POLITECHNIKA WROCŁAWSKA

ROZPRAWA DOKTORSKA

Elektryczne metody pomiarów wychyleń układów MEMS i NEMS

Autor: mgr. inż. Krzysztof KWOKA Promotor: dr hab. inż. Tomasz PIASECKI (prof. uczelni)

Słowa kluczowe: MEMS, NEMS, Spektroskopia impedancyjna, pomiary elektryczne, LIS, wychylenia, rezonans

Praca została złożona

w jednostce organizacyjnej

Katedra Nanometrologii Wydział Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów



12 lipca 2023

Oswiadczenie autora pracy doktorskiej o jej oryginalnosci, samodzielnosci jej przygotowania i o nienaruszaniu praw autorskich

Ja, Krzysztof KWOKA, niniejszym oświadczam, że przedłożoną pracę doktorską pt.: "Elektryczne metody pomiarów wychyleń układów MEMS i NEMS" napisałem samodzielnie, tj.:

- nie zleciłem opracowania pracy lub jej części innym osobom;
- nie napisałem pracy lub jej części z innych opracowań i prac związanych tematycznie z moją pracą;
- korzystałem jedynie z niezbędnych konsultacji;
- wszystkie elementy pracy, które zostały wykorzystane do jej realizacji (cytaty, ryciny, tabele, programy, itp.), a nie będące mojego autorstwa, zostały odpowiednio zaznaczone oraz zostało podane źródło ich pochodzenia;
- praca nie była wcześniej podstawą nadania stopnia innej osobie.

Mam świadomość, że złożenie nieprawdziwego oświadczenia skutkować będzie niedopuszczeniem do dalszych czynności przewodu doktorskiego lub cofnięciem decyzji o nadania stopnia doktora oraz wszczęciem postępowania dyscyplinarnego.

Podpis autora:

Data:

"Make everything as simple as possible, but not simpler."

Albert Einstein

Streszczenie

Elektryczne metody pomiarów wychyleń układów MEMS i NEMS

Praca autorstwa: Krzysztof KWOKA

Pomiary wychyleń struktur NEMS wykonywać można z zastosowaniem między innymi wibrometrii laserowej lub elektronowej, a także z wykorzystaniem pomiarów elektrycznych. Zastosowanie technik wibrometrii wiąże się jednak z trudnościami wynikającymi z używanych urządzeń pomiarowych. Wykorzystanie technik elektrycznych pozwala na wykorzystanie drgających struktur NEMS w znacznie elastyczniejszy sposób.

W przedstawionej rozprawie zastosowano elektryczne pomiary fazoczułe do badania struktur o piezorezystywnej detekcji ugięcia w połączeniu z wibrometrią laserową do pomiaru przy pobudzeniu piezoelektrycznym. Wykazano, że istnieje możliwość wykonywania równoległych pomiarów tymi technikami przy odpowiedniej synchronizacji wykorzystanych urządzeń. Dla wykorzystanych struktur uzyskano czułość na siłę na poziomie FS=263 $\frac{V}{N}$ co jest wartością nieporównywalnie większą niż dla analogicznych rozwiązań z literatury. Wykazano również możliwość kompensacji błędów pomiarowych wynikających z przesłuchów elektrycznych co pozwala na dokładniejsze dopasowywanie wyników.

Wykonano również analogiczne badania w połączeniu z wibrometrią elektronową do pomiaru przy jednoczesnym pobudzeniu magnetoelektrycznym i ciśnieniem promieniowania laserowego. Zaprezentowano wyniki pomiarów podczas niezależnego i jednoczesnego pobudzania struktury oboma metodami. Wykorzystano również odczyt piezorezystywny do weryfikacji wyrównania sił pobudzających strukturę. Podczas pomiarów wykazano także możliwość rejestrowania w układzie odpowiedzi czysto piezorezystywnej.

Zastosowano również pomiary z wykorzystaniem spektroskopii impedancyjnej do pomiaru struktur o pobudzeniu i odczycie magnetoelektrycznym oraz elektrostatycznym. Przygotowano elektryczne modele równoważne do obu eksperymentów i skorelowano je z modelami fizycznymi drgających struktur NEMS. Podczas pomiarów magnetoelektrycznych wykorzystano obliczoną z geometrii i paramentów materiałowych masę struktury do weryfikacji modelu i wykazano jego poprawność. W przypadku struktur elektrostatycznych stworzony model wskazywał na bardzo silny wpływ odległości między elektrodami na stosunek odpowiedzi elektrycznej do sygnału pobudzającego. Pomiary struktur elektrostatycznych przeprowadzono więc w komorze mikroskopu elektronowego co pozwoliło na precyzyjną kontrolę odległości między elektrodami, którą wykorzystano jako parametr weryfikujący poprawność modelu. viii

Abstract

Electrical methods for MEMS and NEMS deflection measurements

by: Krzysztof Kwoka

The deflection of NEMS structures can be measured using, among other techniques, laser or electron vibrometry, as well as electrical measurements. However, the use of vibrometry techniques is associated with difficulties due to the measuring equipment used. The use of electrical techniques allows the use of vibrating NEMS structures in a much more flexible way.

In the presented dissertation, electrical phase-sensitive measurements were used to study structures with piezoresistive deflection detection in combination with laser vibrometry for measurements during piezoelectric actuation. It was shown that it is possible to carry out parallel measurements with these techniques with appropriate synchronisation of the used equipment. For the structures used, a force sensitivity of FS=263 *fracVN* was obtained, which is unmatched in comparison to similar solutions from the literature. The ability to compensate for measurement errors due to electrical crosstalk was also demonstrated, allowing for more accurate fitting of results.

