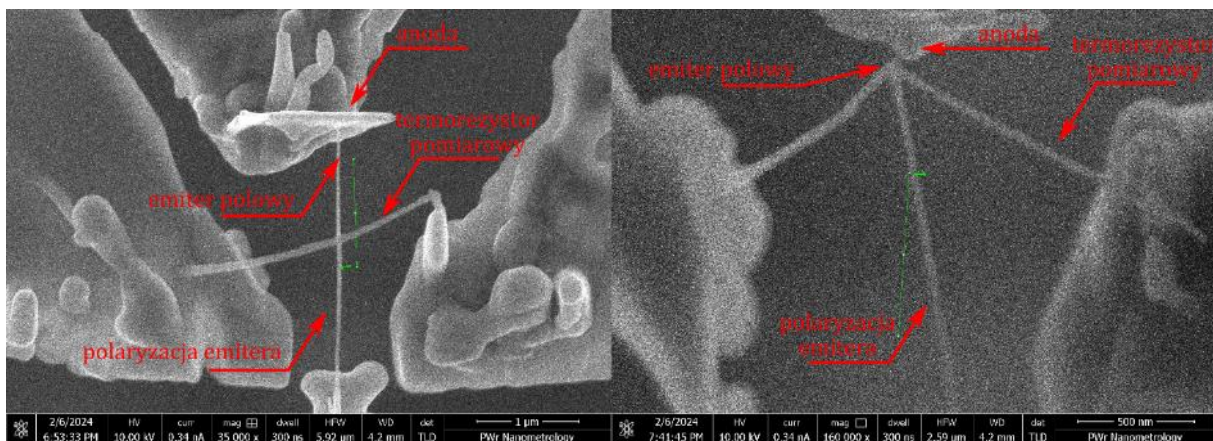
Rysunek 82. Obszar zainteresowania w przyrządzie typu E12. Łukowe wygięcie widoczne na obu obrazach jest wynikiem obecności naprężeń własnych struktury, a powoduje oddalenie od siebie elektrod w obszarze zainteresowania. Przez modyfikację wiązką jonów zredukowano poprzeczne odchylenie w osi normalnej do mostka z ok. 1 μm do poniżej 200 nm. Obrazy własne.



Rysunek 83. Pierwsza fizyczna realizacja układu do pomiaru efektów termicznych w czasie emisji polowej. Wstawka zawiera ideowe przedstawienie układu.



Rysunek 84. Schemat elektryczny układu pomiarowego, zarazem testowego układu zbudowanego z elementów dyskretnych. Emiter polowy zamodelowano za pomocą diody 2N2222, rezystory odpowiadały wartościom rezystancjom nanodrutów FEBID, tj. 1 M Ω .



Rysunek 85. Dwa układy pomiarowe do pomiaru zmiany temperatury emitera w czasie emisji polowej: z relatywnie dużą i małą odległością między emiterem a termorezystorem Pt(C).

Pierwszy uzyskany wynik obarczony był szumem znacznie odbiegającym od przypadku pożądanego, a co wynikało z niewygrzania (braku restrukturyzacji) materiału nanodrutu. Ten w istocie jakościowy wynik był tylko wskazaniem na zachodzenie procesu. W uważniej przygotowanym układzie przeprowadzono pomiar właściwy, w którym rozdzielczość temperatury wynosiła mniej niż 1%.

Docelowe pomiary prowadzono na emiterze o średnicy 20 nm pod anodą o dużej powierzchni (jak opisana w poprzednim podrozdziale). Emiter został wyprowadzony z poprzecznego termorezystora. Gałąź polaryzacji emitera została poprowadzona do czwartej elektrody. Wykonano dwa układy pomiarowe, różniące się długością emitera; wnioskowano bowiem, że będą się różniły wykrytą zmianą temperatury (Rysunek 85). W istocie, jedynie w układzie z odpowiednio krótkim emiterem polowym zaobserwowano istotne pomiarowo zmiany temperatury. Wadą obu przedstawionych rozwiązań była wiotkość nanoukładu pomiarowego. Wykonano jeszcze jeden układ, zawierający termorezystor prostopadły do gałęzi emitera dla lepszego usztywnienia struktury.

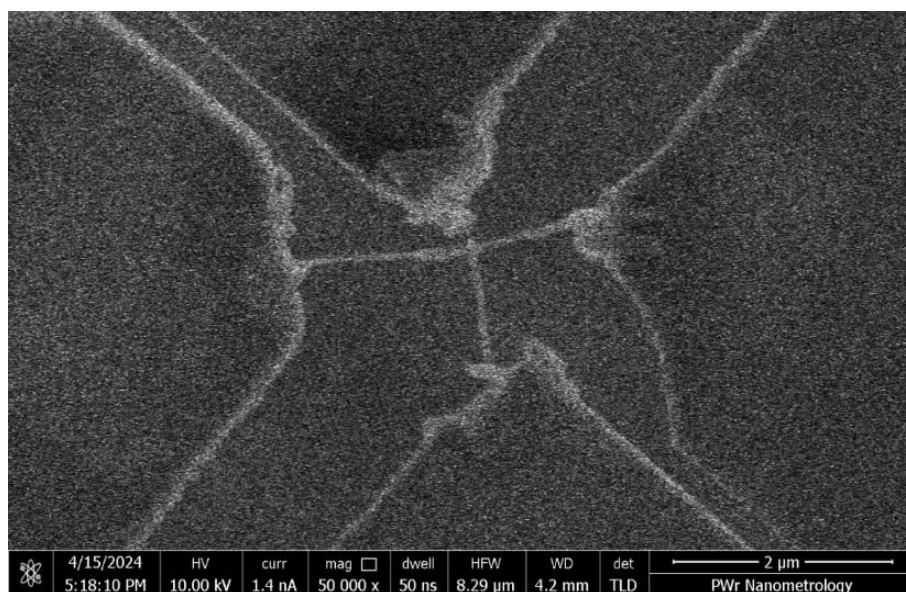
Wyniki układu pomiaru z rysunku 86 przedstawiono na zbiorczym wykresie (Rysunek 87). Wyróżnić można poszczególne etapy pomiaru (rozdzielone liniami przerywanymi). W pierwszym etapie nastąpił liniowy narost napięcia pomiarowego na gałęzi termistorowej, czemu towarzyszył

spadek mierzonej rezystancji. Był on wywołany wydzielaniem ciepła Joule'a na termistorze. Spowodował spadek rezystancji od 200 k Ω do 88 k Ω , co dla materiału Pt(C) odpowiada wzrostowi temperatury o 56 K. Oznacza to, że temperatura pracy urządzenia wynosiła ok. 351 K (wobec temperatury w pomieszczeniu 22 °C).

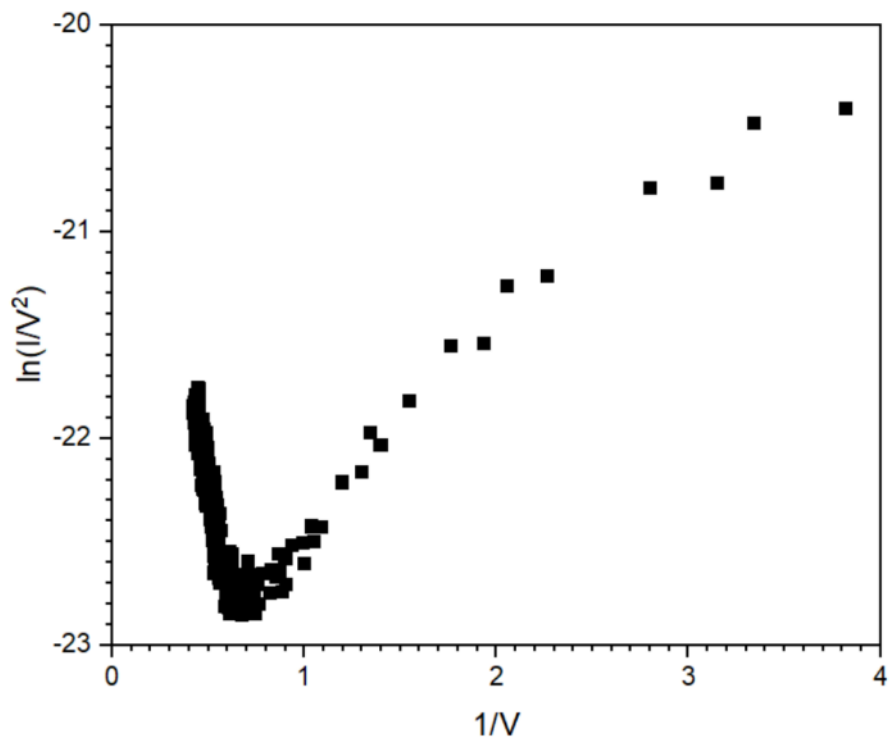
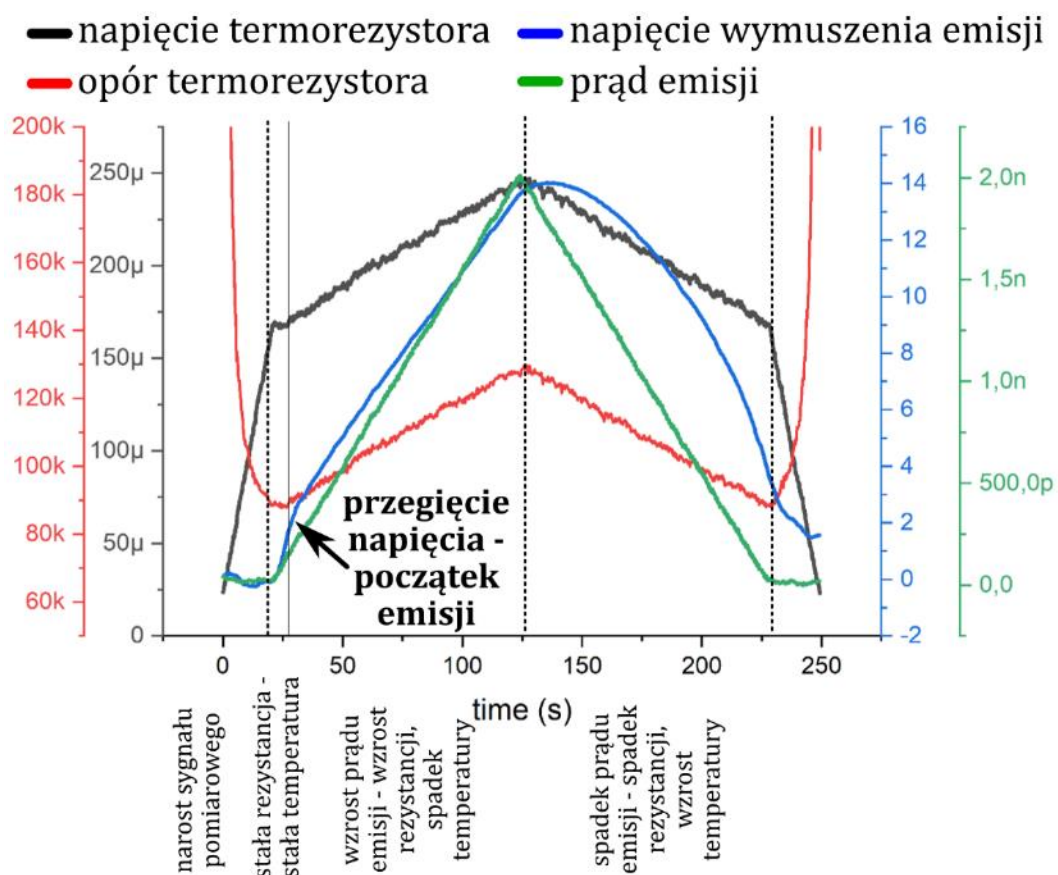
Następnie nastąpił wymuszony narost prądu w gałęzi emitera. Widoczny jest moment zmiany nachylenia krzywej napięcia wymuszenia emisji, która odpowiada napięciu rozpoczęcia emisji połowej przy ok. 3 V wymuszenia. W tym momencie rozpoczyna się również narost rezystancji gałęzi pomiaru temperatury. Jak pokazują wcześniejsze pomiary, Pt(C) posiada ujemny temperaturowy współczynnik rezystancji, wobec czego jej wzrost związany jest z ochłodzeniem emitera. Następuje zmiana rezystancji o maksymalnie 39 K, co oznacza ochłodzenie układu o ok. 30 K. Co istotniejsze, w układzie z emiterem o większej długości (czyli polem emisji umieszczonym dalej od czujnika temperatury) nie zarejestrowano istotnej zmiany.

Jeżeli przyjąć, że pole wokół emitera wynosiło w momencie emisji 300 MV (ponieważ promień krzywizny emitera to 10 nm, a napięcie emisji to 3 V), a praca wyjścia Pt(C) to ok. 5 eV, wówczas temperaturę emitera można oszacować na 78 K według równania 48. Konieczne jest jednak uwzględnienie dostarczanego do układu ciepła Joule'a związanego z prądem emisji. Były to maksymalnie 2 nA wykonujące pracę na rezystancji 1 M Ω , co odpowiada mocy cieplnej 4 pW. Nieznana jest wartość przewodności termicznej żadnego materiału FEBID-owego, założyć można więc konduktywność węgla amorficznego 0,2 W/mK [322]. Z uwzględnieniem geometrii układu, przekłada się ona na przewodność termiczną ok. 750 pW/K. Różnica temperatur wymagana do odprowadzenia takiego ciepła przez taką przewodność wynosi 5,3 mK, co jest wielkością niezauważalną w bilansie temperatur.

Na koniec rozważyć należy działanie dzielnika rezystancyjnego, powodującego spadek mierzonej temperatury. Połączenie z masą termiczną stanowiły trzy nanodrutu o średnicach 40 nm oraz długościach 1000 nm; katoda emitera posiadała długość 50 nm i średnicę 20 nm, a źródłem zmiany temperatury w efekcie Nottinghama jest jej czubek. Założyć należy brak innych wpływów ciepła, choć jest to założenie słabe, ponieważ nieznana jest emisyjność powierzchni emitera. Wobec tego temperatura ustalająca się w punkcie pomiaru wynosi 42,6 % temperatury emitera, a więc rzeczywisty spadek wynosi ok. 110 K. Lepszą czułość zapewniłaby większa miniaturyzacja nanostruktury, która sprowadziłaby pole emitujące bliżej gałęzi termorezystora.



Rysunek 86. Układ pomiarowy z nanodrutem-termistorem pomiarowym o rezystancji w stanie niezaburzonym 87 k Ω . Elementy układu takie same, jak w poprzednich schematach. Katoda w układzie emitera polowego była długości poniżej 30 nm.



Rysunek 87. Zmiana rezystancji gałęzi pomiarowej przedstawiona w czasie wraz z wymuszeniem emisji polowej – prądowym i napięciowym – oraz wykres w dziedzinie Fowlera-Nordheima stanowiący potwierdzenie zajścia emisji polowej w układzie

9. Podsumowanie

Założonym celem prowadzonych badań było wprowadzenie technologii *opMEMS* do praktyki nanometrologicznej. Dowiedziono założonej na początku pracy tezy, dokonując pomiaru efektu Nottinghama za pomocą nanoukładu pomiarowego wewnątrz przyrządu *opMEMS*. Opisane w tej pracy efekty termiczne związane z prowadzeniem emisji polowej były opisywane teoretycznie oraz eksperymentalnie, lecz nigdy w nanoskali. Ponadto wykonano szereg pomocniczych pomiarów zjawisk współwystępujących w technologii FBID, dotąd nieosiągalnych metodologicznie. W rozprawie przedstawiono wyjątkową na skalę światową możliwość jednoczesnego wytworzenia struktury przyrządowej oraz zintegrowania jej w układzie pomiarowym; sukcesu tej operacji dowodzą zaprezentowane wyniki.

