

Warszawa, 1 sierpnia 2024r.

Prof. dr hab. inż. Jacek Marczewski
Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Mikroelektroniki i Fotoniki
Al. Lotników 32/46, 02-668 Warszawa
jacek.marczewski@imif.lukasiewicz.gov.pl

Recenzja Rozprawy Doktorskiej

pt. **Nanometrologia prowadzona operacyjnymi przyrządami MEMS**

autor: **mgr inż. Bartosz Czesław Pruchnik**

praca wykonana na Wydziale Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów
Politechniki Wrocławskiej

promotor: prof. dr hab. inż. Teodor Gotszalk

Recenzowana rozprawa dotyczy koncepcji stworzenia w miarę uniwersalnej platformy pomiarowej, umożliwiającej pomiary w nanoskali, przy czym istotne elementy platformy są współmierne wymiarowo w stosunku do obiektów mierzonych.

Przedstawiona do recenzji praca liczy blisko dwieście stron, zaś bibliografia zawiera ponad trzysta pozycji. Napisana została w języku polskim, zwięźle i przejrzysto, a jej układ nie budzi istotnych zastrzeżeń.

Zakres Rozprawy obejmuje wiele różnych zagadnień wymagających:

- biegłej znajomości szczegółowych zagadnień z zakresu metrologii obiektów niskowymiarowych;
- umiejętności wykorzystania zaawansowanych metod pomiarowych;
- znajomości technologii wytwarzania przyrządów MEMS;
- umiejętności prowadzenia eksperymentów pomiarowych w nanoskali wymagających niezwyklej sprawności intelektualnej i manualnej oraz głębokiej wiedzy z dziedziny materiałoznawstwa, fizyki ośrodków ciągłych i nanostruktur.

Wiele elementów Rozprawy ma element nowości a różnorodność poruszanych zagadnień mogłaby (zdaniem Recenzenta) z powodzeniem znaleźć się w pracy habilitacyjnej.

Pierwszy rozdział Rozprawy, to wprowadzenie, w którym autor skonkretyzował i uzasadnił **cel pracy**, jakim jest „**Opracowanie technologii elektromechanicznych mikrouządzeń operacyjnych – opMEMS**”. Termin opMEMS został zdefiniowany, jako przyrząd składający się z platformy MEMS oraz nanostruktury umieszczonej w takim położeniu by przemieszczenie MEMS-a wpływało na jej wybraną wartość. Nazwa ta powstała przez domniemaną

RDN AEETK/122/2024

analogię z wzmacniaczami operacyjnymi, będącymi przyrządami elektronicznymi, których aplikacje polegają na podłączeniu zewnętrznych elementów pasywnych definiujących odpowiedź przyrządu na sygnał wejściowy. W przypadku opMEMS element definiujący odpowiedź układu jest jego „wewnętrzna” częścią. Zdaniem Recenzenta jest jednak istotna różnica w koncepcji obu przyrządów – elektronicznego i mikromechanicznego. Ten drugi jest przetwornikiem różnorodnych mierzalnych właściwości zaś pierwszy jedynie wzmacniaczem wartości elektrycznych. W pierwszym rozdziale zdefiniowano także **tezę rozprawy**, jaką jest „**Możliwość przeprowadzenia pomiaru zjawiska nieujmowalnego innymi metodami pomiarowymi – efektu Nottinghama – przez zastosowanie opMEMS-ów**”. Pomiary eksperymentalne tego efektu są niezmiernie trudne, ale Recenzent nie może się zgodzić z określeniem „nieujmowalne” zawartym w tezie. Przykładem może być praca Mofakhami, D., Sez nec, B., Minea, T. *et al.* Unveiling the Nottingham Inversion Instability during the thermo-field emission from refractory metal micro-protrusions. *Sci Rep* **11**, 15182 (2021). <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94443-7>. Nie ujmuje to ambitności tezy Rozprawy. W Rozdziale zawarto też sporo wstępnych (istotnych) informacji przyczyniających się do zrozumienia intencji Autora oraz trudności podjętej pracy. Niektóre z nich mają charakter dość ogólny bądź nawet filozoficzny - jak np. odniesienie do potencjalnie kwantowej natury przestrzeni (stopka na str. 20).

Drugi Rozdział poświęcony jest projektowaniu przyrządów opMEMS. Autor nie ustrzegł się zdaniem Recenzenta w opisach (niezbyt istotnych) nieścisłości. Na przykład r-nie 12 nie jest jawną postacią równania (termin jawny dotyczy równań rekurencyjnych) Użycie terminu wyteżenie (str. 31 i 41) budzi wątpliwości gdyż zostało użyte do określenia ustalonego stanu naprężeń, podczas gdy wyteżenie materiału, to stan materiału elementu obciążonego siłami zewnętrznymi i wewnętrznymi, w którym istnieje niebezpieczeństwo osiągnięcia granicy plastyczności materiału, stanu krytycznego lub utraty spójności materiału. Stwierdzenie o liniowości odpowiedzi materiału piezoelektrycznego (str.34) wymagałoby komentarza, że dotyczy to materiałów używanych przez Autora do aktuacji (bo zasadniczo nie dotyczy to ferroelektryków). W tabeli 2 (str. 40) wykazano nieopisaną zmienną „j”. Trudniejsze równania powinny być zdaniem Recenzenta dokładniej opisywane (np. r-nie 27 na str. 41).