Analogous experiments were also carried out in combination with electron vibrometry for measurement under simultaneous magnetoelectric and laser radiation pressure actuation. Measurement results during independent and simultaneous actuation of the structure with both methods are presented. A piezoresistive readout was also used to verify the balancing of the structure's actuation forces. During the measurements, the possibility of registering a purely piezoresistive response in the system was also demonstrated.

Impedance spectroscopy measurements were also used to measure structures with magnetoelectric and electrostatic actuation and readout. Electrical equivalent circuits were prepared for both experiments and correlated with physical models of the vibrating NEMS structures. During magnetoelectric measurements, the mass of the structure, calculated from the geometry and material parameters, was used to verify the model and was shown to be correct. For electrostatic structures, the model created suggested that the distance between the electrodes had a very strong effect on the ratio of the electrical response to the excitation signal. Measurements of electrostatic structures were therefore carried out in an electron microscope chamber, which allowed precise control of the distance between electrodes, which was used as a parameter to verify the correctness of the model.

Podziekowania

Autor chciałby podziękować:

rodzinie i przyjaciołom za wsparcie podczas przygotowywania rozprawy,

zespołowi Katedry Nanometrologii za wspaniałą atmosferę pracy i nie tylko pracy,

Profesorowi Teodorowi Gotszalkowi za szansę na realizację marzeń i najlepsze hasło motywacyjne,

oraz, przede wszystkim, Profesorowi Tomaszowi Piaseckiemu, bez którego ta praca by nie powstała, za bycie najlepszym mentorem, za nieskończone pokłady cierpliwości i pomoc zawsze gdy była potrzebna...

Spis treści

Oswiadczenie autora pracy doktorskiej o jej oryginalnosci, samodzielnosci			
	jej p	przygotowania i o nienaruszaniu praw autorskich	iii
St	reszc	zenie	vii
Po	odzie	kowania	xi
1	Wst	ęp	1
	1.1	Struktury MEMS i NEMS	2
	1.2	Zalety dwóch przewodów	4
	1.3	Cele pracy	5
2	Tecl	nniki pomiarowe	7
	2.1	Wzmacniacz fazoczuły	7
	2.2	Spektroskopia impedancyjna	9
	2.3	Wibrometria laserowa i szum termomechaniczny	12
	2.4	Wibrometria elektronowa	15
3	SHO)	19
	3.1	Prosty oscylator harmoniczny	19
		3.1.1 Zespolona postać SHO	20
		3.1.2 Przesłuch w pomiarach elektrycznych	23
		3.1.3 Drgania nieliniowe	25
4	Miękkie belki		29
	4.1	Zastosowanie piezorezystywnej detekcji drgań	29
	4.2	Opis struktur	30
	4.3	Techniki pomiarowe	31
		4.3.1 Pomiary szumu termomechanicznego	32
		4.3.2 Czułość ugięciowa mikrobelek	33
	4.4	Wyniki pomiarów	36
5	Cię	żkie fotony	41
	5.1	Opis struktur	41
	5.2	Model odpowiedzi piezorezystancyjnej belki	41
	5.3	Eksperyment	45

		5.3.1	Eksperymenty wstępne	45
		5.3.2	Układ pomiarowy LIS	46
		5.3.3	Eksperyment LIS	48
6	Spe	ktrosko	opia impedancyjna drgających struktur MEMS i NEMS o ak-	
	tuac	ji i odo	zycie magnetoelektrycznym - zagadnienia teoretyczne	51
	6.1	Fizycz	zny model drgających struktur MEMS i NEMS o aktuacji i od-	
		czycie	magnetoelektrycznym	51
	6.2	Elektr	yczny model zastępczy struktur MEMS i NEMS o aktuacji i	
		odczy	cie magnetoelektrycznym	53
7	Spe	ktrosko	opia impedancyjna drgających struktur MEMS i NEMS o ak-	
	tuac	ji i odo	zycie magnetoelektrycznym - eksperyment	57
	7.1	Pomia	ary belek - opis badanej struktury	57
	7.2	Pomia	ary belek - układ pomiarowy	59
	7.3	Wynil	ki pomiarów	61
8	Spe	ktrosko	opia impedancyjna drgających struktur MEMS i NEMS o ak-	
	tuac	ji i odo	zycie elektrostatycznym - zagadnienia teoretyczne	65
	8.1	Fizycz	zny model drgających struktur MEMS i NEMS o aktuacji i od-	
		czycie	elektrostatycznym	66
	8.2	Elektr	yczny model zastępczy struktur MEMS i NEMS o aktuacji i	
		odczy	cie elektrostatycznym	70
9	Spe	ktrosko	opia impedancyjna drgających struktur MEMS i NEMS o ak-	
	tuac	ji i odo	zycie elektrostatycznym - eksperyment	73
	9.1	Pomia	ary mostków - układ pomiarowy	73
		9.1.1	Wykorzystanie światłowodu jako elektrody	74
		9.1.2	Układ do pomiarów w powietrzu	75
		9.1.3	Układ do pomiarów w próżni	75
	9.2	Wynil	ki pomiarów mostków - powietrze	76
	9.3	Wynil	ki pomiarów mostków - próżnia	77
	9.4	Wynil	ki pomiarów belki - próżnia	79
10	Pod	sumow	zanie	87
Bi	bliog	rafia		89