Szczegółowe elementy technologii *opMEMS*, które opracowano w ramach realizacji prac, to:

- Analiza teoretyczna możliwych rozwiązań topologii nanomanipulatora, które umożliwiłyby wytworzenie przyrządu zgodnego z założeniami – w szczególności uformowanie obszaru zainteresowania.
- Synteza projektu ideowego układów możliwych do wykonania na podstawie analizy topologicznej.
- Wybór dostępnych technologii MEMS adekwatnych do realizacji zaproponowanych przyrządów i sporządzenie projektu technologicznego we współpracy z dr. inż. Andrzejem Sierakowskim z Instytutu Mikroelektroniki i Fotoniki w Warszawie.
- Uczestnictwo we wszystkich krokach produkcyjnych technologii MEMS na linii produkcyjnej Instytutu Mikroelektroniki i Fotoniki.
- Preselekcja przyrządów przed wykonaniem montażu na linii technologicznej przez diagnostykę ich wykonania (spójność mechaniczną, pomiary podstawowych właściwości elektrycznych).
- Określenie metody i układów integracji *opMEMS-ów* w celu wykorzystania w układach pomiarowych przez zaproponowanie podstawek PCB.
- Wykonanie charakteryzacji gotowych, zintegrowanych przyrządów pod kątem osiągalnych rozdzielczości, zakresów pomiarowych oraz wielkości maksymalnych.
- Opracowanie metod produkcji i integracji NEMS-ów w wytworzonej platformie, wprowadzając metodykę ustalania poziomu naprężeń własnych.
- Opracowanie metod pomiarowych właściwych dla *opMEMS-ów*.
- Przeprowadzenie pomiarów specjalistycznych, wykonalnych wyłącznie dzięki zastosowaniu przyrządów pomiarowych *opMEMS* – przede wszystkim czteropunktowych pomiarów rezystancji nanodrutów, wiarygodnej emisji polowej oraz efektu Nottinghama.

Pokazano, że rozdzielczości pomiarów prowadzonych za pomocą *opMEMS-ów* łączą w sobie zalety najbardziej precyzyjnych przyrządów pomiarowych z zadaniami stawianymi przed nanometriologią w postaci dostępu do właściwości nanostruktur. Rozdzielczości oferowane odbiegają wciąż od absolutnych kwantowych limitów pomiarowych, czyli wciąż ograniczenie rozdzielczości stanowi przyrząd czy metoda, nie zaś stan obiektu mierzonego. Wynika stąd, że wciąż istnieje pole do jakościowej poprawy przyrządów *opMEMS*, przede wszystkim przez ich dalszą miniaturyzację – jak bowiem pokazano w rozdziale 7.2, rozmiar wciąż stanowi istotny czynnik ograniczający. Innym czynnikiem, wspólnym dla rozdzielczości różnych wielkości, jest temperatura otoczenia. Przejście do temperatur możliwie małych, do czego technologia *opMEMS* jest przystosowana, stanowić będzie kolejne usprawnienie procesu pomiaru.

Na podstawie wykonanych badań można wnioskować, jakie przyrządy mogłyby poszerzyć możliwości rodziny *opMEMS*. Teoretyczne modelowe urządzenie jest ograniczone technicznie – jak próbowałem wykazać w rozdziałach 3. i 7., omawiając przewagi technologiczne obecne w różnych rodzinach. Dla pomiarów mechanicznych konieczne byłoby wykonanie przyrządów o większych sztywnościach, by umożliwić stosowanie większych sił; do pomiarów biologicznych zaś mogą powstać *opMEMS-y* stowarzyszone z układami podtrzymywania życia jednokomórkowego. Nie uważam bynajmniej, by taka specjalizacja przeczyła uniwersalności stojącej za *opMEMS-ami*.

Eksperymentowanie z najbardziej adekwatną formą *opMEMS-a* pozostaje poniekąd w tle tej rozprawy. W ramach podejścia do realizacji prac przedstawionych w rozprawie wykonano wiele innych urządzeń, z których część tylko została dokładnie opisana. Wykonane z mniejszymi lub większymi sukcesami serie belek z rodziny *opMEMS-kanapka* czy *opMEMS-SOI* stanowiły próby innych form. Na wspomnienie zasługują między innymi specjalizowane układy *opMEMS-SOI* T01-T04, ze zintegrowanymi gradientowymi grzejnikami na aktuatorze uniwersalnym.

Z tych refleksji wynikają również plany na przyszłość, obejmujące kolejne zastosowania *opMEMS-ów*. Część z nich została wymieniona w rozprawie w formie dygresji bądź osobnych rozdziałów. Do najistotniejszych należą pomiary kolejnych właściwości nanomateriałów oraz zjawisk specyficznych dla nanoskali. Wymienić należy zjawisko gigantycznej piezorezystancji, potencjalnie rewolucyjne dla pomiarów odległości, efekty pułapkowania pojedynczych elektronów oraz pomiary energii wiązań atomowych w nanomateriałach.

Poza przyszłymi zastosowaniami pomiarowymi *opMEMS-y* jako platforma mogą znaleźć zastosowanie w rozwoju nanoelektroniki próżniowej jako element aktywny układów sygnałowych. W zaprojektowanych przyrządach wytworzono diody emisyjne, zaś wprowadzenie bramkowania przez sterowanie wychyleniem przyrządu bądź sterowanie polem elektrycznym w obszarze złącza emisyjnego pozwoli na wykonanie tranzystora polowo-emisyjnego. Będzie to układ testowy, podlegający przyszłej miniaturyzacji.

Liczę na to, że przedstawione przeze mnie metody badawcze na trwałe wpiszą się w krajobraz Polskiej Szkoły Nanometrologii. Zamierzam działać w tym kierunku, publikacyjnie i badawczo propagując nowatorskie metody, którymi na ojczystym polu dysponujemy.

10. Wykaz dorobku

Uważam, że przedstawione techniki odpowiadają na zapotrzebowanie obecne w świecie nanotechnologii, która poczyniła ogromne postępy w dziedzinie wytwórstwa, a znacznie skromniejsze w obszarze weryfikacji. Nanometrologia jest dynamicznie rozwijającą się dziedziną, o czym świadczą liczne projekty krajowe i międzynarodowe, w tym te, w których miałem przyjemność wziąć udział jako:

- Stypendysta w Grantie Narodowego Centrum Nauki „Nanometrologia efektu Nottingham prowadzona operacyjnymi układami mikro-elektromechanicznymi” (grant OPUS 19 nr 2020/37/B/ST7/03792),
- Wykonawca realizowanego projektu badawczego Narodowego Centrum Badań i Rozwoju POLTUR4/piezoloTMEMS/6/2021, „Piezorezystywne układy mikro-elektromechaniczne (MEMS) dla przyszłych technologii internetu rzeczy: nanowytworzenie i nanometrologia”,
- Wykonawca w projekcie Horyzont2020 European Metrology Programme for Innovation and Research (EMPIR) „Zapewnienie spójności pomiarów za pomocą szybkich mikroskopów skanujących HS-SPM”,
- Członek zespołu wspierającego w projekcie Horyzont2020 European Metrology Programme for Innovation and Research (EMPIR) „Metrologia o dużej przepustowości dla urządzeń do pozyskiwania energii z nanodrutów - Nanowires”,
- Uczestnik w projekcie europejskiego konsorcjum EURIPIDES „Market Ready Self-sensing probes for wide range of applications in Scanning probe microscopy – MARS”,
- Uczestnik w projekcie Narodowego Centrum Nauki i Narodowego Centrum Badań i Rozwoju „Technologia mikrodźwigni aktywowanych elektromagnetycznie dla metrologii adhezji – TANGO”,
- Uczestnik w projekcie Narodowej Agencji Wymiany Akademickiej „Elektroniczna nanometrologia nanodrutów stosowanych w zastosowaniach energetycznych” (grant NAWA PHC Polonium),
- Stypendysta w grantie Narodowego Centrum Nauki „Pomiar impedancji mechanicznej struktur MEMS z wykorzystaniem wzorca siły fotonów, PF-MEMS” (grant NCN Preludium 2017/25/N/ST7/02780),
- Koordynator projektu w programie MEiN Studenckie Koła Naukowe Tworzą Innowacje pt.: „Wytworzenie i charakteryzacja mikrodźwigni z ostrzami diamentowymi do pomiarów powierzchni”.

Spośród wymienionych projektów, większość prac eksperymentalnych związana była z realizacją grantu NCN OPUS 19 „Nanometrologia efektu Nottingham prowadzona operacyjnymi układami mikro-elektromechanicznymi”. W zespole odpowiedzialnym za realizację badań prowadzono współpracę z mgr inż. Ewelina Gacką, mgr inż. Dominikiem Badurą, mgr inż. Piotrem Kunickim, dr inż. Krzysztofem Kwoką, dr hab. inż. Tomaszem Piaseckim, a pod kierownictwem prof. dr hab. inż. Teodora Gotszalka. Udział prac w projekcie winien być przedstawiony następująco:

Projekt: „Nanometrologia efektu Nottingham prowadzona operacyjnymi układami mikro-elektromechanicznymi” Kierownik: prof. dr hab. inż. Teodor Gotszalk	Studenci – stypendiści			Badacze	
Zagadnienie	Bartosz Pruchnik	Ewelina Gacka	Dominik Badura	Krzysztof Kwoka	Tomasz Piasecki
Analiza, synteza i uczestnictwo w wykonaniu przyrządów <i>opMEMS</i>	X				
Technika pomiarów elektrycznych				X	X
Oprogramowanie pomiarowe				X	X
Osadzanie pionierskich nanostruktur FBID		X			
Modyfikacje naprężeń własnych nanostruktur	X	X			X
Analiza teoretyczna zjawiska emisji polowej wg. teorii F-N	X	X			X
Analiza i synteza geometrii emiterów polowych FBID	X	X			
Niskonapięciowa emisja polowa z nanodrutów FEBID Pt(C)	X			X	
Emisja polowa prowadzona z nanodrutów FIBID		X			
Emisja polowa prowadzona z nanodrutów FBID W(C)		X		X	
Nanomanipulacja materiałami do wytworzenia specjalistycznych sond (diament, GaN, szklivo) do SPM	X	X	X		
Wykonanie i pomiary sond FEBID do SPM	X	X	X		
Wykonanie i pomiary sond FIBID do SPM	X	X	X		
Emisja polowa prowadzona w dziedzinie odległości	X	X		X	
Pomiary efektu Nottinghama	X			X	
Pomiary rezystancji FEBID w układzie dwupunktowym	X	X		X	X
Postprocessing materiałów FBID	X	X		X	X
Pomiary rezystancji FEBID w dziedzinie temperatury		X		X	X
Pomiary rezystywności FEBID w układzie czteropunktowym	X			X	

Badania i prace nie mogłyby zostać zrealizowane bez rozległej współpracy prowadzonej z instytucjami rodzimymi i zagranicznymi. Do najistotniejszych z nich należą:

- Instytut Mikroelektroniki i Fotoniki zrzeszony w Sieci Badawczej Łukasiewicz;
- Główny Urząd Miar;
- University of Surrey w Guildford;
- Technische Universität Ilmenau;
- Koc Universitesi w Stambule.

Efekty prac, między innymi opisanych w powyższej rozprawie, opisywano w periodykach międzynarodowych. Pełna lista publikacji autora znajduje się poniżej:

1. Bartosz Pruchnik, Janusz Fidelus, Ewelina Gacka, Krystyna Mika, Leszek Zaraska, Grzegorz Sulka, Teodor Gotszalk, *Atomic Force Microscopy in Mechanical Measurements of Single Nanowires*, Ultramicroscopy. (2024). s. 1-15, Doi: 10.1016/j.ultramic.2024.113985.
2. Ewelina Gacka, Bartosz Pruchnik, Magdalena Tamulewicz-Szwajkowska, Dominik Badura, Ivo Rangelow, Teodor Gotszalk, *Fabrication of focused ion beam-deposited nanowire probes for conductive atomic force microscopy*, Measurement. (2024) 114815. Doi: 10.1016/j.measurement.2024.114815.
3. Bartosz Pruchnik, Piotr Smagowski, Dominik Badura, Tomasz Piasecki, Wiktor Połacik, Piotr Putek, Teodor Gotszalk, *Transformer bridge-based metrological unit for scanning thermal microscopy with resistive nanoprobe*, Measurement Science and Technology, 35 (2024) 85901. doi: 10.1088/1361-6501/ad3f38.
4. Bartosz Pruchnik, Andrzej Sikora, Krzysztof R. Gajewski, Bartosz Świadcowski, Piotr Smagowski, Dominik Badura, Krzysztof Kwoka, Tomasz Piasecki, Teodor Gotszalk, *Educational scanning tunneling microscope – open architecture platform for nanotechnology teaching and nanometrology research*, Przegląd Elektrotechniczny. 2024, R. 100, nr 6, s. 200-204.
5. Bartosz Pruchnik, Tomasz Piasecki, Ewelina Gacka, Mateus G. Masteghin, David Cox, Teodor Gotszalk, *Improvement of MEMS thermomechanical actuation efficiency by focused ion beam-induced deposition*, Journal of Microelectromechanical Systems. 2024, s. 1-7. Doi: 10.1109/JMEMS.2024.3377595.
6. Bartosz Pruchnik, Piotr Putek, Teodor Gotszalk, *Wavelet-based information theory in quantitative assessment of AFM images' quality*. Scientific Reports. 2024, vol. 14, art. 3996, s. 1-13. Doi: 10.1038/s41598-024-53846-y.
7. Julia Pruchnik, Tomasz Piasecki, Bartosz Pruchnik, Piotr Prokaryn, Rafał Dobrowolski, Andrzej Sierakowski, Teodor Gotszalk, *QEchemMEMS – a working electrode with high-resolution temperature sensing for studying electrochemical heat management systems*. Sensors and Actuators A: Physical. 2024, vol. 366, art. 114994, s. 1-8. Doi: 10.1016/j.sna.2023.114994.
8. Bartosz Pruchnik, Janusz Fidelus, Ewelina Gacka, Krzysztof Kwoka, Julia Pruchnik, Adrianna Piejko, Łukasz Usydus, Leszek Zaraska, Grzegorz Sulka, Tomasz Piasecki, Teodor Gotszalk, *Four-point measurement setup for correlative microscopy of nanowires*. Nanomaterials. 2023, vol. 13, nr 17, art. 2451, s. 1-12. Doi: 10.3390/nano13172451.
9. Tomasz Dąbrowa, Dominik Badura, Bartosz Pruchnik, Ewelina Gacka, Władysław Kopczyński, Marcin Mikulewicz, Teodor Gotszalk, Edward Kijak, *Correlation between friction and wear in cylindrical anchorages simulated with wear machine and analyzed with scanning probe and electron microscope*. Materials. 2023, vol. 16, nr 5, art. 1991, s. 1-11. Doi: 10.1038/s41598-022-27369-3.
10. Bartosz Pruchnik, Karolina Orłowska, Bartosz Świadcowski, Ewelina Gacka, Andrzej Sierakowski, Paweł Janus, Teodor Gotszalk, *Microcantilever-based current balance for precise measurement of the photon force*. Scientific Reports. 2023, vol. 13, art. 466, s. 1-9. Doi: 10.1109/JMEMS.2022.3187793.
11. Bartosz Pruchnik, Tomasz Piasecki, Karolina Orłowska, Wojciech Majstrzyk, Andrzej Sierakowski, Teodor Gotszalk, Ivo Rangelow, *Study of the efficiency of microcantilevers: cases*

- of electrothermal and electromagnetic actuation*. Journal of Microelectromechanical Systems. 2022, vol. 31, nr 5, s. 784 - 790. Doi: 10.1109/JMEMS.2022.3187793.
12. Daniel Kopiec, Wojciech Majstrzyk, Bartosz Pruchnik, Ewelina Gacka, Dominik Badura, Andrzej Sierakowski, Paweł Janus, Teodor Gotszalk, *Metrology and control of electromagnetically actuated cantilevers using optical beam deflection method*. Metrology and Measurement Systems. 2021, vol. 28, nr 4, s. 627-642. Doi: 10.24425/mms.2021.137698.
 13. Karolina Orłowska, Maria Evelina. Mognaschi, Krzysztof Kwoka, Tomasz Piasecki, Piotr Kunicki, Andrzej Sierakowski, Wojciech Majstrzyk, Arkadiusz Podgórn, Bartosz Pruchnik, Pablo Di Barba, Teodor Gotszalk, *a method of magnetic field measurement in a scanning electron microscope using a microcantilever magnetometer*. Metrology and Measurement Systems. 2020, vol. 27, nr 1, s. 141-149. Doi: 10.24425/mms.2020.131710.
 14. Karolina Orłowska, Wojciech Majstrzyk, Piotr Kunicki, Andrzej Sierakowski, Bartosz Pruchnik, Daniel Tomaszewski, Piotr Prokaryn, Piotr Grabiec, Teodor Gotszalk, *New design of the cantilevers for radiation pressure investigations*. Microelectronic Engineering. 2018, vol. 201, s. 10-15. Doi: 10.1016/j.mee.2018.09.003.