Trzeci rozdział Rozprawy stanowi opis technologii wywarzania opMEMS. Tak jak w poprzednich rozdziałach Autor w stokach poszczególnych stron zawiera szereg dygresji o charakterze językowym, etymologicznym a nawet filozoficznym (np. na str. 47). Są one dla Recenzenta ciekawe aczkolwiek często nie pasują do stylu (i celu) rozprawy stricte naukowej. Wracając do opisu elementów technologii, stanowczo za mało uwagi poświęcono zagadnieniom trawienia plazmowego (zwłaszcza głębokiego) -str. 48. Termin „stopowanie trawienia” (str. 49) nieco razi, zaś dane materiałowe (str.51) zostały potraktowane ogólnikowo i bez właściwego komentarza. Otóż dla dielektryków będących związkami (SiO_2 czy Si_3N_4) zależą one przede wszystkim od stechiometrii. SiO_2 wytwarzane przez utlenianie termiczne będzie miało stałą dielektryczną ok 3,85 ale warstwa tlenku osadzanego może już nie być stechiometrycznie doskonała i mieć inną stałą. W tym też kontekście ważna jest wiedza o konkretnej metodzie i warunkach tworzenia warstw. Informacja, że azotek krzemu może mieć stałą dielektryczną od 7,5 do 4 jest myląca. Stechiometryczny azotek ma stałą dielektryczną powyżej 8. W przypadku półprzewodników jest jeszcze inaczej, Krzem niedomieszkowany będzie mieć stałą dielektryczną (rzeczywistą część funkcji dielektrycznej) ok 11,7 ale dla krzemu domieszkowanego (o ile nie jest zubożony, czyli pozbawiony nośników przez pole elektryczne) będzie to wartość mniejsza i to zależna od częstotliwości pomiarowej. Silnie domieszkowany krzem może zachowywać się wręcz jak metal (ujemna stała dielektryczna!). Autor zdefiniował na rys. 10-12 stosowane sekwencje warstw, które nazwał schematami materiałowym, brak jest jednak właściwych odniesień do rysunków, dyskusji dotyczącej wyboru grubości warstw i stosownego komentarza dotyczącego ew. eksperymentów (o ile takie były) celem weryfikacji kryteriów. Wobec przywoływanej wielokrotnie ważności stosowania przyrządów wytworzonych przy użyciu podłoży SOI należałoby zdaniem Recenzenta umieścić informację o technologiach (ich zaletach i wadach) wytwarzania takich podłoży. Autor wspomina też o minimalnych wymiarach

(regułach projektowania) – str. 51, 53. Autor nie podkreśla jednak, że są to wartości charakterystyczne dla konkretnej technologii i zależą od wyposażenia linii technologiczne a także szeregu dość subtelnych uwarunkowań. Brak jest też odniesienia w tekście do Rys. 13 a slangowy termin „kości” został dwukrotnie użyty na str. 56. Ważny termin „OBD” zdefiniowany na str. 60 był już przedtem kilkakrotnie użyty. Na stronie 62 można by wspomnieć o używaniu ESEM (użycie małych stężeń pary wodnej – tzw. tryb środowiskowy) do obserwacji materiałów dielektrycznych. Dyskusja na stronach 61 i 62 o korpuskularnym bądź falowym podejściu do SEM i FIB jest nieco strywializowana gdyż oba opisy korpuskularny i falowy są tożsame fizycznie i funkcjonują równolegle a decyzja o ich użyciu w konkretnych modelach zależy także od innych szczegółów. Na stronie 62 znajduje się też konstatacja, że „Dla MEMS-ów zakłada się nieskończenie dużą impedancję materiałów dielektrycznych pełniących rolę izolatorów. Te posiadają jednak pewną skończoną przewodność i przenikalność elektryczną” brak jednak konkluzji czy przyjęte założenie zdaniem autora jest zawsze uzasadnione czy też nie.

Czwarty rozdział pracy poświęcony jest przyrządom NEMS w okładach opMEMS. Jest to istotne zwłaszcza w kontekście ambitnego zadania zdefiniowanego w tezie pracy. Szkoda, że Autor nie wyodrębnił dodatkowego rozdziału o metamateriałach (których własności zależą od struktury w skali większej niż cząsteczkowa, a nie jedynie od struktury cząsteczkowej), chociaż na str.103 jest wzmianka o materiałach topologicznych, ale w zupełnie w innym (nieperiodycznym) kontekście. Metamateriały, to ważna klasa, która może znaleźć zastosowanie (a może już znalazła?) w strukturach MEMS i NEMS. Rozważania o strukturach NEMS stanowią zwarty, chociaż nieco odrębny cykl rozważań (czasem nieco wybiórczych). Tym niemniej stanowią one zdaniem Recenzenta bardzo wartościowy fragment Rozprawy. Ta część mogłaby być formą odrębnej publikacji, zawiera istotny wkład w postaci szeregu wyników eksperymentów (w których Autor brał udział) i stosownych konkluzji.