xiv

Spis rysunków

2.1	Schemat typowego wzmacniacza fazoczułego	8
2.2	Wzmacniacze fazoczułe Katedry Nanometrologii	9
2.3	Analizatory impedancji Katedry Nanometrologii	10
2.4	Schemat układu mostka automatycznego	11
2.5	Uproszczony schemat analizatora impedancji z mostkiem samo-	
	równoważącym	13
2.6	Zdjęcie wibrometru laserowego SIOS SP-S	14
2.7	Zdjęcie SEM Helios NanoLab 600i	16
3.1	Charakterystyka modułu i amplitudy idealnego SHO	20
3.2	Zespolona reprezentacja SHO	21
3.3	Reprezentacja rzeczywistej i urojonej składowej SHO	22
3.4	Amplituda SHO	23
3.5	Przesunięty o stałą wartość SHO	23
3.6	Zespolona reprezentacja SHO z przesłuchem	24
3.7	Mikromostek do osadzania piezorezystorów FEBID	26
3.8	Wyniki elektrycznych pomiarów struktury nieliniowej.	27
4.1	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek	30
4.1 4.2	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin-	30
4.1 4.2	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego	30 31
4.14.24.3	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego	30 31
4.14.24.3	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego	303132
4.14.24.34.4	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego	 30 31 32 33
 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego	 30 31 32 33 34
 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego Zdjęcie zwierciadła na końcu mikrobelki wykonane z wykorzysta- niem skaningowego mikroskopu elektronowego	 30 31 32 33 34
 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek . Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego. Zdjęcie zwierciadła na końcu mikrobelki wykonane z wykorzysta- niem skaningowego mikroskopu elektronowego. Proces wytwarzania mikrobelek magnetoelektrycznych . Symulacja rozkładu domieszki w mikrobelce magnetoelektrycznej Schemat blokowy układu pomiarowego do pomiaru ugięcia mikro- belki i czułości na siłę.	 30 31 32 33 34 35
 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belekZdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego.Zdjęcie zwierciadła na końcu mikrobelki wykonane z wykorzysta- niem skaningowego mikroskopu elektronowego.Proces wytwarzania mikrobelek magnetoelektrycznychSymulacja rozkładu domieszki w mikrobelce magnetoelektrycznejSchemat blokowy układu pomiarowego do pomiaru ugięcia mikro- belki i czułości na siłę.Pomiary gęstości mocy szumu termomechanicznego struktury.	 30 31 32 33 34 35 37
 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 4.8 	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego Zdjęcie zwierciadła na końcu mikrobelki wykonane z wykorzysta- niem skaningowego mikroskopu elektronowego	 30 31 32 33 34 35 37 38
 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 4.8 4.9 	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek . Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego. Zdjęcie zwierciadła na końcu mikrobelki wykonane z wykorzysta- niem skaningowego mikroskopu elektronowego. Proces wytwarzania mikrobelek magnetoelektrycznych . Symulacja rozkładu domieszki w mikrobelce magnetoelektrycznej Schemat blokowy układu pomiarowego do pomiaru ugięcia mikro- belki i czułości na siłę. Pomiary gęstości mocy szumu termomechanicznego struktury. Zestawione wyniki pomiarów zmian rezystancji i wychylenia.	 30 31 32 33 34 35 37 38
 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 4.8 4.9 	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belek Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego	 30 31 32 33 34 35 37 38 38
 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 4.8 4.9 5.1 	Układy do pomiarów piezorezystancyjnych - konfiguracje belekZdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skanin- gowego mikroskopu elektronowego.Zdjęcie zwierciadła na końcu mikrobelki wykonane z wykorzysta- niem skaningowego mikroskopu elektronowego.Proces wytwarzania mikrobelek magnetoelektrycznychSymulacja rozkładu domieszki w mikrobelce magnetoelektrycznej Schemat blokowy układu pomiarowego do pomiaru ugięcia mikro- belki i czułości na siłę.Pomiary gęstości mocy szumu termomechanicznego struktury.Zestawione wyniki pomiarów zmian rezystancji i wychylenia.Wyniki jednoczesnych pomiarów wychylenia struktury i zmian rezystancji.Zdjęcie matrycy mikrobelek wykorzystywanych w eksperymentach	 30 31 32 33 34 35 37 38 38

5.2	Symulacja rozkładu domieszki w mikrobelce do pobudzenia optycz-	
	nego	43
5.3	Odbicie, absorpcja i transmisja - schemat	44
5.4	Wyniki pomiarów szumu termomechanicznego - belka do pobu-	
	dzenia optycznego	46
5.5	Wibrometria laserowa - drgania belki pobudzonej optycznie	48
5.6	Schemat układu pomiarowego zastosowanego podczas eksperymentu	
	przeprowadzonego w komorze mikroskopu elektronowego	49
5.7	Wyniki pomiarów elektrycznych mikrobelek pobudzanych optycz-	
	nie przeprowadzonych w komorze mikroskopu elektronowego przed-	
	stawione na płaszczyźnie zespolonej	50
6.1	Schematyczna reprezentacja struktury pobudzanej magnetoelektrycz-	
	nie	52
6.2	Elektryczny model równoważny dla struktury o aktuacji i odczycie	
	magnetoelektrycznym.	53
7.1	Zdjęcie mikrobelki magnetoelektrycznej wykonane mikroskopem	
	cyfrowym.	58
7.2	Proces wytwarzania mikrobelek magnetoelektrycznych	59
7.3	Drukowany uchwyt pomiarowy do belek magnetoelektrycznych .	60
7.4	Wyniki pomiarów szumu termomechanicznego mikrobelki magne-	
	toelektrycznej	61
7.5	Wyniki pomiarów metodą spektroskopii impedancyjnej i dopaso-	
	wania wykonane w oprogramowaniu ZView	62
8.1	Schematyczna reprezentacja struktury elektrostatycznej	66
8.2	Charakterystyka zależności siły od napięcia dla aktuacji elektrosta-	
	tycznej	67
8.3	Elektryczny model równoważny dla struktury o aktuacji i odczycie	
	elektrostatycznym.	70
9.1	Zdjęcie złotego nanomostka do pomiarów elektrostatycznych	74
9.2	Schemat układu pomiarowego do pomiarów elektrostatycznych w	
	warunkach atmosferycznych	76
9.3	Zdjęcie układu pomiarowego do pomiarów elektrostatycznych w	
	warunkach atmosferycznych	77
9.4	Zdjęcie układu mostek-światłowód	78
9.5	Zdjęcie SEM układu mostek-światłowód z eksperymentu w warun-	
	kach próżniowych	79
9.6	Układ doświadczalny w warunkach próżniowych	80
9.7	Zdjęcie SEM układu belka-światłowód z eksperymentu w warun-	
	kach próżniowych	81