11. Literatura

- [1] T. Huzarek, Funkcjonalistyczna teoria umysłu, przetwarzanie informacji, 2 (2014) 29–45. <https://doi.org/10.12775/SetF.2014.014>.
- [2] M. Miłkowski, R. Poczobut, Przewodnik po filozofii umysłu, (2012).
- [3] Wielki słownik języka polskiego PAN (WSJP PAN), (n.d.). <https://wsjp.pl/> (accessed 18 April 2024).
- [4] G. J. Lubarski, Teoria grup i jej zastosowania w fizyce, PWN, Warszawa, 1961.
- [5] L. Eça, G. Vaz, S.L. Toxopeus, M. Hoekstra, Numerical errors in unsteady flow simulations, *J. Verif. Valid. Uncertain. Quantif.* 4 (2019). <https://doi.org/10.1115/1.4043975/955995>.
- [6] C.J. Roy, Review of discretization error estimators in scientific computing, 48th AIAA Aerosp. Sci. Meet. Incl. New Horizons Forum Aerosp. Expo. (2010). <https://doi.org/10.2514/6.2010-126>.
- [7] M. Duprez, S.P.A. Bordas, M. Bucki, H.P. Bui, F. Chouly, V. Lleras, C. Lobos, A. Lozinski, P.Y. Rohan, S. Tomar, Quantifying discretization errors for soft tissue simulation in computer assisted surgery: A preliminary study, *Appl. Math. Model.* 77 (2020) 709–723. <https://doi.org/10.1016/j.apm.2019.07.055>.
- [8] L. Cahn, Accuracy of an analog computer, *Trans. I.R.E.* (1949) 12–18.
- [9] J. Tomaszewski, Zarys zastosowań elektronicznych maszyn analogowych, *Masz. Mat.* 5 (1966) 4–9.
- [10] W. Wajs, R. Tadeusiewicz, Maszyny cyfrowe i analogowe w obliczeniach dynamicznych, *Informatyka.* 2 (1974) 18–20, 31.
- [11] R.W. Brockett, A Rational Flow for the Toda Lattice Equations, (1997) 33–44. https://doi.org/10.1007/978-3-663-09823-2_4.
- [12] G.E.R. Cowan, R.C. Melville, Y.P. Tsividis, A VLSI analog computer/math co-processor for a digital computer, *Dig. Tech. Pap. - IEEE Int. Solid-State Circuits Conf.* 48 (2005). <https://doi.org/10.1109/ISSCC.2005.1493879>.
- [13] L.D. Kovach, W. Comley, A New, Solid-State, Nonlinear Analog Component, *IRE Trans. Electron. Comput.* EC-9 (1960) 496–503. <https://doi.org/10.1109/TEC.1960.5219892>.
- [14] S. BALLANTINE, The operational characteristics of thermionic amplifiers, *Proc. Inst. Radio Eng.* 7 (1919) 129–161. <https://doi.org/10.1109/JRPROC.1919.217426>.
- [15] H. Hamer, J.D. Kennedy, Testing of Operational Amplifiers, *J. ACM.* 2 (1955) 92–94. <https://doi.org/10.1145/320795.320798>.
- [16] G.R. Wilson, A monolithic junction FET-NPN operational amplifier, *Dig. Tech. Pap. - IEEE Int. Solid-State Circuits Conf.* (1968) 20–21. <https://doi.org/10.1109/ISSCC.1968.1154599>.
- [17] R.J. Widlar, Design Techniques for Monolithic Operational Amplifiers, *IEEE J. Solid-State Circuits.* 4 (1969) 184–191. <https://doi.org/10.1109/JSSC.1969.1049994>.
- [18] S.L. Danilishin, F.Y. Khalili, Quantum measurement theory in gravitational-wave detectors, *Living Rev. Relativ.* 15 (2012) 1–147. <https://doi.org/10.12942/LRR-2012-5/FIGURES/46>.
- [19] M.A. Taylor, J. Janousek, V. Daria, J. Knittel, B. Hage, H.A. Bachor, W.P. Bowen, Biological measurement beyond the quantum limit, *Nat. Photonics* 2013 73. 7 (2013) 229–233. <https://doi.org/10.1038/nphoton.2012.346>.
- [20] M.O. Magnasco, Szilard's heat engine, *Europhys. Lett.* 33 (1996) 583–588. <https://doi.org/10.1209/epl/i1996-00382-3>.
- [21] W. Nawrocki, M. Wawrzyniak, Zjawiska kwantowe w metrologii elektrycznej, Wydaw. Politechniki Poznańskiej, 2003.
- [22] F N Hooge, T G M Kleinpenning, L K J Vandamme, Experimental studies on 1/f noise, *Reports Prog. Phys.* 44 (1981) 479. <https://doi.org/10.1088/0034-4885/44/5/001>.
- [23] T.R. Thomas, Some problems in the characterisation of surface microtopography, <https://doi.org/10.1117/12.57762>. 1573 (1992) 188–200. <https://doi.org/10.1117/12.57762>.
- [24] Atomic Force Microscopy, Scanning Probe Microscopy Calibration, (n.d.). https://www.tedpella.com/calibration_html/AFM_SPM_Calibration.aspx#HS20MG (accessed 18 April 2024).
- [25] V.P. Gavrilenko, E.N. Lesnovsky, Y.A. Novikov, A. V. Rakov, P.A. Todua, M.N. Filippov, First Russian standards in nanotechnology, *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.* 73 (2009) 433–440. <https://doi.org/10.3103/S1062873809040017/METRICS>.

- [26] A. Yacoot, L. Koenders, From nanometre to millimetre: a feasibility study of the combination of scanningprobe microscopy and combined optical and x-ray interferometry, *Meas. Sci. Technol.* 14 (2003) N59. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/14/9/402>.
- [27] A. Yacoot, U. Kuetgens, Sub-atomic dimensional metrology: developments in the control of x-ray interferometers, *Meas. Sci. Technol.* 23 (2012) 074003. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/23/7/074003>.
- [28] J.L. Lin, D.Y. Petrovykh, J. Viernow, F.K. Men, D.J. Seo, F.J. Himpsel, Formation of regular step arrays on Si(111)7×7, *J. Appl. Phys.* 84 (1998) 255–260. <https://doi.org/10.1063/1.368077>.
- [29] Recommendations of CCL/WG-N on: Realization of SI metre using height of monoatomic steps of crystalline silicon surfaces Overview, (n.d.).
- [30] F.J. Giessibl, Atomic Resolution of the Silicon (111)-(7×7) Surface by Atomic Force Microscopy, *Science* (80-.). 267 (1995) 68–71. <https://doi.org/10.1126/SCIENCE.267.5194.68>.
- [31] J. Garnæs, D. Nečas, L. Nielsen, M.H. Madsen, A. Torras-Rosell, G. Zeng, P. Klapetek, A. Yacoot, Algorithms for using silicon steps for scanning probe microscope evaluation, *Metrologia.* 57 (2020) 064002. <https://doi.org/10.1088/1681-7575/ab9ad3>.
- [32] C.J. Shearer, A.D. Slattery, A.J. Stapleton, J.G. Shapter, C.T. Gibson, Accurate thickness measurement of graphene, *Nanotechnology.* 27 (2016) 125704. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/27/12/125704>.
- [33] G.M. Lazzerini, G.M. Paternò, G. Tregnago, N. Treat, N. Stingelin, A. Yacoot, F. Cacialli, Traceable atomic force microscopy of high-quality solvent-free crystals of [6,6]-phenyl-C61-butyric acid methyl ester, *Appl. Phys. Lett.* 108 (2016). <https://doi.org/10.1063/1.4941227/133465>.
- [34] M. Babij, W. Majstrzyk, A. Sierakowski, P. Janus, P. Grabiec, Z. Ramotowski, A. Yacoot, T. Gotszalk, MEMS displacement generator for atomic force microscopy metrology, *Meas. Sci. Technol.* 32 (2021). <https://doi.org/10.1088/1361-6501/abc28a>.
- [35] W. Lin, U. Kuetgens, P. Becker, L. Koenders, L. Dacheng, C. Mang, Calibration of standards for precision pitch measurement inthe nanometre region by combined scanning tunnelling microscopy and x-rayinterferometry, *Nanotechnology.* 10 (1999) 412. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/10/4/309>.
- [36] I. Misumi, S. Gonda, O. Sato, K. Sugawara, K. Yoshizaki, T. Kurosawa, T. Takatsuji, Nanometric lateral scale development using an atomic force microscope with directly traceable laser interferometers, *Meas. Sci. Technol.* 17 (2006) 2041. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/17/7/051>.
- [37] Y.S. Jang, H. Liu, J. Yang, M. Yu, D.L. Kwong, C.W. Wong, Nanometric Precision Distance Metrology via Hybrid Spectrally Resolved and Homodyne Interferometry in a Single Soliton Frequency Microcomb, *Phys. Rev. Lett.* 126 (2021) 023903. <https://doi.org/10.1103/PHYSREVLETT.126.023903/FIGURES/4/MEDIUM>.
- [38] T.R. Hicks, P.D. Atherton, *The NanoPositioning Book: Moving and Measuring to Better Than a Nonometre,* (1997) 119. https://books.google.com/books/about/The_Nanopositioning_Book.html?hl=pl&id=nEA5mdIB7MAC (accessed 18 April 2024).
- [39] M. Rakotondrabe, A.G. Fowler, S.O.R. Moheimani, Control of a novel 2-DoF MEMS nanopositioner with electrothermal actuation and sensing, *IEEE Trans. Control Syst. Technol.* 22 (2014) 1486–1497. <https://doi.org/10.1109/TCST.2013.2284923>.
- [40] M. Becker, W. Benecke, B. Hannemann, T. Henning, Electrostatic beam actuator for switching applications fabricated by Ni microelectroplating and thermal postprocessing, <https://doi.org/10.1117/12.476281>. 4981 (2003) 71–82. <https://doi.org/10.1117/12.476281>.
- [41] T. Zengerle, A. Ababneh, H. Seidel, Generalized Damping Model for MEMS Oscillators from Molecular to Viscous Flow Regime, *Eng. 3* (2022) 124–141.
- [42] M. Hosseini-Pishrobat, E. Tatar, Modeling and Analysis of a MEMS Vibrating Ring Gyroscope Subject to Imperfections, *J. Microelectromechanical Syst.* 31 (2022) 546–560. <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2022.3170121>.
- [43] S. Vengallatore, Analysis of thermoelastic damping in laminated composite micromechanical beam resonators, *J. Micromechanics Microengineering.* 15 (2005) 2398. <https://doi.org/10.1088/0960-1317/15/12/023>.

- [44] A. Duwel, M. Weinstein, J. Gorman, J. Borenstein, P. Ward, Quality factors of MEMS gyros and the role of thermoelastic damping, *Proc. IEEE Micro Electro Mech. Syst.* (2002) 214–219. <https://doi.org/10.1109/MEMSYS.2002.984242>.
- [45] R.J. Pryputniewicz, Effect of Thin Films on Dynamic Performance of Resonating MEMS, *Exp. Mech.* 54 (2014) 25–33. <https://doi.org/10.1007/S11340-013-9809-3/FIGURES/9>.
- [46] G. Sosale, S. Prabhakar, L.G. Frechette, S. Vengallatore, A microcantilever platform for measuring internal friction in thin films using thermoelastic damping for calibration, *J. Microelectromechanical Syst.* 20 (2011) 764–773. <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2011.2140357>.
- [47] D. Halliday, R. Resnick, J. Walker, *Fundamentals of physics*, John Wiley & Sons, 2013.
- [48] C. Schott, R. Racz, R.S. Popovic, Magnetic vibration measurement, *Meas. Control.* 33 (2000) 101–104. https://doi.org/10.1177/002029400003300402/ASSET/002029400003300402.FP.PNG_V03.
- [49] G. Cuntze, H. Brendel, A. Hubert, Barkhausen noise from sintered permanent magnets, *IEEE Trans. Magn.* 32 (1996) 4359–4361. <https://doi.org/10.1109/20.538868>.
- [50] Y. Ito, H. Ohnishi, K. Kamada, T. Kobayashi, Sensitivity improvement of spin-exchange relaxation free atomic magnetometers by hybrid optical pumping of potassium and rubidium, *IEEE Trans. Magn.* 47 (2011) 3550–3553. <https://doi.org/10.1109/TMAG.2011.2148191>.
- [51] D. Ma, J. Lu, X. Fang, Y. Dou, K. Wang, Y. Gao, S. Li, B. Han, A novel low-noise Mu-metal magnetic shield with winding shape, *Sensors Actuators A Phys.* 346 (2022) 113884. <https://doi.org/10.1016/J.SNA.2022.113884>.
- [52] E.F. Nichols, G.F. Hull, A Preliminary Communication on the Pressure of Heat and Light Radiation, *Phys. Rev. (Series I)*. 13 (1901) 307. <https://doi.org/10.1103/PhysRevSeriesI.13.307>.
- [53] D. Ma, J.L. Garrett, J.N. Munday, Quantitative measurement of radiation pressure on a microcantilever in ambient environment, *Appl. Phys. Lett.* 106 (2015) 91107. https://doi.org/10.1063/1.4914003/14465968/091107_1_ACCEPTED_MANUSCRIPT.PDF.
- [54] B. Pruchnik, K. Orłowska, B. Świadkowski, E. Gacka, A. Sierakowski, P. Janus, T. Gotszalk, Microcantilever-based current balance for precise measurement of the photon force, *Sci. Reports* 2023 131. 13 (2023) 1–9. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-27369-3>.
- [55] A.G. Primo, ; Cauê, M. Kersul, R. Benevides, N.C. Carvalho, M. Ménard, N.C. Frateschi, P.-L. De Assis, G.S. Wiederhecker, ; Thiago, P.M. Alegre, C.M. Kersul, T.P.M. Alegre, Cite as: APL Photon, *APL Photonics.* 6 (2021) 86101. <https://doi.org/10.1063/5.0055201>.
- [56] N. Kostina, M. Petrov, V. Bobrovs, A. Shalin, Optical pulling and pushing forces via Bloch surface waves, *Opt. Lett.* 47 (2022). <https://doi.org/10.1364/OL.464037>.
- [57] R. Micheletto, M. Yokokawa, Y. Ding, D. Hobara, T. Kakiuchi, Y. Kawakami, Observation of a nanometer size confined transient phenomenon at the gold STM tip interface under UV illumination, *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.* 273 (2006) 189–192. <https://doi.org/10.1016/J.COLSURFA.2005.08.021>.
- [58] C. Xiang, W. Jin, O. Terra, B. Dong, H. Wang, L. Wu, J. Guo, T.J. Morin, E. Hughes, J. Peters, Q.X. Ji, A. Feshali, M. Paniccia, K.J. Vahala, J.E. Bowers, 3D integration enables ultralow-noise isolator-free lasers in silicon photonics, *Nat.* 2023 6207972. 620 (2023) 78–85. <https://doi.org/10.1038/s41586-023-06251-w>.
- [59] D.I. Yakubovsky, A. V. Arsenin, Y. V. Stebunov, D.Y. Fedyanin, V.S. Volkov, Optical constants and structural properties of thin gold films, *Opt. Express.* 25 (2017) 25574. <https://doi.org/10.1364/oe.25.025574>.
- [60] M. Li, Y. Wang, A. Chen, A. Naidu, B.S. Napier, W. Li, C.L. Rodriguez, S.A. Crooker, F.G. Omenetto, Flexible magnetic composites for light-controlled actuation and interfaces, *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* 115 (2018) 8119–8124. https://doi.org/10.1073/PNAS.1805832115/SUPPL_FILE/PNAS.1805832115.SM04.MOV.
- [61] K. Komori, Y. Enomoto, C.P. Ooi, Y. Miyazaki, N. Matsumoto, V. Sudhir, Y. Michimura, M. Ando, Attonewton-meter torque sensing with a macroscopic optomechanical torsion pendulum, *Phys. Rev. A.* 101 (2020) 1–5. <https://doi.org/10.1103/PhysRevA.101.011802>.
- [62] P. Di Barba, T.P. Gotszalk, W. Majstrzyk, M.E. Mognaschi, K. Orłowska, S. Wiak, A. Sierakowski, Optimal design of electromagnetically actuated MEMS cantilevers, *Sensors (Switzerland)*. 18 (2018) 1–14. <https://doi.org/10.3390/s18082533>.

