

Prof. K. J. Kurzydłowski
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska

Recenzja pracy doktorskiej mgr inż. Anety Zięby pod tytułem
„Badania nano- i mikrostruktur fotonicznych wytwarzanych za pomocą
technologii zogniskowanej wiązki jonów”

Kwestia formalna

Niniejszą recenzję opracowałem w związku z powołaniem mnie na recenzenta rozprawy doktorskiej mgr inż. Anety Zięby pod tytułem „Badania nano- i mikrostruktur fotonicznych wytwarzanych za pomocą technologii zogniskowanej wiązki jonów” uchwałą Rady Dyscypliny Naukowej Automatyka, Elektronika i Elektrotechnika Politechniki Wrocławskiej, podjętą 26 września 2022 roku. Podstawą mojej recenzji był przesłany wraz z listem przewodnim egzemplarz rozprawy. Przy opracowaniu mojej oceny rozprawy wziąłem pod uwagę aktualny stan nauki i techniki w zakresie wykorzystania technologii zogniskowanej wiązki jonów, a także wymagania sformułowane obowiązującymi przepisami w sprawie przeprowadzania przewodów doktorskich.

W szczególności odniosłem się w recenzji do wymogów Ustawy Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce, w której znajdujemy zapis, iż „rozprawa doktorska powinna prezentować ogólną wiedzę teoretyczną kandydata w dyscyplinie oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej”. Ta sama ustawa określa jednocześnie, że „przedmiotem rozprawy doktorskiej powinno być oryginalne rozwiązanie problemu naukowego lub oryginalne rozwiązanie w zakresie zastosowania wyników własnych badań naukowych w sferze gospodarczej lub społecznej”.

Charakterystyka rozprawy

Recenzowana rozprawa liczy 91 stron tekstu rozważań Autorki (całość ze stroną tytułową, podziękowaniami, spisem treści, bibliografią mieści się na 125 stronach). Badania własne Doktorantki opisane są na 41 stronach. Wszystkie wymienione liczby dowodzą, że rozprawa jest napisana zwięźle. Jest także dobrze zredagowana. Autorka zacytowała w tekście 171 odnośników literaturowych, co dowodzi jej dobrego rozeznania w zakresie stanu nauki i techniki w przedmiocie rozprawy.

W recenzowanej rozprawie doktorskiej mgr inż. Aneta Zięba przedstawiła wyniki swoich badań nad możliwością wykorzystania zogniskowanej wiązki jonów do precyzyjnego usuwania atomów z powierzchni ciał stałych. W badaniach prowadzonych za pomocą mikroskopów elektronowych, tego typu wiązki wykorzystywane są do ujawniania struktury pod powierzchnią nieprzeziernych preparatów i do wycinania cienkich płytek do obserwacji struktury w trybie transmisyjnym.

Od kilku lat wiązki tego typu wykorzystywane są także do kształtowania geometrii igieł, wykorzystywanych w mikroskopach sił atomowych AFM. Mgr inż. Aneta Zięba wykorzystowała natomiast zogniskowaną wiązkę jonów do kształtowania topografii preparatów w celu nadania im szczególnych właściwości fotonicznych. W tym celu Autorka wycinała system otworków na powierzchni mikroskopowych kryształków diamentu i GaN. Kryształki miały rozmiary $200 \times 200 \mu\text{m}^2$. Średnica otworów wynosiła 700 nm, a stała odległość pomiędzy nimi 1,5 μm .

Należy podkreślić, że idea takiego wykorzystania wiązki zogniskowanych jonów sama w sobie nie jest nowa. Była przedmiotem wielu prac z zakresu nanotechnologii, z których wiele Autorka cytuje, dla przykładu praca [34]: P. M. Nellen, V. Callegari i R. BronnimAnet, „FIB-milling of photonic structures and sputtering simulation,” *Microelectronic Engineering*, tom 83, pp. 1805-1808, 2006. Znane są także od wielu lat uboczne efekty kształtowania topografii powierzchni za pomocą FIB, w tym implantacja jonów, której dodatkowym skutkiem jest tworzenie się nanometrycznej warstewki silnie zdefektowanego materiału podłoża. W wielu pracach wykazano, że zdefektowana

warstewka może być skutecznie usunięta przez czyszczenie powierzchni preparatu za pomocą wiązki niskoenergetycznych jonów Ar – na przykład P. Nowakowski et.al. Accurate Removal of Implanted Gallium and Amorphous Damage from TEM Specimens after Focused Ion Beam (FIB) Preparation Published online by Cambridge University Press: 04 August 2017. Autorka recenzowanej pracy przyjęła tezę, że podobny skutek można uzyskać poprzez wygrzewanie wytworzonych preparatów o właściwościach fonicznych w temperaturach od 400 do 600°C.

Sposoby usuwania na drodze wygrzewania jonów Ga, wprowadzonych do substratu poprzez kształtowanie sub-mikroskopowej topografii powierzchni, także były przedmiotem zainteresowania naukowców, czego dowodem jest publikacja A.Schilling, T. Adams, R.M. Bowman, J.M. Gregg pod tytułem „Strategy for gallium removal after focused ion beam patterning of ferroelectric oxide nanostructures”. Autorzy wykazali w niej, że jony Ga mogą być usunięte poprzez wygrzewanie w powietrzu, przy czym usunięte atomy Ga tworzą na powierzchni płatki bogate w Ga. W rozprawie Autorka cytuje 2 inne prace, w których w ten sam sposób usuwano jony Ga z podłoża krzemowego.