xvi

9.8	Wyniki pomiarów częstotliwości rezonansowej nanomostka - belka	
	do pobudzenia elektrostatycznego	82
9.9	Wyniki pomiarów spektroskopii impedancyjnej nanomostków elek-	
	trostatycznych w warunkach atmosferycznych	83
9.10	Wyniki pomiarów spektroskopii impedancyjnej nanomostków elek-	
	trostatycznych w warunkach prózniowych	84
9.11	Wyniki pomiarów spektroskopii impedancyjnej mikrobelek elek-	
	trostatycznych	84
9.12	Wyniki dopasowania pomiarów mikrobelek elektrostatycznych	85

Spis tablic

4.1	Porównanie parametrów mikrobelek: sztywności <i>k,</i> czułości na siłę		
	FS i czułości ugięciowej DS na podstawie danych literaturowych.	39	
9.1	Zebrane wyniki dopasowania dla belek elektrostatycznych	86	

Akronimy

- MEMS MicroelEctromechanical System
- NEMS NanoElectromechanical System
- IoT Internet of Things
- AFM Atomic Force Microscope
- OBD Optical Beam Deflection
- PCB Printed Circuit Board
- FEBID Focused Electron Beam Induced Deposition
- DSP Digital Signal Processor
- FPGA Field-Programmable Gate Array
- PLL Phase Locked Loop
- FRA Frequency Response Analyzer
- PSD Power Spectral Density
- SHO Simple Hamonic Oscillator
- SEM Scanning Eelectron Microscope
- LIS Lab In SEM
- SPM Scanning Probe Microscopy
- LPCVD Low Pressure Chemical Vapor Deposition
- DRIE Deep Reactive Ion Etching

Dla moich dziadków...

Rozdział 1

Wstęp

Pomiary elektryczne to metody i obliczenia wykorzystywane do pomiaru wielkości elektrycznych, a więc parametrów elektrycznych systemu. Korzystając z czujników i przetworników właściwości fizyczne, takie jak temperatura, ciśnienie czy siła mogą być przekształcane w sygnały elektryczne. Analogicznie istnieje możliwość przetwarzania sygnałów elektrycznych na zjawiska fizyczne. Historia początków pomiarów elektrycznych obfituje w powszechnie znane osobistości ze świata nauki, ale pojawia się w niej również kilka mniej znanych nazwisk.

Przełożenie napięcia na ruch, czy też naprężenie, obserwowane było już w XVIII w. po odkryciu zjawiska elektrycznego pobudzenia narządów żab przez Luigiego Galvaniego [1, 2, 3]. Sprawiło to, że do obserwacji występowania prądu elektrycznego zaczęto wykorzystywać żabi galwanoskop co można by uznać za jedną z pierwszych metod detekcji prądu elektrycznego [4], choć uzyskana w ten sposób informacja była jedynie jakościową. Próba uzasadnienia natury tego zjawiska doprowadziła do naukowego sporu między Alessandro Voltą i Galvanim [5] i w efekcie końcowym doprowadziła do powstania jednego z najbardziej przełomowych wynalazków w historii elektryczności - ogniwa galwanicznego [6].

Detekcja obecności napięcia czy też prądu była jednak jedynie wstępem do dalszego rozwoju technologii pomiarów elektrycznych. Dzięki obserwacjom na temat zachowania kompasu w niewielkiej odległości od przewodów elektrycznych, poczynionym przez Hansa Ørsteda, a następnie pracom konstrukcyjnym Johanna Schweiggera i obliczeniom poczynionym przez André Ampère'a powstał pierwszy, nazwany na cześć Luigiego Galvaniego galwanometr (pierwotnie nazwany "powielaczem") [7]. Można zauważyć, że był to początek ilościowych pomiarów właściwości elektrycznych, choć mierzalna była jedynie wartość prądu.

Możliwość wykonywania pomiarów prądu doprowadziła również do rozpoczęcia badań nad rezystancją i napięciem. Korzystając z ogniw galwanicznych o znanych napięciach i z układów mostkowych możliwe było, po zrównoważeniu mostka, wyznaczenie wartości rezystancji. Najprostszym i najstarszym układem mostkowym jest mostek Wheatstone'a [8]. Był on rozwiniętą wersją wyników prac Samuela Christie [9] o czym wspominał sam Charles Wheatstone [10]. Przypadek Charlesa Wheatstone'a i Samuela Christie nie jest jedynym, w którym to nie wynalazca jest uznawany powszechnie za autora danego rozwiązania (np. typowo żarówkę przypisuje się Thomasowi Edisonowi). Możliwość wykonywania pomiarów prądu, napięcia i rezystancji doprowadziła w końcu do określenia zależności pomiędzy tymi wartościami przez Georga Ohma [11] w postaci prawa Ohma (choć pierwotnie oznaczenia różniły się od współczesnych). Okazuje się jednak, że podobne rozważania powstały już w 1781. Henry Cavendish opracował wiele koncepcji, takich potencjał elektryczny, pojemność elektryczna, oddziaływania elektrostatyczne, czy też wspomniana zależność między napięciem, prądem i rezystancją. Niestety badania te nie zostały przez niego zweryfikowane eksperymentalnie (było to jeszcze przed wynalezieniem galwanometru i mostka Wheatstone'a) ani opublikowane, zostały zebrane, zedytowane i wydane dopiero przez Jamesa Maxwella [12].