- [63] K. Orłowska, B. Swiadkowski, A. Sierakowski, T. Gotszalk, Photon force microelectromechanical system cantilever combined with a fibre optic system as a measurement technique for optomechanical studies, *Meas. Sci. Technol.* 33 (2022). <https://doi.org/10.1088/1361-6501/ac3678>.
- [64] F. He, J. Liu, K. Di Zhu, Optomechanical atomic force microscope, *Nanotechnology.* 32 (2021). <https://doi.org/10.1088/1361-6528/abc711>.
- [65] R. Wagner, F. Guzman, G. Shaw, Towards a Photonic Quantum Standard for Mass and Force, *CPEM 2018 - Conf. Precis. Electromagn. Meas.* (2018). <https://doi.org/10.1109/CPEM.2018.8501212>.
- [66] S. Timoshenko, Analysis of Bi-Metal Thermostats, *J. Opt. Soc. Am.* 11 (1925) 233–255. <https://doi.org/10.1364/JOSA.11.000233>.
- [67] E.I. Nesis, A.F. Shatalov, N.P. Karmatskii, Specific features of parametric excitation of thermomechanical vibration of a wire heater, *J. Eng. Phys. Thermophys.* 63 (1992) 1199–1202. <https://doi.org/10.1007/BF00853520/METRICS>.
- [68] E.I. Nesis, E.B. Borisov, A contribution to the theory of parametric excitation of thermomechanical oscillations, *J. Eng. Phys. Thermophys.* 63 (1992) 884–888. <https://doi.org/10.1007/BF00852773/METRICS>.
- [69] W. Majstrzyk, A. Ahmad, T. Ivanov, A. Reum, T. Angelow, M. Holz, T.P. Gotszalk, I.W. Rangelow, Thermomechanically and electromagnetically actuated piezoresistive cantilevers for fast-scanning probe microscopy investigations, *Sensors Actuators A Phys.* 276 (2018) 237–245. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.sna.2018.04.028>.
- [70] M. Staab, H.F. Schlaak, Novel electrothermally actuated magnetostatic bistable microrelay for telecommunication applications, *Proc. IEEE Int. Conf. Micro Electro Mech. Syst.* (2011) 1261–1264. <https://doi.org/10.1109/MEMSYS.2011.5734662>.
- [71] C.R. Copeland, C.D. McGray, J. Geist, V.A. Aksyuk, S.M. Stavis, Characterization of electrothermal actuation with nanometer and microradian precision, 2015 Transducers - 2015 18th Int. Conf. Solid-State Sensors, Actuators Microsystems, *TRANSDUCERS 2015.* (2015) 792–795. <https://doi.org/10.1109/TRANSDUCERS.2015.7181042>.
- [72] H.M. Nasrabadi, N. Nikooienjad, M.B. Coskun, S.O.R. Moheimani, Combining Electrothermal Actuation with Piezoelectric Actuation and Sensing in a Dynamic Mode AFM Microcantilever, *Proc. IEEE Sensors.* 2022-October (2022). <https://doi.org/10.1109/SENSOR52175.2022.9967216>.
- [73] L. Li, R. Li, W. Lubeigt, D. Uttamchandani, Design, simulation, and characterization of a bimorph varifocal micromirror and its application in an optical imaging system, *J. Microelectromechanical Syst.* 22 (2013) 285–294. <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2012.2220337>.
- [74] B. Shi, H.J. Zhang, B. Wang, F.T. Yi, J.Z. Jiang, D.X. Zhang, Dynamic properties of a metal photo-thermal micro-actuator, *Appl. Opt.* 54 (2015) 1369. <https://doi.org/10.1364/AO.54.001369>.
- [75] D. Jang, J. Lee, H. Song, H. Park, S.K. Chung, Underwater energy harvesting technology utilizing an optothermally pulsating microbubble, *Proc. IEEE Int. Conf. Micro Electro Mech. Syst.* 2018-January (2018) 685–687. <https://doi.org/10.1109/MEMSYS.2018.8346647>.
- [76] Lew Landau, Jewgienij Lifszyc, *Teoria sprężystości*, PWN, Warszawa, 1993. <https://pzwl.pl/Teoria-sprezystosci,117905193,p.html> (accessed 18 April 2024).
- [77] E. Holguin, L. Trojman, L.M. Procel, A. Brenes, A. Vladimirescu, Design and optimization of a Vibrational MEMS-Based Energy Harvester, *PRIME 2022 - 17th Int. Conf. Ph.D Res. Microelectron. Electron. Proc.* (2022) 209–212. <https://doi.org/10.1109/PRIME55000.2022.9816839>.
- [78] D.R. Sahoo, V. Kartik, A. Sebastian, H. Pozidis, Scanning Probe Microscopy using Higher-Mode Electrostatically-Actuated Microcantilevers, *IFAC Proc. Vol.* 43 (2010) 212–219. <https://doi.org/10.3182/20100913-3-US-2015.00090>.
- [79] Y. Zhu, X. Yan, M. Qi, Z. Liu, X. Zhang, L. Lin, A DC drive electrostatic comb actuator based on self-excited vibration, *Proc. IEEE Int. Conf. Micro Electro Mech. Syst.* 2018-January (2018) 592–595. <https://doi.org/10.1109/MEMSYS.2018.8346623>.
- [80] K. Kwoka, T. Piasecki, K. Orłowska, P. Grabarczyk, A. Sierakowski, T. Gotszalk, E. Gacka, A.

- Piejko, K. Gajewski, Impedance spectroscopy of electrostatically driven MEMS resonators, *Meas. J. Int. Meas. Conf.* 215 (2023) 112845. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2023.112845>.
- [81] N. .G, K. Naveen Kumar, A.S. Pawar, N. Haritha, Study and simulation of MEMS electrostatic actuators, *Mater. Today Proc.* (2023). <https://doi.org/10.1016/J.MATPR.2023.03.082>.
- [82] H. Kwon, M. Nakada, Y. Hirabayashi, A. Higo, M. Ataka, H. Fujita, H. Toshiyoshi, Bi-directionally driven metal cantilevers developed for optical actuation, 2007 IEEE/LEOS Int. Conf. Opt. MEMS Nanophotonics, OMENS. (2007) 49–50. <https://doi.org/10.1109/OMEMS.2007.4373834>.
- [83] H.M. Nasrabadi, Nastaran Nikooeenejad, K.S. Vikrant, S.O.R. Moheimani, Integration of piezoelectric and electrothermal actuators for high-resolution Atomic Force Microscopy, *Mechatronics*. 99 (2024) 103165. <https://doi.org/10.1016/j.mechatronics.2024.103165>.
- [84] A. Albukhari, U. Mescheder, Inchworm Motors and Beyond: A Review on Cooperative Electrostatic Actuator Systems, *Actuators* 2023, Vol. 12, Page 163. 12 (2023) 163. <https://doi.org/10.3390/ACT12040163>.
- [85] C. Zhang, W. Jiang, A. Ghosh, G. Wang, F. Wu, H. Zhang, Miniaturized langasite MEMS micro-cantilever beam structured resonator for high temperature gas sensing, *Smart Mater. Struct.* 29 (2020) 055002. <https://doi.org/10.1088/1361-665X/AB78B6>.
- [86] N. Zhou, R. Li, H. Ao, C. Zhang, H. Jiang, Piezoelectric Performance of a Symmetrical Ring-Shaped Piezoelectric Energy Harvester Using PZT-5H under a Temperature Gradient, *Micromachines* 2020, Vol. 11, Page 640. 11 (2020) 640. <https://doi.org/10.3390/M11070640>.
- [87] W. Jung, S. Lee, J. Lee, Y. Hwang, Wirelessly Powered Micro Soft Bellows Actuator with 3D Helix Coils, *Proc. IEEE Int. Conf. Micro Electro Mech. Syst.* 2022-January (2022) 361–364. <https://doi.org/10.1109/MEMS51670.2022.9699778>.
- [88] D. Vernooy, A. Knobloch, F. Ahmad, D. Sexton, Remote excitation and readout of a high Q silicon resonator, *Proc. IEEE Sensors.* (2010) 1108–1112. <https://doi.org/10.1109/ICSENS.2010.5690815>.
- [89] A.P. Taylor, J. Izquierdo Reyes, J. Izquierdo Reyes, L.F. Velásquez-García, Compact, magnetically actuated, additively manufactured pumps for liquids and gases, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 53 (2020). <https://doi.org/10.1088/1361-6463/AB8DE8>.
- [90] C.H. Ou, Y.C. Lin, Y. Keikoin, T. Ono, M. Esashi, Y.C. Tsai, Two-dimensional MEMS Fe-based metallic glass micromirror driven by an electromagnetic actuator, *Jpn. J. Appl. Phys.* 58 (2019) SDDL01. <https://doi.org/10.7567/1347-4065/AB0493>.
- [91] S. Turkyilmaz, A. Muhtaroglu, H. Kulah, Improved second generation electromagnetic MEMS energy scavenger, 2011 Int. Conf. Energy Aware Comput. ICEAC 2011. (2011). <https://doi.org/10.1109/ICEAC.2011.6136694>.
- [92] Z. Zhang, W. Zhao, G. Chen, M. Toda, S. Koizumi, Y. Koide, M. Liao, On-chip Diamond MEMS Magnetic Sensing through Multifunctionalized Magnetostrictive Thin Film, *Adv. Funct. Mater.* 33 (2023) 2300805. <https://doi.org/10.1002/ADFM.202300805>.
- [93] L. Wei, Z. You, X. Kuai, M. Zhang, F. Yang, X. Wang, MEMS thermal-piezoresistive resonators, thermal-piezoresistive oscillators, and sensors, *Microsyst. Technol.* 29 (2022) 1–17. <https://doi.org/10.1007/S00542-022-05391-9>.
- [94] Y. Hyodo, H. Yabuno, Self-Excited Microcantilever with Higher Mode Using Band-Pass Filter, *Sensors* 2023, Vol. 23, Page 2849. 23 (2023) 2849. <https://doi.org/10.3390/S23052849>.
- [95] M. Dorfmeister, B. Kössl, M. Schneider, G. Pfusterschmied, U. Schmid, Switching performance of bistable membranes activated with integrated piezoelectric thin film transducers, *J. Micromechanics Microengineering.* 29 (2019) 105008. <https://doi.org/10.1088/1361-6439/AB3185>.
- [96] H. Droogendijk, M.J. De Boer, R.A. Brookhuis, R.G.P. Sanders, G.J.M. Krijnen, Stochastic resonance in a voltage-controlled MEMS-slider: Increasing the signal-to-noise ratio with noise, 2013 Transducers Eurosensors XXVII 17th Int. Conf. Solid-State Sensors, Actuators Microsystems, TRANSDUCERS EUROSENSORS 2013. (2013) 1707–1710. <https://doi.org/10.1109/TRANSDUCERS.2013.6627115>.
- [97] Józef Giergiel, *Tłumienie drgań mechanicznych*, Zakład graficzny AGH, Kraków, 1984.
- [98] J.C. Hathaway, D.F. Babcock, Survey of Mechanical Filters and their Applications, *Proc. IRE.*

- 45 (1957) 5–16. <https://doi.org/10.1109/JRPROC.1957.278249>.
- [99] T.M. Van Beek, K.L. Phan, G.J.A.M. Verheijden, G.E.J. Koops, C. Van Der Avoort, J. Van Wingerden, D. Ernur Badaroglu, J.J.M. Bontemps, R. Puers, A piezo-resistive resonant MEMS amplifier, *Tech. Dig. - Int. Electron Devices Meet. IEDM.* (2008). <https://doi.org/10.1109/IEDM.2008.4796782>.
- [100] W. Siebert, *Circuits, signals, and systems*, (1986). https://books.google.com/books?hl=pl&lr=&id=zBTUiIrb2WIC&oi=fnd&pg=PR13&dq=Siebert,+William+McC.+Circuits,+Signals,+and+Systems.+MIT+Press&ots=8eMRNIIAgl&sig=CCSAM_hCBauOVMq63QJnlKlmJlg (accessed 18 April 2024).
- [101] Stefan Miller, *Teoria maszyn i mechanizmów*, Oficyna Wydawnicza PWr, Wrocław, 1996. https://www.dbc.wroc.pl/Content/1636/PDF/miller_teoria_maszyn_wyd2.pdf (accessed 18 April 2024).
- [102] C. Qiu, J.S. Dai, *Large Deformation Analysis of Compliant Parallel Mechanisms*, Springer Tracts Adv. Robot. 139 (2021) 121–145. https://doi.org/10.1007/978-3-030-48313-5_8.
- [103] L.L. Howell, *Compliant Mechanisms*, 21st Century Kinemat. (2013) 189–216. https://doi.org/10.1007/978-1-4471-4510-3_7.
- [104] A. Tomala, M. Roy, F. Franek, *Nanotribology of Mo–Se–C films*, *Philos. Mag.* 90 (2010) 3827–3843. <https://doi.org/10.1080/14786435.2010.495041>.
- [105] X.D. Wang, J.X. Yu, L. Chen, L.M. Qian, Z.R. Zhou, *Effects of water and oxygen on the tribochemical wear of monocrystalline Si(1 0 0) against SiO₂ sphere by simulating the contact conditions in MEMS*, *Wear.* 271 (2011) 1681–1688. <https://doi.org/10.1016/J.WEAR.2010.11.043>.
- [106] B. Weber, J. Scheibert, M.P. de Boer, A. Dhinojwala, *Experimental insights into adhesion and friction between nominally dry rough surfaces*, *MRS Bull.* 47 (2022) 1237–1246. <https://doi.org/10.1557/S43577-022-00464-6/FIGURES/5>.
- [107] M. Kleiber, *Wprowadzenie do metody elementów skończonych*, (1989). <https://w.bibliotece.pl/384949/Wprowadzenie+do+metody+elementów+skończonych> (accessed 18 April 2024).
- [108] Gustaw Rakowski, *Metoda Elementów Skończonych: Wybrane problemy*, Oficyna Wydawnicza PW, Warszawa, 1996. https://scholar.google.com/scholar?hl=pl&as_sdt=0%2C5&q=Metoda+Elementów+Skończonych+Wybrane+problemy%2C+Rakowski&btnG= (accessed 18 April 2024).
- [109] A. Słoń, U. Pawlak, *The comparative analysis of computational methods FE and FD on the example of the membrane surface structure (Analiza porównawcza metod obliczeniowych ES i RS w zastosowaniu do konstrukcji powierzchniowej typu tarcza)*, (2015).
- [110] V. V. Zozulya, A. Saez, *A high-order theory of a thermoelastic beams and its application to the MEMS/NEMS analysis and simulations*, *Arch. Appl. Mech.* 86 (2016) 1255–1272. <https://doi.org/10.1007/S00419-015-1090-8/FIGURES/5>.
- [111] E. Martinez-Cisneros, L.A. Velosa-Moncada, E.A. Elvira-Hernandez, O.I. Nava-Galindo, L.A. Aguilera-Cortes, R. Perez-Cuapio, A. De Leon, F. Lopez-Huerta, R. Salgado-Estrada, A.L. Herrera-May, *Analytical Modeling of the Mechanical Behavior of MEMS/NEMS-Multilayered Resonators with Variable Cross-Sections for Sensors and Energy Harvesters*, *IEEE Access.* 9 (2021) 81040–81056. <https://doi.org/10.1109/ACCESS.2021.3084600>.
- [112] L. Medina, A.A. Seshia, *Tristable properties and limit point behaviour in electrostatically actuated initially curved coupled micro beams*, *Int. J. Mech. Sci.* 204 (2021) 106543. <https://doi.org/10.1016/J.IJMECSCI.2021.106543>.
- [113] M. Guzman, W. Tian, C. Walker, J.E. Herrera, *Copper oxide nanoparticles doped with lanthanum, magnesium and manganese: optical and structural characterization*, *R. Soc. Open Sci.* 9 (2022). <https://doi.org/10.1098/RSOS.220485>.
- [114] Lalmuanchhana, R.C. Tiwari, D.P. Rai, Lalhriatzuala, *Strain induced modification of CdO monolayer electronic properties*, *AIP Conf. Proc.* 2265 (2020). <https://doi.org/10.1063/5.0016749/725512>.
- [115] T.C. Allison, O. Coskuner, C.A. Gonzalez, *Metallic Systems: A Quantum Chemist’s Perspective*, *Met. Syst. A Quantum Chem. Perspect.* (2011) 1–394. <https://doi.org/10.1201/B10835/METALLIC-SYSTEMS-CARLOS-GONZALEZ-ORKID->

COSKUNER-THOMAS-ALLISON.