Rozdział piąty mówi o problemie orientacji przyrządów typu NEMS w mikroskali, co jest zasadniczym problemem w kontekście ich przyszłej integracji w ramach platformy opMEMS. Wracając do szczegółowych uwag Recenzenta, sprawność aktuacji zasługiwałaby na odrębny rozdział zaś Tabele 3 i 4 wymagałyby, zdaniem recenzenta, rozszerzonego opisu belek. W tymże rozdziale Autor umieścił szereg cennych uwag dotyczących metod modyfikacji platformy opMEMS tak by umożliwiła ona integrację nanostruktury spełniającą szereg zdefiniowanych wymagań. Autor nie ustrzeżę się drobnych błędów edycyjnych jak błąd formatowania tekstu na str. 99.

Rozdział szósty dotyczący metrologii struktur NEMS - strony 107 do 124 zdaniem Recenzenta znacznie wykracza poza ramy określone w tytule Rozprawy i mógłby być podstawą odrębnej rozprawy doktorskiej. Recenzent jest pełen podziwu dla zakresu przeprowadzonych badań.

Rozdział siódmy dotyczy metrologii opMEMS i jest starannym opisem przedsięwzięć Autora w tym zakresie umożliwiających prowadzenie prac opisanych w Rozdziale ósmym a więc właściwych pomiarów przy użyciu opracowanej platformy pomiarowej. Były to pomiary nanodrutów FEBID (w kolejności) pomiary właściwości elektrycznych, pomiary wytrzymałości na zrywanie, pomiary modułu Younga, pomiary wielkości termicznych (w ich liczbie niesłychanie trudnego pomiarowo efektu Nottinghama) oraz inne pomiary w zakresie emisji polowej. Wobec istotności tej części Rozprawy Recenzent (w kontekście konieczności podkreślenia udowodnienia tezy pracy) odczuwa pewien niedosyt zbyt małą objętością tego rozdziału. Wynika ona zapewne ze skromności Autora, który (częściowo) opisał otrzymane wyniki w odrębnych publikacjach. Wracając do szczegółów: w kontekście opisu pomiarów z rysunku 74 przydałby się jaśniejszy komentarz dotyczący wpływu pojemności w układzie obiekt pomiar (np. zilustrowany kilkoma wartościami „rampu”). Pominięto też sprawę automatycznego przełączania zakresów w SMU i związaną z tym możliwością powstawania artefaktów pomiarowych (widocznych na rys. 74d w okolicy 100 pA) istotnych przy pomiarach bardzo małych prądów. Recenzent zwraca też uwagę na przytaczanie wielu wzorów o skomplikowanej postaci bez podawania ich pochodzenia i właściwych komentarzy (skąd pochodzą, jakie były założenia przy ich wyprowadzaniu itd.). Przykładami są wzory 41 do 46 (str. 147-148). Użycie czerwonych podpisów wewnątrz obrazków pokazanych w skali szarości bywa nieczytelne (rys.85).

Rozdział dziewiąty zawiera podsumowanie i wnioski a Rozdział dziesiąty - wykaz dorobku Doktoranta. Reasumując, w Rozprawie przedstawiono opracowaną przez autora platformę pomiarową opMEMS, dowiedziono jej użyteczności w skali Nano przeprowadzając wiele unikalnych pomiarów wielu zjawisk. Dowiedziono założonej na początku Rozprawy tezy, wykonując niesłychanie trudny eksperyment w celu wykonani pomiaru efektu Nottinghama. Rozprawę kończy wyczerpująca bibliografia.

Wyniki prac pokazanych w Rozprawie zostały częściowo opublikowane w szeroko cytowanych czasopismach. Przedstawione w niniejszej Recenzji uwagi krytyczne, w głównej mierze mają charakter mniej istotny w kontekście wagi Rozprawy i w niewielkim stopniu obniżają bardzo wysoką ogólną ocenę przedstawionej pracy. Stwierdzam, że Rozprawa „Nanometrologia prowadzona operacyjnymi przyrządami MEMS” spełnia z nadmiarem wymagania stawiane rozprawom doktorskim przez Ustawę o Stopniach i Tytule Naukowym obowiązującą aktualnie w Polsce i stawiam wniosek o dopuszczenie jej do publicznej obrony. Jednocześnie, biorąc pod uwagę wysoki poziom recenzowanej Rozprawy oraz dorobek naukowy jej Autora (wraz z licznymi publikacjami w wysoko notowanych czasopismach), **wnioskuję o wyróżnienie przedstawionej mi do oceny Rozprawy Doktorskiej** (o ile jest to możliwe, ze względu na oceny uzyskane przez Doktoranta w trakcie egzaminów).



Jacek Marczewski

Warszawa, 1 sierpnia 2024