Rozwój przyrządów odbywał się równolegle z powstawaniem nowych technik pomiarowych i teorii dotyczących elektryczności i magnetyzmu. Przez pomiar wartości napięcia i prądu w funkcji czasu [13] do opracowania równań Maxwella [14] i praw Kirhoffa dotyczących obwodów elektrycznych [15] oraz wytwarzania napięcia przemiennego przez maszynę elektrodynamiczną [16] skonstruowaną na podstawie badań Michaela Faraday'a. Dzięki wszystkim wymienionym i powstałym w późniejszym okresie pracom, szczególnie opisanym szerzej w rozdziale 2, możliwe jest dzisiaj prowadzenie pomiarów elektrycznych na tak wiele sposobów i analiza ich wyników w odniesieniu do właściwości fizycznych badanych obiektów, a w szczególności w przedstawionej rozprawie - wychylenia struktur mikroelektromechanicznych (ang. microelectromechanical system - MEMS) i nanoelektromechanicznych (ang. nanoelectromechanical system -NEMS).

1.1 Struktury MEMS i NEMS

Uginające się struktury MEMS i NEMS są nowoczesnymi narzędziami technologicznymi wykorzystywanymi do wykrywania niewielkich zmian wielkości fizycznych [17]. Ich zastosowania obejmują żyroskopy [18], wykrywanie dźwięku [19], czujniki przepływu [20] i inne. Ich zastosowanie może być związane z pomiarami statycznymi lub z określeniem ich właściwości rezonansowych. Struktury te znajdują zastosowanie zarówno w przemyśle jak i w pracach badawczych. Miniaturyzacja przyrządów pomiarowych do struktur MEMS i NEMS i zwiększanie w ten sposób precyzji pomiaru potencjalnie może pozwolić na nadążenie za zmieniającymi się definicjami jednostek układu SI [21].

Istnieje wiele zastosowań przemysłowych dla struktur MEMS. Zastosowania

kosmiczne sięgają późnych lat 90 i obejmują żyroskopy i czujniki masy, a wykorzystanie takich urządzeń podczas misji kosmicznych było dużym krokiem w kierunku uprzemysłowienia tej technologii [22, 23]. Obecnie są one wykorzystywane jako zegary czasu rzeczywistego jako alternatywa dla rezonatorów kwarcowych [24], czujniki ciśnienia dla przemysłu petrochemicznego [25], czujniki masy do zastosowań chemicznych/biosensorycznych [26] oraz czujniki odkształcenia do diagnostyki prognostycznej i monitorowania stanu zdrowia [27]. W przyszłości istnieje również możliwość wykorzystania rezonatorów MEMS jako urządzeń do zbierania energii w Internecie Rzeczy (ang. Internet of Things - IoT) [28].

Jednocześnie struktury MEMS i NEMS znajdują zastosowanie w pracach badawczych. W 1986 roku Gerd Binnig wspólnie z Calvinem F. Quate i Christophem Gerberem zaprezentowali pierwszy mikroskop sił atomowych (ang. atomic force microscope - AFM) [29]. W urządzeniu tym zastosowano mikrobelkę z ostrzem do pomiaru siły oddziaływania między jego końcem a próbką. Technika ta zapoczątkowała znaczący postęp w badaniach powierzchni i rozwoju mikrobelek dedykowanych do pomiarów małych sił.

Wynalezienie AFM otworzyło zupełnie nowy obszar dla badań nad konstrukcją mikrobelek [30], ponieważ wykorzystanie ich jako urządzeń pomiarowych stało się bardziej powszechne. Co więcej, pojawiły się również zastosowania inne niż skanowanie twardych powierzchni [31]. Na przykład możliwe stało się badanie próbek DNA [32], obrazowanie podpowierzchniowe [32], obrazowanie termiczne [33], pomiary cieczy [34] oraz badanie żywych próbek biologicznych [35].

Pierwszą metodą wykrywania ugięcia mikrobelki w AFM było użycie ostrza skaningowego mikroskopu tunelowego (STM). Wkrótce po wynalezieniu tej metody pojawiły się inne sposoby, takie jak detekcja optyczna (ang. optical beam deflection - OBD) [36], detekcja pojemnościowa [37] czy też odczyt piezorezystancyjny [38]. Każda z tych metod ma swoje zalety i wady.

Dla przykładu nawet przy tak szybkim rozwoju techniki AFM, wykonywanie pomiarów na miękkich, na biologicznych lub polimerowych próbkach wciąż stanowi wyzwanie. W takim przypadku konieczne jest użycie bardzo miękkich mikrobelek, aby uniknąć deformacji lub nawet zniszczenia próbki [35]. Typowe belki piezorezystancyjne wykazują stosunkowo dużą sztywność, która jest niezbędna do skupienia naprężeń w obszarze, w którym znajduje się piezorezystor. Z drugiej strony zastosowanie techniki OBD może być trudne ze względu na złożoność i rozmiar układu optycznego.