- [116] N. Kinoshita, T. Mura, Elastic fields of inclusions in anisotropic media, *Phys. Status Solidi*. 5 (1971) 759–768. <https://doi.org/10.1002/PSSA.2210050332>.
- [117] J.D. Eshelby, Eshelby, J. D., The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems, *RSPSA*. 241 (1957) 376–396. <https://doi.org/10.1098/RSPA.1957.0133>.
- [118] F. Hübner, M. Hübner, H. Bender, F. Houdellier, A. Claverie, Direct mapping of strain in a strained silicon transistor by high-resolution electron microscopy, *Phys. Rev. Lett.* 100 (2008) 156602. <https://doi.org/10.1103/PHYSREVLETT.100.156602/FIGURES/5/MEDIUM>.
- [119] D. Balzani, J. Schröder, D. Gross, Numerical simulation of residual stresses in arterial walls, *Comput. Mater. Sci.* 39 (2007) 117–123. <https://doi.org/10.1016/J.COMMATSCI.2005.11.014>.
- [120] G. Dvorak, *Micromechanics of Composite Materials*, 186 (2013). <https://doi.org/10.1007/978-94-007-4101-0>.
- [121] P. Procházka, Optimal eigenstress fields in layered structures, *J. Comput. Appl. Math.* 63 (1995) 475–480. [https://doi.org/10.1016/0377-0427\(95\)00093-3](https://doi.org/10.1016/0377-0427(95)00093-3).
- [122] F. Yang, D. Das, I. Chasiotis, Microscale creep and stress relaxation experiments with individual collagen fibrils, *Opt. Lasers Eng.* 150 (2022) 106869. <https://doi.org/10.1016/J.OPTLASENG.2021.106869>.
- [123] K.S. Chen, Y.G. Tsai, T.H. Yang, Stress Analysis and Characterization of PECVD Oxide/Nitride Multi-Layered Films after Thermal Cycling, *IEEE Trans. Device Mater. Reliab.* 21 (2021) 17–25. <https://doi.org/10.1109/TDMR.2020.3043826>.
- [124] L.A. Dobrzański, *Metaloznawstwo opisowe*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, 2013.
- [125] T.Y. Zhang, Z.J. Wang, W.K. Chan, Eigenstress model for surface stress of solids, *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.* 81 (2010) 195427. <https://doi.org/10.1103/PHYSREVB.81.195427/FIGURES/6/MEDIUM>.
- [126] A.P. Suvorov, A.P.S. Selvadurai, Macroscopic constitutive equations of thermo-poroelasticity derived using eigenstrain–eigenstress approaches, *Philos. Mag.* 91 (2011) 2317–2342. <https://doi.org/10.1080/14786435.2011.557402>.
- [127] S.V. (Suong V.. Hoa, W.P. de (Willy P. Wilde, W.R. (William R. Blain, Finite Element Approach To Energy Based Optimization Of Laminated Plates, *WIT Trans. Eng. Sci.* 21 (1998) 600. <https://doi.org/10.2495/CP980031>.
- [128] J. Segovia-Fernandez, Y. Suzuki, M. Chowdhury, J. Rojas, E.T.T. Yen, A Thermal-Stress FEM to Predict Aging in Packaged MEMS Resonators, 2022 Jt. Conf. Eur. Freq. Time Forum IEEE Int. Freq. Control Symp. EFTF/IFCS 2022 - Proc. (2022). <https://doi.org/10.1109/EFTF/IFCS54560.2022.9850808>.
- [129] J.M. Crisshal, A.L. Harrington, A selective etch for elemental silicon, in: *J. Electrochem. Soc., ELECTROCHEMICAL SOC INC 65 SOUTH MAIN STREET, PENNINGTON, NJ 08534*, 1962: pp. C71–C71.
- [130] Jan Dziuban, *Technologia i zastosowanie mikromechanicznych struktur krzemowych i krzemowo-szklanych w technice mikrosystemów*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 2002.
- [131] C. Jin, W. Wu, L. Cao, B. Gao, J. Chen, W. Cai, M. Ren, J. Xu, Fabrication of lithium niobate metasurfaces via a combination of FIB and ICP-RIE, *Chinese Opt. Lett.* 20 (2022) 113602. <https://doi.org/10.3788/COL202220.113602>.
- [132] J. Kołodziejwski, W. Naukowo-Techniczne, *Procesy technologiczne w elektronice półprzewodnikowej: praca zbiorowa*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, 1973. <https://books.google.pl/books?id=kB3jtgAACAAJ>.
- [133] D. Hoheisel, L. Rissing, D. Hoheisel, L. Rissing, Thin film fabrication and system integration test run for a microactuator for a tuneable lens, *SPIE*. 8973 (2014) 897305. <https://doi.org/10.1117/12.2039061>.
- [134] Y. Li, Y. Chen, H. Wang, X. Tong, C. Mu, J. Zhao, A novel and reliable approach for controlling silicon membrane thickness with smooth surface, *Microelectron. Eng.* 251 (2022) 111640. <https://doi.org/10.1016/J.MEE.2021.111640>.
- [135] Y. Irita, Y. Kunii, M. Takahashi, K. Kajiyama, Multiple SOI structure fabricate by high dose oxygen implantation and epitaxial growth, *Jpn. J. Appl. Phys.* 20 (1981) L909–L912. <https://doi.org/10.1143/JJAP.20.L909/XML>.

- [136] C. Patra, D. Das, Maintaining superior crystallinity and conductivity in boron-doped nc-Si ultra-thin films by hydrogen plasma treatment, *J. Phys. Chem. Solids.* 157 (2021) 110199. <https://doi.org/10.1016/J.JPCS.2021.110199>.
- [137] R. Ramachandra Rao, Dielectric constant and flexural strength of micro porous slip cast partially sintered silicon nitride, *Ceram. Int.* 48 (2022) 35927–35936. <https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2022.10.002>.
- [138] T. Hosoi, Y. Uenishi, S. Mitani, Y. Nakano, T. Nakamura, T. Shimura, H. Watanabe, Dielectric Properties of Thermally Grown SiO₂ on 4H-SiC(0001) Substrates, *Mater. Sci. Forum.* 740–742 (2013) 605–608. <https://doi.org/10.4028/WWW.SCIENTIFIC.NET/MSF.740-742.605>.
- [139] S.M. Sze, Current Transport and Maximum Dielectric Strength of Silicon Nitride Films, *J. Appl. Phys.* 38 (1967) 2951–2956. <https://doi.org/10.1063/1.1710030>.
- [140] R.A. Weimer, P.M. Lenahan, T.A. Marchione, C.J. Brinker, Electronic properties of sol-gel-derived oxides on silicon, *Appl. Phys. Lett.* 51 (1987) 1179–1181. <https://doi.org/10.1063/1.98725>.
- [141] B.R. Bennett, J.P. Lorenzo, K. Vaccaro, A. Davis, Low Temperature Pyrolytic Deposition of High Quality SiO₂, *J. Electrochem. Soc.* 134 (1987) 2517–2521. <https://doi.org/10.1149/1.2100234/XML>.
- [142] E. Harari, Dielectric breakdown in electrically stressed thin films of thermal SiO₂, *J. Appl. Phys.* 49 (1978) 2478–2489. <https://doi.org/10.1063/1.325096>.
- [143] S. Schmidt, T. Hänninen, J. Wissting, L. Hultman, N. Goebbels, A. Santana, M. Tobler, H. Högberg, SiN_x coatings deposited by reactive high power impulse magnetron sputtering: Process parameters influencing the residual coating stress, *J. Appl. Phys.* 121 (2017) 171904. <https://doi.org/10.1063/1.4977812/945016>.
- [144] E.A. Irene, Residual stress in silicon nitride films, *J. Electron. Mater.* 5 (1976) 287–298. <https://doi.org/10.1007/BF02663273/METRICS>.
- [145] R. Gohdssi, L. Pinyen, MEMS Material an processes, (2010) 1224. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-47318-5>.
- [146] P. Malik, D. Sarker, D. Kumar, M. Schwartzkopf, P. Srivastava, S. Ghosh, Tuning LSPR of Thermal Spike-Induced Shape-Engineered Au Nanoparticles Embedded in Si₃N₄ Thin-Film Matrix for SERS Applications, *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 15 (2023) 45426–45440. <https://doi.org/10.1021/acsami.3c08834>.
- [147] S.D. Senturia, MEMS materials and processes handbook, 2011. <https://doi.org/10.5860/choice.49-0882>.
- [148] A.J. Haemmerli, J.C. Doll, J. Provine, R.T. Howe, D. Goldhaber-Gordon, B.L. Pruitt, Ultra-thin atomic layer deposition films for corrosion resistance, 2013 Transducers Eurosensors XXVII 17th Int. Conf. Solid-State Sensors, Actuators Microsystems, TRANSDUCERS EUROSENSORS 2013. (2013) 1931–1934. <https://doi.org/10.1109/TRANSDUCERS.2013.6627171>.
- [149] A.K. Sahu, B.K. Sarkar, A novel low actuation voltage RF MEMS shunt capacitive switch, *Appl. Electromagn. Conf. AEMC 2009 URSI Comm. B Meet.* (2009). <https://doi.org/10.1109/AEMC.2009.5430612>.
- [150] E. Benjamin, R. Maimon, S. Krylov, Bistable Rotational SOI Actuator With a Planar Tripod Compliant Suspension, *IEEE Sensors Lett.* 7 (2023). <https://doi.org/10.1109/LSENS.2023.3312994>.
- [151] I.P.M. Wickramasinghe, J.M. Berg, Lateral stability of a periodically forced electrostatic comb drive, *Proc. Am. Control Conf.* (2012) 80–85. <https://doi.org/10.1109/ACC.2012.6315657>.
- [152] S. Sharma, N. Kohli, J. Brière, M. Ménard, F. Nabki, Translational MEMS Platform for Planar Optical Switching Fabrics, *Micromachines* 2019, Vol. 10, Page 435. 10 (2019) 435. <https://doi.org/10.3390/MI10070435>.
- [153] N. Liu, X. Zhang, Y. Ding, Y. Wang, X. Lu, G. Yuan, J.M. Liu, Strong piezoelectricity of the nm-thick flexible Hf_{0.5}Zr_{0.5}O₂ ferroelectric film, *J. Alloys Compd.* 968 (2023) 172083. <https://doi.org/10.1016/J.JALLCOM.2023.172083>.
- [154] S.V. Joshi, S. Sadeghpour, M. Kraft, Low-cost piezo-MEMS speaker technology, *Micro Nano Eng.* 19 (2023) 100213. <https://doi.org/10.1016/J.MNE.2023.100213>.
- [155] Z. Mrázková, K. Postava, A. Torres-Rios, M. Foldyna, P.R. i Cabarrocas, V. Vodárek, J.

- Holešinský, I. Vávra, J. Pištora, Crystalline composition of silicon deposited on a low-cost substrate for photovoltaic applications studied by in-situ spectroscopic ellipsometry, <https://doi.org/10.1117/12.2176098>. 9441 (2014) 379–384.
- [156] C.M. Sutton, Accelerometer Calibration by Dynamic Position Measurement Using Heterodyne Laser Interferometry, *Metrologia*. 27 (1990) 133. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/27/3/004>.
- [157] A. Stoffregen, Flächenabtastendes laser- doppler-schwingungsanalysesystem, *Tech. Mess.* 51 (1984) 394–397. <https://doi.org/10.1524/TEME.1984.51.11.394/MACHINEREADABLECITATION/RIS>.
- [158] E.M. Lawrence, K. Speller, D. Yu, Laser Doppler vibrometry for optical MEMS, <https://doi.org/10.1117/12.468168>. 4827 (2002) 80–87. <https://doi.org/10.1117/12.468168>.
- [159] J.F. Vignola, H.J. Simpson, X. Liu, B.H. Houston, D.M. Photiadis, M. Marcus, J. Jarzynski, B. Ilic, D. Czaplewski, L. Sekaric, J.E. Butler, Loss mechanisms in MEMS oscillators, <https://doi.org/10.1117/12.468196>. 4827 (2002) 466–477. <https://doi.org/10.1117/12.468196>.
- [160] E.M. Lawrence, C. Rembe, MEMS characterization using new hybrid laser Doppler vibrometer/strobe video system, <https://doi.org/10.1117/12.524565>. 5343 (2003) 45–54. <https://doi.org/10.1117/12.524565>.
- [161] C. Rembe, L. Kadner, M. Giesen, Approaching attometer laser vibrometry, *Rev. Sci. Instrum.* 87 (2016). <https://doi.org/10.1063/1.4964625>.
- [162] Nano Vibration Analyzer NA | Vibration Measurement | SIOS, (n.d.). <https://www.sios-precision.com/en/products/vibration-measurement-systems/nano-vibration-analyzer-na> (accessed 18 April 2024).
- [163] J.L. Hutter, J. Bechhoefer, Calibration of atomic-force microscope tips, *Rev. Sci. Instrum.* 64 (1993) 1868–1873. <https://doi.org/10.1063/1.1143970>.
- [164] E.M. Lawrence, K.E. Speller, D. Yu, MEMS characterization using laser Doppler vibrometry, <https://doi.org/10.1117/12.478195>. 4980 (2003) 51–62. <https://doi.org/10.1117/12.478195>.
- [165] D. Kopiec, W. Majstrzyk, B. Pruchnik, E. Gacka, D. Badura, A. Sierakowski, P. Janus, T.P. Gotszalk, Metrology and Control of Electromagnetically Actuated Cantilevers Using Optical Beam Deflection Method, *Metrol. Meas. Syst.* 28 (2021) 627–642. <https://doi.org/10.24425/mms.2021.137698>.
- [166] L. Sirghi, D. Ciumac, V. Tiron, Mechanical properties of atomic force microscopy probes with deposited thin films, *Thin Solid Films*. 565 (2014) 267–270. <https://doi.org/10.1016/J.TSF.2014.06.027>.
- [167] R. Proksch, T.E. Schäffer, J.P. Cleveland, R.C. Callahan, M.B. Viani, Finite optical spot size and position corrections in thermal spring constant calibration, *Nanotechnology*. 15 (2004) 1344. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/15/9/039>.
- [168] K. Orłowska, M.E. Mognaschi, K. Kwoka, T. Piasecki, P. Kunicki, A. Sierakowski, W. Majstrzyk, A. Podgórn, B. Pruchnik, P. Di Barba, T.P. Gotszalk, A method of magnetic field measurement in a scanning electron microscope using a microcantilever magnetometer, *Metrol. Meas. Syst.* 27 (2020) 141–149. <https://doi.org/10.24425/mms.2020.131710>.
- [169] J. Bowen, D. Cheneler, D. Walliman, S.G. Arkless, Z. Zhang, M.C.L. Ward, M.J. Adams, On the calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers modified by particle attachment and lamination, *Meas. Sci. Technol.* 21 (2010) 115106. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/21/11/115106>.
- [170] B.W. Hoogenboom, P.L.T.M. Frederix, J.L. Yang, S. Martin, Y. Pellmont, M. Steinacher, S. Zäch, E. Langenbach, H.J. Heimbeck, A. Engel, H.J. Hug, A Fabry-Perot interferometer for micrometer-sized cantilevers, *Appl. Phys. Lett.* 86 (2005) 1–3. <https://doi.org/10.1063/1.1866229/237947>.
- [171] C.A.J. Putman, B.G. De Groot, N.F. Van Hulst, J. Greve, A detailed analysis of the optical beam deflection technique for use in atomic force microscopy, *J. Appl. Phys.* 72 (1992) 6–12. <https://doi.org/10.1063/1.352149>.
- [172] G. Meyer, N.M. Amer, Novel optical approach to atomic force microscopy, *Appl. Phys. Lett.* 53 (1988) 1045–1047. <https://doi.org/10.1063/1.100061>.
- [173] J. Mayers, Measurement of the proton wave function in molecular hydrogen by neutron Compton scattering, *Phys. Rev. Lett.* 71 (1993) 1553. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.71.1553>.