W świetle zacytowanego przeze mnie artykułu A. Schillinga oraz dwóch prac cytowanych w rozprawie muszę negatywnie odnieść się do następujących tez postawionych przez Autorkę:

„Możliwe jest wytwarzanie za pomocą zogniskowanej wiązki jonów struktur fonicznych, które są wolne od zaimplantowanych jonów galu. Alternatywnie, można wykorzystać tę implantację jako element procesu technologicznego.”

Tak sformułowane tezy w istocie nie wymagały bowiem udowodnienia, zostały udowodnione już wcześniej. Postawienie i udowodnienie tez nie jest jednak warunkiem koniecznym dla uznania rozprawy doktorskiej jako spełniającej kryterium wymagane w postępowaniu o nadanie stopnia doktora.

Wymogi stawiane rozprawom doktorskim

Zgodnie z obowiązującymi przepisami recenzenci w postępowaniu o nadanie stopnia doktora powinni się odnieść do następujących kwestii:

1. Czy rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną osoby ubiegającej się o nadanie stopnia doktora we właściwej dyscyplinie, w tym przypadku Automatyka, Elektronika i Elektrotechnika?
2. Czy rozprawa doktorska wykazuje umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej?
3. Czy rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego?

W dalszej części recenzji przedstawię swoją opinię dotyczącą stopnia spełnienia przez mgr inż. Anetę Ziębę każdego z tych trzech kryteriów.

Ocena ogólnej wiedzy teoretycznej w przedmiocie rozprawy doktorskiej

Na podstawie przedłożonej rozprawy doktorskiej wyrażam opinię, iż mgr inż. Aneta Zięba posiada gruntowną wiedzę w zakresie otrzymywania struktur o właściwościach fotonicznych metodą kształtowania mikro-topografii powierzchni oraz w zakresie nowoczesnych technik charakteryzowania materiałów za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej. Dowodem na posiadanie takiej wiedzy jest obszerna część pracy poświęcona omówieniu struktur fotonicznych i metod ich wytwarzania (Rozdział 2 i 3), a także rozdział poświęcony zogniskowanym wiązkom jonów (Rozdział 4). Autorka rozprawy przedstawiła w nich dobrze dobrane informacje, które zostały omówione w sposób dowodzący dobrego opanowania omawianych zagadnień. Zwraca także uwagę duża liczba prawidłowo dobranych odnośników literaturowych.

Ocena umiejętności samodzielnego prowadzenia pracy naukowej

Na podstawie przedłożonej rozprawy doktorskiej wyrażam opinię, że mgr inż. Aneta Zięba ma godne wysokiej oceny umiejętności samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Dowodem na to jest zrealizowany przez nią program badań eksperymentalnych, który wymagał opanowania złożonych procedur badawczych. Szczególnie wysoko oceniam wykazane w rozprawie umiejętności w zakresie mikroskopii elektronowej i jonowej.

Doktorantka przedstawiła w rozprawie wartościowe wyniki obrazowania złożonych struktur fotonicznych oraz mapowania składu chemicznego metodą EDS.

Ocena stopnia, w jakim rozprawa stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego

W świetle uwag poczynionych wcześniej w odniesieniu do tezy, a także biorąc pod uwagę dyskusję wyników w przedmiotowej rozprawie, wyrażam opinię, że w aspekcie oryginalności rozwiązania problemu naukowego rozprawa spełnia moje oczekiwania jedynie w stopniu dostatecznym. Wobec znanych wcześniej sposobów usuwania jonów Ga/Xe z preparatów przygotowanych za pomocą FIB, oryginalność rozwiązania opisanego w rozprawie upatruję przede wszystkim w powiązaniu wyjątkowością struktur, z których doktorantka usuwała jony Ga/Xe.

Z kolei do kompletności rozwiązania zabrakło mi badań za pomocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Badania za pomocą tej techniki pozwoliłyby uzyskać dokładniejszy obraz zarówno efektów implantacji jonów, jak również zmian indukowanych wygrzewaniem. Należy podkreślić, że potrzebę przeprowadzenia tego typu badań Autorka rozprawy wskazała w dalszych planach badawczych.

Kwestia zastosowania wyników badań w sferze gospodarczej

Dla porządku należy odnieść się jeszcze do ewentualnej oceny rozprawy pod kątem zastosowania wyników badań naukowych w sferze gospodarczej. Jakkolwiek mgr inż. Aneta Zięba wplata w rozprawie wątek istotności wyników dla przemysłu jubilerskiego, jednak ograniczając się do dość ogólnikowych informacji. Z tego powodu nie traktuję jej rozprawy jako istotnej w aspekcie zastosowania wyników w sferze gospodarczej.

Podsumowanie i wniosek końcowy

W świetle przedstawionej oceny wyrażam pozytywną opinię o rozprawie doktorskiej mgr inż. Anety Zięby.

Do najbardziej wartościowych elementów przedstawionej rozprawy zaliczam badania wykonane za pomocą elektronowej mikroskopii skaningowej z wykorzystaniem dodatkowo zogniskowanej wiązki jonów. Autorka rozprawy dowiodła opanowania wartościowego warsztatu naukowego z zakresu technik mikroskopowych, które stały się dostępne dopiero od kilkunastu lat na świecie, a w Polsce są uprawiane jedynie w kilku ośrodkach naukowych.

K. Kusyckiowski