W przypadku rezonatorów jednymi z najpopularniejszych metod wzbudzania drgań to wykorzystanie odwrotnego efektu piezoelektrycznego [39], wzbudzanie elektrotermiczne [40] i wzbudzanie magnetoelektryczne [41]. Ruch drgających struktur MEMS i NEMS wykrywany może być następnie za pomocą pomiarów z wykorzystaniem efektu piezorezystywnego [40, 41, 42] (zazwyczaj w układzie mostka Wheatstone'a [43]), metod optycznych [44], wibrometrii elektronowej [45, 46, 47, 48, 49] lub odczytu efektu piezoelektrycznego [50, 51, 52].

1.2 Zalety dwóch przewodów

Niektóre połączenia elektrycznego pobudzania i odczytu pozwalają na użycie tylko jednej pary połączeń elektrycznych ze strukturą. Najbardziej powszechnym przykładem takiej konfiguracji są rezonatory piezoelektryczne, w których odwrotny efekt piezoelektryczny jest wykorzystywany do wzbudzania, a efekt piezoelektryczny umożliwia wykrywanie odkształcenia [39]. W podobny sposób można jednak wykonywać pomiary z wykorzystaniem pobudzenia elektrostatycznego [53] czy też magnetoelektrycznego [41, 54, 55].

Takie rozwiązanie przede wszystkim pozwala na znaczne uproszczenie konstrukcji systemu w porównaniu do metod wykorzystujących optyczną detekcje ugięcia czy też wibrometrię elektronową [45]. Istnieją także inne sposoby detekcji ugięcia, jak na przykład wspomniane wcześniej zastosowanie ostrza mikroskopu tunelowego, jednak są wykorzystywane relatywnie rzadko, stąd pomijane są w porównaniu. Jeżeli wychylająca się struktura MEMS lub NEMS dołączona jest jedynie dwoma przewodami i za ich pomocą realizowane jest zarówno pobudzenie jak i odczyt to system może być również tańszy w zastosowaniu. Brak konieczności integracji głowicy optycznej czy też korzystania z mikroskopu elektronowego może prowadzić do ogólnego obniżenia kosztów systemu.

Względnie, prostsza konstrukcja całego układu pomiarowego pozwala również na zintegrowanie wszystkich elementów czujnikowych bezpośrednio ze strukturą MEMS lub NEMS. Pozwala to na miniaturyzację systemu w porównaniu do wykorzystania głowicy optycznej. W rozważaniach brana jest w tym przypadku sama struktura czujnika w postaci struktury MEMS lub NEMS, jednak wykorzystywana elektronika pomiarowa może zostać również zaprojektowana w taki sposób, żeby ograniczyć rozmiar całego systemu i zwiększyć możliwość jego wykorzystania w sposób przenośny [56, 57]. Istnieje również potencjalna możliwość zintegrowania systemu pomiarowego ze strukturą MEMS lub NEMS na niewielkiej płytce drukowanej (ang. printed circuit board - PCB) lub w formie chipu.

Dodatkowo, wytwarzanie struktur NEMS na przykład techniką osadzania skupioną wiązką elektronów (ang. focused electron beam induced deposition - FE-BID) pozwala na wytwarzanie struktur o wymiarach rzędu 10 nm [58, 59], co wymusza stosowanie elektrycznych technik pomiarowych, gdyż struktury tej wielkości są za małe dla technik optycznych. Możliwe jest w tym przypadku zastosowanie wibrometrii elektronowej, ale jest to technika nieprzenośna i do zastosowań typowo laboratoryjnych.

Z wymienionych powyżej powodów stosowanie elektrycznych technik pomiarowych wykazuje największy potencjał do użycia struktur MEMS i NEMS w sposób uniwersalny. W poniższej pracy wykorzystano wibrometrię laserową jak i elektronową jako techniki pomocnicze, jednakże jej najważniejszą częścią były rozwijane techniki elektryczne.

1.3 Cele pracy

Przeprowadzanie pomiarów wychyleń struktur MEMS i NEMS metodami elektrycznymi wymaga odpowiedniego przygotowania, obejmującego szereg zagadnień, których realizacja stanowi cele niniejszej pracy.

Po pierwsze należy określić zależność odpowiedzi elektrycznej struktury od jej ruchu. Pomocne w tym będzie połączenie modelu rezonatora harmonicznego z wiedzą o właściwościach fizycznych badanego obiektu oraz zjawiskach łączących zachowania mechaniczne z wynikami pomiaru elektrycznego.

Opracowane w ten sposób modele fizyczne należy poddać weryfikacji eksperymentalnej. Kolejnym zatem celem jest skonstruowanie stanowisk pomiarowych do badań struktur MEMS i NEMS oraz przygotowanie oprogramowania niezbędnego do kontroli przebiegu pomiaru oraz akwizycji danych powstających w jego trakcie.

Trzecim celem jest opracowanie technik analizy danych pomiarowych. Większość z przeprowadzanych eksperymentów wykorzystywała pomiar fazoczuły stąd skupiano się na analizie zespolonej informacji o obserwowanych rezonansach mechanicznych struktur MEMS i NEMS.

Efektem końcowym realizacji powyższych celów jest zestaw narzędzi analitycznych pozwalających na prowadzenie badań wychyleń struktur MEMS oraz NEMS dających elektryczną odpowiedź na wychylenie.