- [174] R.M. Langford, T.X. Wang, D. Ozkaya, Reducing the resistivity of electron and ion beam assisted deposited Pt, *Microelectron. Eng.* 84 (2007) 784–788. <https://doi.org/10.1016/J.MEE.2007.01.055>.
- [175] T. Piasecki, K. Kwoka, E. Gacka, P. Kunicki, T. Gotszalk, Electrical, thermal and noise properties of platinum-carbon free-standing nanowires designed as nanoscale resistive thermal devices, *Nanotechnology*. 35 (2024). <https://doi.org/10.1088/1361-6528/ad13c0>.
- [176] B.C. Pruchnik, P.A. Putek, T.P. Gotszalk, Wavelet-based information theory in quantitative assessment of AFM images' quality, *Sci. Rep.* 14 (2024) 1–13. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-53846-y>.
- [177] X. Ding, G. Liu, H. Guo, C. Zhang, Accurate Prediction of Leakage Flux Boundaries for an Axial-Flux MEMS Micromotor Design, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 26 (2016) 1–5. <https://doi.org/10.1109/TASC.2016.2609924>.
- [178] C.V. Deposition, S. Edition, ScienceDirect - Handbook of Chemical Vapor Deposition (CVD) (Seco ... Handbook of Chemical Vapor Deposition (CVD) (Second Edition) ScienceDirect - Handbook of Chemical Vapor Deposition (CVD) (Seco ..., (2011) 402–403.
- [179] M. Yazdani, A.F. Payam, A comparative study on material selection of microelectromechanical systems electrostatic actuators using Ashby, VIKOR and TOPSIS, *Mater. Des.* 65 (2015) 328–334. <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2014.09.004>.
- [180] P. Patra, M. Angira, Investigation into the Selection of Dielectric Material using MCDM Methodologies for MEMS Switches with High Power, *Trans. Electr. Electron. Mater.* 22 (2021) 673–678. <https://doi.org/10.1007/S42341-020-00282-0/TABLES/5>.
- [181] P.G. Su, C.J. Ho, Y.L. Sun, I.C. Chen, A micromachined resistive-type humidity sensor with a composite material as sensitive film, *Sensors Actuators B Chem.* 113 (2006) 837–842. <https://doi.org/10.1016/J.SNB.2005.03.109>.
- [182] W. Slówko, T. Gotszalk, Ion microsource integrated with scanning electron microscope for sample preparation, *Micron.* 167 (2023) 103419. <https://doi.org/10.1016/J.MICRON.2023.103419>.
- [183] S. Lombardo, J.H. Stathis, B.P. Linder, K.L. Pey, F. Palumbo, C.H. Tung, Dielectric breakdown mechanisms in gate oxides, *J. Appl. Phys.* 98 (2005). <https://doi.org/10.1063/1.2147714/917021>.
- [184] X. Li, K.L. Pey, V.L. Lo, R. Ranjan, C.H. Tung, L.J. Tang, Impact of Gate Dielectric Breakdown Induced Microstructural Defects on Transistor Reliability, *ECS Trans.* 22 (2009) 11–25. <https://doi.org/10.1149/1.3152958/XML>.
- [185] M.J. Beck, Y.S. Puzyrev, N. Sergueev, K. Varga, R.D. Schrimpf, D.M. Fleetwood, S.T. Pantelides, The role of atomic displacements in ION-induced dielectric breakdown, *IEEE Trans. Nucl. Sci.* 56 (2009) 3210–3217. <https://doi.org/10.1109/TNS.2009.2034157>.
- [186] Z. Zuo, L.A. Dissado, C. Yao, N.M. Chalashkanov, S.J. Dodd, Y. Gao, Emergent failure patterns at sub-critical fields in polymeric dielectrics, *J. Mater. Sci.* 55 (2020) 4748–4761. <https://doi.org/10.1007/S10853-019-04320-Y/FIGURES/7>.
- [187] Y. Zhang, D. Xiang, G. Xu, L. Yin, Y. Liu, On gate oxide degradation mechanism and chip-related failure precursors of IGBT, *Chinese Control Conf. CCC. 2019-July (2019)* 4878–4884. <https://doi.org/10.23919/CHICC.2019.8866596>.
- [188] K. Imai, Statistical analysis of pit formation in an artificial void with Weibull distribution, in: *Proc. 7th Int. Conf. Prop. Appl. Dielectr. Mater. (Cat. No. 03CH37417)*, IEEE, 2003: pp. 435–438.
- [189] Z. Ji, X. Wang, H. Zhang, S. Lin, H. Meng, B. Sun, S. George, T. Xia, A.E. Nel, J.I. Zink, Designed synthesis of CeO₂ nanorods and nanowires for studying toxicological effects of high aspect ratio nanomaterials, *ACS Nano.* 6 (2012) 5366–5380. https://doi.org/10.1021/NN3012114/SUPPL_FILE/NN3012114_SI_001.PDF.
- [190] B. Wen, J.E. Sader, J.J. Boland, Mechanical Properties of ZnO Nanowires, *Phys. Rev. Lett.* 101 (2008) 175502. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.101.175502>.
- [191] A. Heidelberg, L.T. Ngo, B. Wu, M.A. Phillips, S. Sharma, T.I. Kamins, J.E. Sader, J.J. Boland, A generalized description of the elastic properties of nanowires, *Nano Lett.* 6 (2006) 1101–1106. <https://doi.org/10.1021/NL060028U>.
- [192] Z. Zhang, 张忠卫, J. Chen, 陈杰, Thermal conductivity of nanowires*, *Chinese Phys. B.* 27

- (2018) 035101. <https://doi.org/10.1088/1674-1056/27/3/035101>.
- [193] S.M. Strycharz-Glaven, R.M. Snider, A. Guiseppi-Elie, L.M. Tender, On the electrical conductivity of microbial nanowires and biofilms, *Energy Environ. Sci.* 4 (2011) 4366–4379. <https://doi.org/10.1039/C1EE01753E>.
- [194] R.M. Penner, Chemical sensing with nanowires, *Annu. Rev. Anal. Chem.* 5 (2012) 461–485. <https://doi.org/10.1146/ANNUREV-ANCHEM-062011-143007/CITE/REFWORKS>.
- [195] M. Hu, X. Zhang, K.P. Giapis, D. Poulidakos, Thermal conductivity reduction in core-shell nanowires, *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.* 84 (2011) 085442. <https://doi.org/10.1103/PHYSREVB.84.085442/FIGURES/9/MEDIUM>.
- [196] M. Vanecek, O. Babchenko, A. Purkrt, J. Holovsky, N. Neykova, A. Poruba, Z. Remes, J. Meier, U. Kroll, Nanostructured three-dimensional thin film silicon solar cells with very high efficiency potential, *Appl. Phys. Lett.* 98 (2011) 2011–2014. <https://doi.org/10.1063/1.3583377>.
- [197] M. Morgan, Electrical conduction in amorphous carbon films, *Thin Solid Films.* 7 (1971) 313–323. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(71\)90049-6](https://doi.org/10.1016/0040-6090(71)90049-6).
- [198] N. Moll, L. Gross, F. Mohn, A. Curioni, G. Meyer, The mechanisms underlying the enhanced resolution of atomic force microscopy with functionalized tips, *New J. Phys.* 12 (2010) 125020. <https://doi.org/10.1088/1367-2630/12/12/125020>.
- [199] C.N.R. Rao, B.C. Satishkumar, A. Govindaraj, M. Nath, Nanotubes, *ChemPhysChem.* 2 (2001) 78–105.
- [200] R. Tenne, L. Margulis, M. Genut, G. Hodes, Polyhedral and cylindrical structures of tungsten disulphide, *Nat.* 1992 3606403. 360 (1992) 444–446. <https://doi.org/10.1038/360444a0>.
- [201] C.L. Zhu, M.L. Zhang, Y.J. Qiao, G. Xiao, F. Zhang, Y.J. Chen, Fe₃O₄/TiO₂ core/shell nanotubes: Synthesis and magnetic and electromagnetic wave absorption characteristics, *J. Phys. Chem. C.* 114 (2010) 16229–16235. https://doi.org/10.1021/JP104445M/SUPPL_FILE/JP104445M_SI_001.PDF.
- [202] A.C. Katageri, B.G. Sheeparamatti, Sensitivity enhancement of piezoresistive pressure sensor using carbon nanotube as a piezoresistor, 2019 2nd Int. Conf. Adv. Comput. Commun. Paradig. ICACCP 2019. (2019). <https://doi.org/10.1109/ICACCP.2019.8882921>.
- [203] P.M. Ajayan, O.Z. Zhou, Applications of Carbon Nanotubes, *Carbon Nanotub.* (2001) 391–425. https://doi.org/10.1007/3-540-39947-X_14.
- [204] A.S. Algamili, M.H.M. Khir, J.O. Dennis, A.Y. Ahmed, S.S. Alabsi, S.S. Ba Hashwan, M.M. Junaid, A Review of Actuation and Sensing Mechanisms in MEMS-Based Sensor Devices, *Nanoscale Res. Lett.* 16 (2021). <https://doi.org/10.1186/s11671-021-03481-7>.
- [205] G.J. Lee, J.C. Wang, J.J. Wu, Sonochemical synthesis of Ga-doped ZnS nanoballs with enhanced photocatalytic activity for Orange II dye degradation in wastewater, *Int. J. Nanotechnol.* 15 (2018) 804–815. <https://doi.org/10.1504/IJNT.2018.098451>.
- [206] B. Zhan, C. Li, J. Yang, G. Jenkins, W. Huang, X. Dong, Graphene Field-Effect Transistor and Its Application for Electronic Sensing, *Small.* 10 (2014) 4042–4065. <https://doi.org/10.1002/SMLL.201400463>.
- [207] X. Peng, S. Velasquez, Strain modulated band gap of edge passivated armchair graphene nanoribbons, *Appl. Phys. Lett.* 98 (2011). <https://doi.org/10.1063/1.3536481/122399>.
- [208] S. Hermann, S. Bottger, J. Albrecht, Controlling strain in suspended Nanomaterials, 2023 IEEE Int. Interconnect Technol. Conf. IEEE Mater. Adv. Met. Conf. IITC/MAM 2023 - Proc. (2023). <https://doi.org/10.1109/IITC/MAM57687.2023.10154704>.
- [209] J.E. Saiers, G.M. Hornberger, C. Harvey, Colloidal silica transport through structured, heterogeneous porous media, *J. Hydrol.* 163 (1994) 271–288. [https://doi.org/10.1016/0022-1694\(94\)90144-9](https://doi.org/10.1016/0022-1694(94)90144-9).
- [210] S. Torkzaban, Y. Kim, M. Mulvihill, J. Wan, T.K. Tokunaga, Transport and deposition of functionalized CdTe nanoparticles in saturated porous media, *J. Contam. Hydrol.* 118 (2010) 208–217. <https://doi.org/10.1016/J.JCONHYD.2010.10.002>.
- [211] H. Loria, P. Pereira-Almao, C.E. Scott, Model to predict the concentration of ultradispersed particles immersed in viscous media flowing through horizontal cylindrical channels, *Ind. Eng. Chem. Res.* 49 (2010) 1920–1930. https://doi.org/10.1021/IE901232P/SUPPL_FILE/IE901232P_SI_001.PDF.
- [212] B. Gojman, E. Rachlin, J.E. Savage, Evaluation of design strategies for stochastically assembled

- nanoarray memories, *ACM J. Emerg. Technol. Comput. Syst.* 1 (2005) 73–108. <https://doi.org/10.1145/1084748.1084749>.
- [213] B.C. Pruchnik, J.D. Fidelus, E. Gacka, K. Mika, L. Zaraska, G.D. Sulka, T.P. Gotszalk, Atomic force microscopy in mechanical measurements of single nanowires, *Ultramicroscopy*. (2024) 113985. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2024.113985>.
- [214] A. Abrand, M.A. Baboli, A. Fedorenko, S.J. Polly, E. Manfreda-Schulz, S.M. Hubbard, P.K. Mohseni, Localized Self-Assembly of InAs Nanowire Arrays on Reusable Si Substrates for Substrate-Free Optoelectronics, *ACS Appl. Nano Mater.* 5 (2022) 840–851. https://doi.org/10.1021/ACSANM.1C03557/SUPPL_FILE/AN1C03557_SI_001.PDF.
- [215] B.D. Sosnowchik, J. Chang, L. Lin, Direct pick, break, and placement of nanostructures and their integration with MEMS, in: *TRANSDUCERS 2009-2009 Int. Solid-State Sensors, Actuators Microsystems Conf.*, IEEE, 2009: pp. 2168–2171.
- [216] S. Wu, X. Fu, X. Hu, X. Hu, Manipulation and behavior modeling of one-dimensional nanomaterials on a structured surface, *Appl. Surf. Sci.* 256 (2010) 4738–4744. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.02.084>.
- [217] Kleindiek Nanotechnik: SemGlu, (n.d.). <https://www.nanotechnik.com/semglu.html> (accessed 18 April 2024).
- [218] M. Yilmaz, Y. Kilinc, G. Nadar, Z. Tasdemir, N. Wollschlaeger, W. Oesterle, Y. Leblebici, B.E. Alaca, Top-Down Technique for Scaling to Nano in Silicon MEMS, *J. Vac. Sci. & Technol. B.* 35 (2017) 022001. <https://doi.org/10.1116/1.4978047>.
- [219] B.E. Smith, P.J. Pauzauskie, Ion-implanted silicon nanowires, *Silicon Nanomater. Sourceb. Low-Dimensional Struct. Quantum Dots, Nanowires, Vol. One.* (2017) 495–513. <https://doi.org/10.4324/9781315153544-25/ION-IMPLANTED-SILICON-NANOWIRES-BENNETT-SMITH-PETER-PAUZAUSKIE>.
- [220] T. Adam, T.S. Dhahi, S.C.B. Gopinath, U. Hashim, Novel Approaches in Fabrication and Integration of Nanowire for Micro/Nano Systems, *Crit. Rev. Anal. Chem.* 52 (2022) 1913–1929. <https://doi.org/10.1080/10408347.2021.1925523>.
- [221] K.W. Choi, M.H. Seo, J.S. Lee, K. Kang, I. Park, J.B. Yoon, Highly aligned suspended nanowire array for self-heating type gas sensors, *Proc. IEEE Int. Conf. Micro Electro Mech. Syst.* (2017) 191–194. <https://doi.org/10.1109/MEMSYS.2017.7863373>.
- [222] K.S. Im, C.H. Won, S. Vodapally, R. Caulmilone, S. Cristoloveanu, Y.T. Kim, J.H. Lee, Fabrication of normally-off GaN nanowire gate-all-around FET with top-down approach, *Appl. Phys. Lett.* 109 (2016). <https://doi.org/10.1063/1.4964268/32595>.
- [223] J. Müller, A. Lecestre, R. Demoulin, F. Cristiano, J.M. Hartmann, G. Larrieu, Engineering of dense arrays of Vertical Si_{1-x}Ge_x nanostructures, *Nanotechnology*. 34 (2022) 105303. <https://doi.org/10.1088/1361-6528/ACA419>.
- [224] D. Yang, S. Wirths, L. Knoll, Y. Han, D.M. Buca, Q.T. Zhao, Enhanced Device Performance with Vertical SiC Gate-All-Around Nanowire Power MOSFETs, *Key Eng. Mater.* 945 (2023) 77–82. <https://doi.org/10.4028/P-OTA22R>.
- [225] Y. Liao, T. Chen, J. Wang, Y. Ando, W. Cai, X. Yang, H. Watanabe, J. Hirotani, A. Tanaka, S. Nitta, Y. Honda, K.J. Chen, H. Amano, Vertical GaN-on-GaN nanowire Schottky barrier diodes by top-down fabrication approach, *Jpn. J. Appl. Phys.* 60 (2021) 070903. <https://doi.org/10.35848/1347-4065/AC06B5>.
- [226] Y. Shao, J.A. Del Alamo, Sub-10-nm Diameter Vertical Nanowire p-Type GaSb/InAsSb Tunnel FETs, *IEEE Electron Device Lett.* 43 (2022) 846–849. <https://doi.org/10.1109/LED.2022.3166846>.
- [227] J. Nakamura, K. Higuchi, K. Maenaka, Vertical Si nanowire with ultra-high-aspect-ratio by combined top-down processing technique, *Microsyst. Technol.* 19 (2013) 433–438. <https://doi.org/10.1007/S00542-012-1662-2/FIGURES/11>.
- [228] X. Zhang, T.Y. Park, Y. Jia, H. Chang, T.K. Ng, B.S. Ooi, Self-Organized Growth of Nanowires on a Graphene Film, *Cryst. Growth Des.* 23 (2023) 3813–3819. https://doi.org/10.1021/ACS.CGD.3C00213/SUPPL_FILE/CG3C00213_SI_001.PDF.
- [229] T. Nguyen, C.H. Hsu, D.H. Lien, Y.S. Su, Economical Silicon Nanowire Growth via Cooling Controlled Solid–Liquid–Solid Mechanism, *Adv. Mater. Interfaces.* 10 (2023) 2202247. <https://doi.org/10.1002/ADMI.202202247>.

- [230] M. Liu, C.Y. Nam, L. Zhang, Seedless Growth of Bismuth Nanowire Array via Vacuum Thermal Evaporation, *JoVE (Journal Vis. Exp.* 2015 (2015) e53396. <https://doi.org/10.3791/53396>.
- [231] C. Blumberg, L. Liborius, J. Ackermann, F.J. Tegude, A. Poloczek, W. Prost, N. Weimann, Spatially controlled VLS epitaxy of gallium arsenide nanowires on gallium nitride layers, *CrystEngComm*. 22 (2020) 1239–1250. <https://doi.org/10.1039/C9CE01926J>.
- [232] S. El Kazzi, A. Alian, B. Hsu, P. Favia, C. Merckling, W. Lu, J.A. Del Alamo, N. Collaert, Dislocations behavior in highly mismatched III-Sb growth and their impact on the fabrication of top-down n + InAs/p + GaSb nanowire tunneling devices, *MIT Web Domain*. 124 (2019). <https://doi.org/10.1063/1.5049900>.
- [233] S. Nalamati, S. Devkota, J. Li, R. Lavelle, B. Huet, D. Snyder, A. Penn, R. Garcia, L. Reynolds, S. Iyer, Hybrid GaAsSb/GaAs heterostructure core-shell nanowire/ graphene and photodetector applications, *ACS Appl. Electron. Mater.* 2 (2020) 3109–3120. https://doi.org/10.1021/ACSAELM.0C00433/SUPPL_FILE/ELOC00433_SI_001.PDF.
- [234] M. Al-Ghzaiwat, M. Foldyna, Radial Junction Silicon Nanowire Solar Mini-Modules Grown on FTO/Glass Substrates, 2021 12th Int. Renew. Eng. Conf. IREC 2021. (2021). <https://doi.org/10.1109/IREC51415.2021.9427848>.
- [235] M. Fernandez-Regulez, M. Sansa, M. Serra-Garcia, E. Gil-Santos, J. Tamayo, F. Perez-Murano, A. San Paulo, Horizontally patterned Si nanowire growth for nanomechanical devices, *Nanotechnology*. 24 (2013) 095303. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/24/9/095303>.
- [236] K.C. Saraswat, Adaptable IC Manufacturing systems for the 21st century, *Microelectron. Eng.* 25 (1994) 131–137. [https://doi.org/10.1016/0167-9317\(94\)90008-6](https://doi.org/10.1016/0167-9317(94)90008-6).
- [237] J. Hillier, R.F. Baker, Microanalysis by Means of Electrons, *J. Appl. Phys.* 15 (1944) 663–675. <https://doi.org/10.1063/1.1707491>.
- [238] A.E. Ennos, The origin of specimen contamination in the electron microscope, *Br. J. Appl. Phys.* 4 (1953) 101. <https://doi.org/10.1088/0508-3443/4/4/302>.
- [239] J. Hillier, On the Investigation of Specimen Contamination in the Electron Microscope, *J. Appl. Phys.* 19 (1948) 226–230. <https://doi.org/10.1063/1.1715049>.
- [240] J. Blears, Application of the mass spectrometer to high vacuum problems, *J. Sci. Instrum.* 28 (1951) 36. <https://doi.org/10.1088/0950-7671/28/S1/310>.
- [241] K. Gamo, D. Takehara, Y. Hamamura, M. Tomita, S. Namba, Maskless ion beam assisted deposition of W and Ta films, *Microelectron. Eng.* 5 (1986) 163–170. [https://doi.org/10.1016/0167-9317\(86\)90043-2](https://doi.org/10.1016/0167-9317(86)90043-2).
- [242] R.D. Ramsier, M.A. Henderson, J.T. Yates, Electron induced decomposition of Ni(CO)₄ adsorbed on Ag(111), *Surf. Sci.* 257 (1991) 9–21. [https://doi.org/10.1016/0039-6028\(91\)90774-M](https://doi.org/10.1016/0039-6028(91)90774-M).
- [243] D. Leinen, J.P. Espinós, A. Fernández, A.R. González-Elipe, Ion beam induced chemical vapor deposition procedure for the preparation of oxide thin films. I. Preparation and characterization of TiO₂ thin films, *J. Vac. Sci. Technol. A*. 12 (1994) 2728–2732. <https://doi.org/10.1116/1.579096>.
- [244] F. Bozso, P. Avouris, Electron-induced chemical vapor deposition by reactions induced in adsorbed molecular layers, *Appl. Phys. Lett.* 53 (1988) 1095–1097. <https://doi.org/10.1063/1.100655>.
- [245] H.O. Funsten, J.W. Boring, R.E. Johnson, W.L. Brown, Low-temperature beam-induced deposition of thin tin films, *J. Appl. Phys.* 71 (1992) 1475–1484. <https://doi.org/10.1063/1.351241>.
- [246] J.A. Bieber, J.F. Pulecio, W.A. Moreno, Applications of electron beam induced deposition in nanofabrication, *Proc. 7th Int. Caribb. Conf. Devices, Circuits Syst. ICCDCS.* (2008). <https://doi.org/10.1109/ICCDSCS.2008.4542649>.
- [247] W.F. Van Dorp, C.W. Hagen, P.A. Crozier, P. Kruit, Growth behavior near the ultimate resolution of nanometer-scale focused electronbeam-induced deposition, *Nanotechnology*. 19 (2008) 225305. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/19/22/225305>.
- [248] C.W. Hagen, N. Silvis-Cividjian, P. Kruit, Resolution limit for electron beam-induced deposition on thick substrates, *Scanning*. 28 (2006) 204–211. <https://doi.org/10.1002/SCA.4950280402>.
- [249] H.W.P. Koops, J. Kretz, M. Rudolph, M. Weber, G. Dahm, K.L. Lee, Characterization and application of materials grown by electron-beam-induced deposition, *Jpn. J. Appl. Phys.* 33

- (1994) 709–717. <https://doi.org/10.1143/JJAP.33.7099/XML>.
- [250] R. Winkler, M. Brugger-Hatzl, L.M. Seewald, D. Kuhness, S. Barth, T. Mairhofer, G. Kothleitner, H. Plank, Additive Manufacturing of Co₃Fe Nano-Probes for Magnetic Force Microscopy, *Nanomater.* 2023, Vol. 13, Page 1217. 13 (2023) 1217. <https://doi.org/10.3390/NANO13071217>.
- [251] A. Fernández-Pacheco, L. Skoric, J.M. De Teresa, J. Pablo-Navarro, M. Huth, O. V. Dobrovolskiy, Writing 3D Nanomagnets Using Focused Electron Beams, *Mater.* 2020, Vol. 13, Page 3774. 13 (2020) 3774. <https://doi.org/10.3390/MA13173774>.
- [252] R. Winkler, J.D. Fowlkes, P.D. Rack, G. Kothleitner, H. Plank, Shape evolution and growth mechanisms of 3D-printed nanowires, *Addit. Manuf.* 46 (2021) 102076. <https://doi.org/10.1016/J.ADDMA.2021.102076>.
- [253] A. Belianinov, M.J. Burch, A. Ievlev, S. Kim, M.G. Stanford, K. Mahady, B.B. Lewis, J.D. Fowlkes, P.D. Rack, O.S. Ovchinnikova, Direct Write of 3D Nanoscale Mesh Objects with Platinum Precursor via Focused Helium Ion Beam Induced Deposition, *Micromachines* 2020, Vol. 11, Page 527. 11 (2020) 527. <https://doi.org/10.3390/MI11050527>.
- [254] J. Hinum-Wagner, D. Kuhness, G. Kothleitner, R. Winkler, H. Plank, Febid 3d-nanoprinting at low substrate temperatures: Pushing the speed while keeping the quality, *Nanomaterials*. 11 (2021) 1527. <https://doi.org/10.3390/NANO11061527/S1>.
- [255] J.D. Fowlkes, R. Winkler, B.B. Lewis, A. Fernández-Pacheco, L. Skoric, D. Sanz-Hernández, M.G. Stanford, E. Mutunga, P.D. Rack, H. Plank, High-Fidelity 3D-Nanoprinting via Focused Electron Beams: Computer-Aided Design (3BID), *ACS Appl. Nano Mater.* 1 (2018) 1028–1041. https://doi.org/10.1021/ACSANM.7B00342/SUPPL_FILE/AN7B00342_SI_004.ZIP.
- [256] A. Kuprava, M. Huth, Fast and Efficient Simulation of the FEBID Process with Thermal Effects, *Nanomaterials*. 13 (2023) 858. <https://doi.org/10.3390/NANO13050858/S1>.
- [257] R.M. Thorman, T.P. Ragesh Kumar, D. Howard Fairbrother, O. Ingólfsson, R. Kumar T. P., D.H. Fairbrother, O. Ingólfsson, The role of low-energy electrons in focused electron beam induced deposition: four case studies of representative precursors, *Beilstein J. Nanotechnol.* 6 (2015) 1904–1926. <https://doi.org/10.3762/BJNANO.6.194>.
- [258] V. Gopal, V.R. Radmilovic, C. Daraio, S. Jin, P. Yang, E.A. Stach, Rapid prototyping of site-specific nanocontacts by electron and ion beam assisted direct-write nanolithography, *Nano Lett.* 4 (2004) 2059–2063. <https://doi.org/10.1021/NL0492133/ASSET/IMAGES/MEDIUM/NL0492133N00001.GIF>.
- [259] D. Brunel, D. Troadec, D. Hourlier, D. Deresmes, M. Zdrojek, T. Mélin, Characterization of ion/electron beam induced deposition of electrical contacts at the sub- μm scale, *Microelectron. Eng.* 88 (2011) 1569–1572. <https://doi.org/10.1016/J.MEE.2011.03.011>.
- [260] B.C. Pruchnik, J.D. Fidelus, E. Gacka, K. Kwoka, J. Pruchnik, A. Piejko, Ł. Usydus, L. Zaraska, G.D. Sulka, T. Piasecki, T.P. Gotszalk, Four-Point Measurement Setup for Correlative Microscopy of Nanowires, *Nanomaterials*. 13 (2023). <https://doi.org/10.3390/nano13172451>.
- [261] J. Skibinski, J. Rebis, T. Wejrzanowski, K. Rozniatowski, K. Pressard, K.J. Kurzydowski, Imaging resolution of AFM with probes modified with FIB, *Micron.* 66 (2014) 23–30. <https://doi.org/10.1016/J.MICRON.2014.05.001>.
- [262] J. Melngailis, Focused Ion Beam Microfabrication, <https://doi.org/10.1117/12.945634>. 0923 (1988) 72–83. <https://doi.org/10.1117/12.945634>.
- [263] L. Berger, J. Jurczyk, K. Madajska, I.B. Szymańska, P. Hoffmann, I. Utke, Room temperature direct electron beam lithography in a condensed copper carboxylate, *Micromachines*. 12 (2021) 580. <https://doi.org/10.3390/MI12050580/S1>.
- [264] V. Deinhart, L.M. Kern, J.N. Kirchhof, S. Juergensen, J. Sturm, E. Krauss, T. Feichtner, S. Kovalchuk, M. Schneider, D. Enge, B. Pfau, B. Hecht, K.I. Bolotin, S. Reich, K. Höflich, The patterning toolbox FIB-o-mat: Exploiting the full potential of focused helium ions for nanofabrication, *Beilstein J. Nanotechnol.* 12 (2021) 304–318. <https://doi.org/10.3762/bjnano.12.25>.
- [265] M. Taffetani, F. Box, A. Neveu, D. Vella, Limitations of curvature-induced rigidity: How a curved strip buckles under gravity, *EPL.* 127 (2019) 14001. <https://doi.org/10.1209/0295-5075/127/14001>.
- [266] B. Pruchnik, T. Piasecki, K. Orłowska, W. Majstrzyk, A. Sierakowski, T. Gotszalk, I. Rangelow,

- Study of the Efficiency of Microcantilevers: Cases of Electrothermal and Electromagnetic Actuation, *J. Microelectromechanical Syst.* 31 (2022). <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2022.3187793>.
- [267] K. Orłowska, W. Majstrzyk, P. Kunicki, A. Sierakowski, B. Pruchnik, D. Tomaszewski, P. Prokaryn, P. Grabiec, T.P. Gotszalk, New design of the cantilevers for radiation pressure investigations, *Microelectron. Eng.* 201 (2018) 10–15. <https://doi.org/10.1016/j.mee.2018.09.003>.
- [268] B. Pruchnik, P. Smagowski, D. Badura, T. Piasecki, W. Połacik, P. Putek, T. Gotszalk, Transformer bridge-based metrological unit for scanning thermal microscopy with resistive nanoprobe, *Meas. Sci. Technol.* 35 (2024) 85901. <https://doi.org/10.1088/1361-6501/ad3f38>.
- [269] G. Chapman, M.G. Masteghin, D.C. Cox, S.K. Clowes, Focused electron beam deposited silicon dioxide derivatives for nano-electronic applications, *Mater. Sci. Semicond. Process.* 147 (2022) 106736. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2022.106736>.
- [270] T. Tsuchiya, T. Ema, Y. Hirai, C. Welham, H. Maekoba, Gravity and Film Stress Analysis for Mems Deformable Mirror with Electrostatic Piston Array, 21st Int. Conf. Solid-State Sensors, Actuators Microsystems, *TRANSDUCERS 2021.* (2021) 483–486. <https://doi.org/10.1109/TRANSDUCERS50396.2021.9495655>.
- [271] M. Huth, F. Porrati, P. Gruszka, S. Barth, Temperature-Dependent Growth Characteristics of Nb- and CoFe-Based Nanostructures by Direct-Write Using Focused Electron Beam-Induced Deposition, *Micromachines* 2020, Vol. 11, Page 28. 11 (2019) 28. <https://doi.org/10.3390/MI11010028>.
- [272] J.M. De Teresa, P. Orús, R. Córdoba, P. Philipp, Comparison between Focused Electron/Ion Beam-Induced Deposition at Room Temperature and under Cryogenic Conditions, *Micromachines.* 10 (2019). <https://doi.org/10.3390/MI10120799>.
- [273] E. Mutunga, R. Winkler, J. Sattelkow, P.D. Rack, H. Plank, J.D. Fowlkes, Impact of Electron-Beam Heating during 3D Nanoprinting, *ACS Nano.* 13 (2019) 5198–5213. <https://doi.org/10.1021/acsnano.8b09341>.
- [274] A. Prosvetov, A. V. Verkhovtsev, G. Sushko, A. V. Solov'yov, Atomistic modeling of thermal effects in focused electron beam-induced deposition of Me $_{2}$ Au(tfac), *Eur. Phys. J. D* 2023 771. 77 (2023) 1–16. <https://doi.org/10.1140/EPJD/S10053-023-00598-5>.
- [275] R. Sisodia, M. Weglowski, P. Sliwinski, In situ localised post-weld heat treatment with electron beam welding of S690QL steel, *J. Adv. Join. Process.* 9 (2024) 100182. <https://doi.org/10.1016/J.JAJP.2023.100182>.
- [276] V. Agrawal, B. Mitra, Residual stress tuning in UV- LIGA fabricated microstructures using deposition temperature and reverse pulse plating, *JMiMi.* 33 (2023) 034003. <https://doi.org/10.1088/1361-6439/ACB3D8>.
- [277] A. Weitzer, R. Winkler, D. Kuhness, G. Kothleitner, H. Plank, Controlled Morphological Bending of 3D-FEBID Structures via Electron Beam Curing, *Nanomaterials.* 12 (2022). <https://doi.org/10.3390/nano12234246>.
- [278] M. Rohdenburg, R. Winkler, D. Kuhness, H. Plank, P. Swiderek, Water-Assisted Process for Purification of Ruthenium Nanomaterial Fabricated by Electron Beam Induced Deposition, *ACS Appl. Nano Mater.* 3 (2020) 8352–8364. https://doi.org/10.1021/ACSANM.0C01759/SUPPL_FILE/AN0C01759_SI_001.PDF.
- [279] M. V. Puydinger Dos Santos, M.F. Velo, R.D. Domingos, Y. Zhang, X. Maeder, C. Guerra-Núñez, J.P. Best, F. Béron, K.R. Pirota, S. Moshkalev, J.A. Diniz, I. Utke, Annealing-Based Electrical Tuning of Cobalt-Carbon Deposits Grown by Focused-Electron-Beam-Induced Deposition, *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 8 (2016) 32496–32503. https://doi.org/10.1021/ACSAMI.6B12192/SUPPL_FILE/AM6B12192_SI_001.PDF.
- [280] H. Plank, G. Kothleitner, F. Hofer, S.G. Michelitsch, C. Gspan, A. Hohenau, J. Krenn, Optimization of postgrowth electron-beam curing for focused electron-beam-induced Pt deposits, *J. Vac. Sci. Technol. B, Nanotechnol. Microelectron. Mater. Process. Meas. Phenom.* 29 (2011). <https://doi.org/10.1116/1.3622314/467996>.
- [281] E. Begun, O. V. Dobrovolskiy, M. Kompaniets, R. Sachser, C. Gspan, H. Plank, M. Huth, Post-growth purification of Co nanostructures prepared by focused electron beam induced deposition, *Nanotechnology.* 26 (2015) 075301. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/26/7/075301>.