Rozdział 2

Techniki pomiarowe

W toku powstawania rozprawy zastosowano szereg technik pomiarowych w tym, przede wszystkim, detekcję fazoczułą oraz spektroskopię impedancyjną. Metody te są do siebie w pewnym stopniu zbliżone i pozwalają na uzyskanie informacji o amplitudzie i fazie odpowiedzi mierzonej struktury. Aby zweryfikować poprawność zastosowanych metod elektrycznych posłużono się również pomocniczo wibrometrią laserową oraz wibrometrią elektronową.

2.1 Wzmacniacz fazoczuły

Wzmacniacz fazoczuły (ang. lock-in amplifier) jest wynalazkiem przypisywanym często Robertowi Dicke'owi [60], jednakże w wywiadzie udzielonym Martinowi Harwitowi w 1985 r. przyznał on, że zainspirował się publikacją Waltera Michelsa (prawdopodobnie [61]). Jak widać historia rozwoju elektroniki obfituje w przypadki pomijania oryginalnych autorów danych pomysłów. Jego zastosowanie obejmuje przede wszystkim pomiar bardzo małych sygnałów, których wartości mogą być mniejsze niż wartość szumu 1/f.

Zasada działania wzmacniacza fazoczułego opiera się na fakcie, że wynikiem zmieszania dwóch sygnałów o niejednakowych częstotliwościach, a następnie scałkowania ich przez czas dłuższy niż ich okres jest zero. W typowym rozwiązaniu sygnał wejściowy mieszany jest z sygnałem referencyjnym i równolegle z tym samym sygnałem przesuniętym w fazie o $\frac{\pi}{2}$, wygenerowanym przez wzmacniacz fazoczuły, a następnie są one całkowane 2.1. Wynikiem takiej operacji jest uzyskanie pomiaru dwóch sygnałów, dokładnie na częstotliwości generatora, będących składową rzeczywistą i urojoną odpowiedzi. Następnie możliwe jest przeliczenie tych wartości na moduł amplitudy i fazę odpowiedzi wykorzystując zależności:

$$R = \sqrt{X^2 + Y^2} \tag{2.1}$$

$$\varphi = \arctan\frac{Y}{X} \tag{2.2}$$

Gdzie *R* to moduł amplitudy zmierzonego sygnału, *X* to składowa stała zmierzonego sygnału, *X* to składowa urojona zmierzonego sygnału, a φ to przesunięcie fazowe odpowiedzi.

W przypadku współczesnych wzmacniaczy fazoczułych duża część analizy danych odbywa się cyfrowo z wykorzystaniem procesorów sygnałowych (ang. digital signal processor - DSP) lub bezpośrednio programowalnych macierzy bramek (ang. field-programmable gate array - FPGA). Cechą charakterystyczną, wyróżniającą tę metodę pomiaru fazoczułego jest zastosowanie pętli synchronizacji fazy (ang. Phase Locked Loop - PLL) [62]. Dodatkowo często możliwe jest wykorzystanie wbudowanego generatora do pobudzenia badanej próbki lub zastosowanie zewnętrznego źródła sygnału jako odniesienia, aby uzyskać idealną synchronizację częstotliwości pobudzenia i referencyjnej.



RYSUNEK 2.1: Schematyczna konstrukcja typowego wzmacniacza fazoczułego składającego się z wejścia sygnałowego, generatora sygnału referencyjnego, dwóch mieszaczy częstotliwości i układów całkujących.

W pomiarach przedstawionych w rozprawie stosowano dwa wzmacniacze fazoczułe: Stanford SR530 oraz Signal Recovery 7280 DSP 2.2. Wykorzystanie ich pozwala na prowadzenie pomiarów w zakresie od 0,5 Hz do 100 kHz i maksymalnie 10 VAC w przypadku Stanford SR530 i w zakresie od 0,5 Hz do 2 MHz i maksymalnie 1 V w przypadku Signal Recovery 7280 DSP. Dodatkowo oba wzmacniacze posiadają złącza GPIB, które można wykorzystać do sterowania nimi za pomocą komputera i pobierania danych pomiarowych.

Dołączenie elektryczne do wzmacniacza fazoczułego wymaga zazwyczaj jedynie podłączenia jednego lub dwóch przewodów. Dodatkowo technika ta jest prawie całkowicie odporna na potencjalne problemy w postaci szumu. Wyników pomiarów uwzględniają zarówno amplitudę jak i fazę sygnału co umożliwia ich dalszą analizę np. stosując transformatę Fouriera. Sprawia to, że jest to bardzo dobra technika do zastosowania w pomiarach wychyleń struktur MEMS i NEMS.



RYSUNEK 2.2: Wykorzystsywane wzmacniacze fazoczułe: a) Stanford SR530 posiadający węższe pasmo pomiarowe, ale pozwalający na pomiar większych wartości napięcia oraz b) Signal Recovery 7280 DSP posiadający pasmo sięgające aż 2 MHz, ale ograniczenie wielkości sygnału wejściowego na poziomie 1 V.

2.2 Spektroskopia impedancyjna

Koncepcja impedancji elektrycznej została zapoczątkowana przez Oliviera Heaviside'a w 1880 roku [63], a następnie była rozwijana do reprezentacji zespolonej i wektorowej przez Arthura Kennelly'ego oraz Charlesa Steinmetza [64]. Ponieważ impedancja jest pojęciem ogólniejszym od rezystancji i uwzględnia po prostu możliwość zmiany fazy jest traktowana jako jeden z najbardziej podstawowych konceptów w pomiarach elektrycznych, a sama technika spektroskopii impedancyjnej jest tylko ich specyficzną gałęzią.