- [282] M.A. Hopcroft, W.D. Nix, T.W. Kenny, What is the Young's modulus of silicon?, *J. Microelectromechanical Syst.* 19 (2010) 229–238. <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2009.2039697>.
- [283] B. Schultrich, H. -J Scheibe, G. Grandremy, D. Schneider, Elastic Modulus of Amorphous Carbon Films, *Phys. Status Solidi.* 145 (1994) 385–392. <https://doi.org/10.1002/PSSA.2211450219>.
- [284] B. Pruchnik, T. Piasecki, E. Gacka, M.G. Masteghin, D.C. Cox, T. Gotszalk, Improvement of MEMS Thermomechanical Actuation Efficiency by Focused Ion Beam-Induced Deposition, *J. Microelectromechanical Syst.* PP (2024) 1–7. <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2024.3377595>.
- [285] D. Bullen, M. Zhang, C. Liu, Thermomechanical optimization of thermally actuated cantilever arrays, in: *Proc.SPIE*, 2002: pp. 288–295. <https://doi.org/10.1117/12.475042>.
- [286] M. Belyansky, Thin Film Deposition for Front End of Line: The Effect of the Semiconductor Scaling, Strain Engineering and Pattern Effects, *Handb. Thin Film Depos.* Fourth Ed. (2018) 231–268. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812311-9.00008-6>.
- [287] G. Vastola, A. Marzegalli, F. Montalenti, L. Miglio, Strain and strain-release engineering at epitaxial SiGe islands on Si(0 0 1) for microelectronic applications, *Mater. Sci. Eng. B.* 159–160 (2009) 90–94. <https://doi.org/10.1016/J.MSEB.2008.05.011>.
- [288] M.G. Masteghin, V. Tong, E.B. Schneider, C.C.L. Underwood, T. Peach, B.N. Murdin, R.P. Webb, S.K. Clowes, D.C. Cox, Stress-strain engineering of single-crystalline silicon membranes by ion implantation: Towards direct-gap group-IV semiconductors, *Phys. Rev. Mater.* 5 (2021) 124603. <https://doi.org/10.1103/PhysRevMaterials.5.124603>.
- [289] D. Yun, M.A. Kirk, P.M. Baldo, J. Rest, A.M. Yacout, Z.Z. Insepov, In situ TEM investigation of Xe ion irradiation induced defects and bubbles in pure molybdenum single crystal, *J. Nucl. Mater.* 437 (2013) 240–249. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.01.305>.
- [290] J.G. Jeon, J.H. Kim, T.J. Kang, Control of the residual stress gradients in copper films by inert ion implantation, *Mater. Lett.* 222 (2018) 54–57. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.03.171>.
- [291] S. Haratian, F. Niessen, F.B. Grumsen, M.J.B. Nancarrow, E. V. Pereloma, M. Villa, T.L. Christiansen, M.A.J. Somers, Strain, stress and stress relaxation in oxidized ZrCuAl-based bulk metallic glass, *Acta Mater.* 200 (2020) 674–685. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.09.049>.
- [292] Q. Chen, M.A. Gosálvez, Q. Li, Y. Xing, Z. Zhou, Generalized damage profile function for subsurface damage in SiC induced by helium focused ion beam under line scanning at different energies and doses, *Mater. Sci. Semicond. Process.* 173 (2024) 108104. <https://doi.org/10.1016/J.MSSP.2023.108104>.
- [293] O.D. Supekar, J.J. Brown, N.T. Eigenfeld, J.C. Gertsch, V.M. Bright, Atomic layer deposition ultrathin film origami using focused ion beams, *Nanotechnology.* 27 (2016) 0–7. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/27/49/49LT02>.
- [294] D.J. Sanger, Transverse Vibration of a Class of Non-Uniform Beams, Http://Dx.Doi.Org/10.1243/JMES_JOUR_1968_010_018_02. 10 (1968) 111–120. https://doi.org/10.1243/JMES_JOUR_1968_010_018_02.
- [295] P.F.W. M.Sc., IX. The transverse vibrations of a rod of varying cross-section, London, Edinburgh, Dublin *Philos. Mag. J. Sci.* 25 (1913) 85–106. <https://doi.org/10.1080/14786440108634312>.
- [296] M. Abdel-Mooty, J. Roorda, Free vibrations of continuous beams with singularities in inertia and stiffness distribution, *Dyn. Stab. Syst.* 6 (1991) 1–16. <https://doi.org/10.1080/02681119108806103>.
- [297] H. Darban, R. Luciano, R. Darban, Buckling of cracked micro- and nanocantilevers, *Acta Mech.* 234 (2023) 693–704. <https://doi.org/10.1007/S00707-022-03417-X/FIGURES/5>.
- [298] Y.F. Xu, W.D. Zhu, J. Liu, Y.M. Shao, Identification of embedded horizontal cracks in beams using measured mode shapes, *J. Sound Vib.* 333 (2014) 6273–6294. <https://doi.org/10.1016/J.JSV.2014.04.046>.
- [299] E. Pesheck, C. Pierre, S.W. Shaw, A NEW GALERKIN-BASED APPROACH FOR ACCURATE NON-LINEAR NORMAL MODES THROUGH INVARIANT MANIFOLDS, *J. Sound Vib.* 249 (2002) 971–993. <https://doi.org/10.1006/JSVI.2001.3914>.
- [300] H. Darban, R. Luciano, M. Basista, Free transverse vibrations of nanobeams with multiple cracks, *Int. J. Eng. Sci.* 177 (2022) 103703.

- [301] D. Lapadatu, A. Pyka, J. Dziuban, R. Puers, Corrugated silicon nitride membranes as suspensions in micromachined silicon accelerometers, *J. Micromechanics Microengineering*. 6 (1996) 73. <https://doi.org/10.1088/0960-1317/6/1/016>.
- [302] M. Oshikawa, Insulator, Conductor, and Commensurability: A Topological Approach, *Phys. Rev. Lett.* 90 (2003) 236401. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.90.236401>.
- [303] D.S. Jakob, H. Wang, G. Zeng, D.E. Otzen, Y. Yan, X.G. Xu, Peak Force Infrared–Kelvin Probe Force Microscopy, *Angew. Chemie Int. Ed.* 59 (2020) 16083–16090. <https://doi.org/10.1002/ANIE.202004211>.
- [304] C. Musumeci, R. Borgani, J. Bergqvist, O. Inganäs, D. Haviland, Multiparameter investigation of bulk heterojunction organic photovoltaics, *RSC Adv.* 7 (2017) 46313–46320. <https://doi.org/10.1039/C7RA07673H>.
- [305] C.M. Yip, Correlative Optical and Scanning Probe Microscopies for Mapping Interactions at Membranes, *Methods Mol. Biol.* 950 (2013) 439–456. https://doi.org/10.1007/978-1-62703-137-0_24.
- [306] O.C. Haenssler, M.F. Wiegand, A. Kostopoulos, G. Doundoulakis, E. Aperathitis, S. Fatikow, G. Kiriakidis, Multimodal microscopy test standard for scanning microwave, electron, force and optical microscopy, *J. Micro-Bio Robot.* 14 (2018) 51–57. <https://doi.org/10.1007/S12213-018-0108-Z/FIGURES/7>.
- [307] O. Stukalov, A. Korenevsky, T.J. Beveridge, J.R. Dutcher, Use of atomic force microscopy and transmission electron microscopy for correlative studies of bacterial capsules, *Appl. Environ. Microbiol.* 74 (2008) 5457–5465. <https://doi.org/10.1128/AEM.02075-07/ASSET/7D9EF378-130A-4C1F-9D84-802C45148BF1/ASSETS/GRAPHIC/ZAM0170891780004.JPEG>.
- [308] F. Xia, K. Youcef-Toumi, T. Sattel, E. Manske, I.W. Rangelow, Active Probe Atomic Force Microscopy with Quattro-Parallel Cantilever Arrays for High-Throughput Large-Scale Sample Inspection, *J. Vis. Exp.* 2023 (2023). <https://doi.org/10.3791/65210>.
- [309] E. Cinar, F. Sahin, A new approach for nanoindentation using multiprobe AFM system, *Proc. IEEE Conf. Nanotechnol.* (2014) 49–53. <https://doi.org/10.1109/NANO.2014.6968076>.
- [310] F. Hui, C. Wen, S. Chen, E. Koren, R. Dechter, D. Lewis, M. Lanza, Emerging Scanning Probe–Based Setups for Advanced Nanoelectronic Research, *Adv. Funct. Mater.* 30 (2020) 1902776. <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/adfm.201902776>.
- [311] T. An, T. Nishio, T. Eguchi, M. Ono, A. Nomura, K. Akiyama, Y. Hasegawa, Atomically resolved imaging by low-temperature frequency-modulation atomic force microscopy using a quartz length-extension resonator, *Rev. Sci. Instrum.* 79 (2008). <https://doi.org/10.1063/1.2830937/350810>.
- [312] U. Gysin, S. Rast, M. Kisiel, C. Werle, E. Meyer, Low temperature ultrahigh vacuum noncontact atomic force microscope in the pendulum geometry, *Rev. Sci. Instrum.* 82 (2011). <https://doi.org/10.1063/1.3551603>.
- [313] J.L. Williams, I.L. Stone, Current noise in thin discontinuous films, *J. Phys. C Solid State Phys.* 5 (1972) 2105. <https://doi.org/10.1088/0022-3719/5/16/012>.
- [314] F. Völklein, H. Reith, M.C. Schmitt, M. Huth, M. Rauber, R. Neumann, Microchips for the investigation of thermal and electrical properties of individual nanowires, *J. Electron. Mater.* 39 (2010) 1950–1956. <https://doi.org/10.1007/s11664-009-1046-2>.
- [315] H.W.P. Koops, Hyperriesig leitende nanogranulare Materialien, *Vak. Forsch. Und Prax.* 30 (2018) 35–39. <https://doi.org/10.1002/VIPR.201800671>.
- [316] M.V.P. dos Santos, A. Szkudlarek, A. Rydosz, C. Guerra-Nuñez, F. Béron, K.R. Pirota, S. Moshkalev, J.A. Diniz, I. Utke, Comparative study of post-growth annealing of Cu(hfac)₂, Co₂(CO)₈ and Me₂Au(acac) metal precursors deposited by FEBID, *Beilstein J. Nanotechnol.* 9.11. 9 (2018) 91–101. <https://doi.org/10.3762/BJNANO.9.11>.
- [317] B.P. Wang, L. Tong, A study of the optimum field emitter shape for vacuum electronics applications, *Appl. Surf. Sci.* 94–95 (1996) 101–106. [https://doi.org/10.1016/0169-4332\(95\)00357-6](https://doi.org/10.1016/0169-4332(95)00357-6).
- [318] I. Brodie, C.A. Spindt, Vacuum Microelectronics, *Adv. Electron. Electron Phys.* 83 (1992) 1–106. [https://doi.org/10.1016/S0065-2539\(08\)60006-2](https://doi.org/10.1016/S0065-2539(08)60006-2).
- [319] W.B. Nottingham, Remarks on Energy Losses Attending Thermionic Emission of Electrons from Metals, *Phys. Rev.* 59 (1941) 906. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.59.906.2>.

- [320] G.M. Fleming, J.E. Henderson, The Energy Losses Attending Field Current and Thermionic Emission of Electrons from Metals, *Phys. Rev.* 58 (1940) 887. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.58.887>.
- [321] W. Czarczyński, *Mikroelektronika próżniowa*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, 2000.
- [322] A.J. Bullen, K.E. O’Hara, D.G. Cahill, O. Monteiro, A. von Keudell, Thermal conductivity of amorphous carbon thin films, *J. Appl. Phys.* 88 (2000) 6317–6320. <https://doi.org/10.1063/1.1314301>.
- [323] Surveying good practice guides adopted by industry - EURAMET, (n.d.). <https://www.euramet.org/publications-media-centre/news/news/surveying-good-practice-guides-adopted-by-industry> (accessed 18 April 2024).
- [324] J. (1941-2017). Knapczyk, A. (1929-2001). Morecki, M. Galicki, T. (mechanika). Zielińska, A. Wiliński, E. Marszałec, J. Marszałec, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne., *Podstawy robotyki : teoria i elementy manipulatorów i robotów : praca zbiorowa*, (1999). <https://search.worldcat.org/title/749150857> (accessed 18 April 2024).
- [325] S. Nomura, H. Shichi, High contrast of scanning ion microscopy images shows element segregation, *Jpn. J. Appl. Phys.* 30 (1991) L1059–L1062. <https://doi.org/10.1143/JJAP.30.L1059/XML>.
- [326] C.J. Murphy, N.R. Jana, Controlling the aspect ratio of inorganic nanorods and nanowires, *Adv. Mater.* 14 (2002) 80–82.
- [327] Z. Cheng, S. Du, W. Guo, L. Gao, Z. Deng, N. Jiang, H. Guo, H. Tang, H.J. Gao, Direct imaging of molecular orbitals of metal phthalocyanines on metal surfaces with an O₂-functionalized tip of a scanning tunneling microscope, *Nano Res.* 4 (2011) 523–530. <https://doi.org/10.1007/S12274-011-0108-Y/METRICS>.
- [328] S. Xu, ; Y Li, ; M A Verheijen, ; E R Kieft, ; E J D Vredendregt, Y. Li, M.A. Verheijen, E.R. Kieft, E.J.D. Vredendregt, Study of surface damage in silicon by irradiation with focused rubidium ions using a cold-atom ion source, *J. Vac. Sci. Technol. B.* 41 (2023) 42804. <https://doi.org/10.1116/6.0002643>.
- [329] G.A. Knorovsky, D.O. MacCallum, M.T. Meyers, Selection of parameters for μ E-beam welding, *Sci. Technol. Weld. Join.* 11 (2006) 672–680. <https://doi.org/10.1179/174329306X147706>.