Przyjmując, że badany system jest niezmienny w czasie i wiedząc, że impedancja jest wartością zależną od częstotliwości, a nie napięcia obecnie pomiary wykonuje się w funkcji częstotliwości w sposób fazoczuły i zautomatyzowany [64] np. korzystając z analizatorów impedancji 2.3. Uzyskane w ten sposób wyniki opisywały będą cały system wartościami zespolonymi z uwzględnieniem



wpływu połączeń elektrycznych.

RYSUNEK 2.3: Analizatory impedancji o różnych sposobach przeprowadzania pomiaru: a) Agilent 4294A oraz b) Solartron SI 1260

Skorzystanie ze spektroskopii impedancyjnej pozwala przede wszystkim na dołączenie się do struktury dwoma przewodami, które będą jednocześnie służyły zarówno do wzbudzania drgań struktury jak i do odczytu zmian jej parametrów fizycznych, bez konieczności stosowania innych, bardziej skomplikowanych metod odczytu, takich jak na przykład wibrometria laserowa.

Właściwości rezonansowe można następnie określić, mierząc widmo impedancji elektrycznej takiego rezonatora, które można analizować za pomocą obwodu równoważnego Butterwortha-Van Dyke'a, którego parametry elektryczne można powiązać z właściwościami mechanicznymi rezonatora [65] co pozwala na analizę więcej niż jednego parametru. Wyznaczenie tych wartości odbywać się będzie w tym przypadku przez dopasowanie zmierzonej odpowiedzi elektrycznej (widma impedancji) za pomocą specjalistycznego oprogramowania. W toku powstawania rozprawy stosowano oprogramowanie OriginPro oraz ZView.

Pomiar impedancji jest możliwy do zrealizowania na wiele różnych sposobów, na przykład bezpośredni pomiar z wykorzystaniem dwukanałowego oscyloskopu, ale najwygodniejsze w użyciu są wspomniane już metody automatyczne. Na przykład zaprezentowane na rysunku 2.3 Agilenta 4294A oraz Solartrona SI 1260 korzystają z dwóch różnych metod.

Agilent 4294A działa na zasadzie mostka automatycznego 2.4, w którym do badanej struktury przykładane jest niewielkie napięcie przemienne U_p . Jednocześnie po przeciwnej stronie mostka sterownik zmienia nastawy drugiego generatora, podłączonego do obciążenia wzorcowego, w taki sposób, żeby detektor umieszczony w połowie mostka wskazał zero co oznacza, że mostek został zrównoważony. Następnie wartość impedancji badanego obiektu obliczona będzie na podstawie wartości rezystancji wzorcowej oraz napięć na generatorach co przedstawia równanie 2.3.

$$Z_{badane} = \frac{U_g}{U_p} R \cdot e^{j(\pi - \varphi)}$$
(2.3)



RYSUNEK 2.4: Schemat układu mostka automatycznego. Na rysunku zaznaczono U_p - napięcie pobudzające, U_g - napięcie generatora równoważące, detektor zera oraz sterownik do ustalania nastawy generatora równoważącego.

Solartron SI 1260 wykorzystuje dwa układy: mostek samorównoważący oraz analizator odpowiedzi częstotliwościowej (ang. frequency response analyzer -FRA) 2.5. W mostku samorównoważącym wzmacniacz operacyjny spowoduje wymuszenie potencjału masy pomiędzy badanym obiektem i wzorcem (jego drugie wejście dołączone jest do masy). Powstanie w ten sposób pozornej masy i fakt, że przez badany obiekt i wzorzec będzie płynął ten sam prąd wiadomo, że napięcie V_r będzie równe iloczynowi prądu i rezystancji wzorca. Dzięki temu możliwe jest wyznaczenie wartości prądu płynącego przez badany obiekt, dodatkowo mierząc napięcie V_x możliwe jest zatem wyznaczenie impedancji Z_x . Jeżeli jednocześnie zastosowany zostanie FRA i odpowiedź pobudzonej napięciem sinusoidalnym próbki zostanie zmieszana osobno z napięciem referencyjnym oraz napięciem referencyjnym przesuniętym w fazie o $\frac{\pi}{2}$ to po scałkowaniu obu zmieszanych sygnałów w czasie otrzymana zostanie część rzeczywista H' i urojona H'' jej impedancji.

Wykorzystanie mostka samorównoważącego ma tę przewagę nad mostkiem automatycznym, że napięcie przykładane do próbki jest kontrolowane w każdym momencie pomiaru.

2.3 Wibrometria laserowa i szum termomechaniczny

W przeprowadzonych badaniach wykorzystano wibrometr laserowy SIOS SP-S 120 firmy Messtechnik GmBH (rys. 2.6) do pomocniczego określania częstotliwości rezonansowej oraz wartości współczynnika dobroci badanych struktur. SIOS SP-S 120 jest w interferometrem Michaelsona używającym lasera helowoneonowego o długości fali $\lambda = 632, 8nm$, sprzężonym z procesorem sygnałowym. Takie połączenie pozwala na wykonywanie pomiarów techniką wibrometrii laserowej, przez analizę wzorów interferencyjnych uzyskanych po odbiciu promienia od powierzchni mierzonej struktury w sposób cyfrowy korzystając z przekształconych równań Maxwella. Odpowiedź wibrometru podawana jest następnie w postaci dwóch ortogonalnych sygnałów sinusoidalnych [66, 67] które mierzone są z wykorzystaniem karty pomiarowej NI-DAQ PCI-6115 i przetwarzana w oprogramowaniu napisanym w języku LabVIEW.

Podstawowym trybem pracy wibrometru jest analiza wychylenia struktury pobudzonej do drgań sygnałem elektrycznym z wykorzystaniem generatora funkcyjnego. W tym przypadku pomiar wykonywany jest punkt po punkcie przy zmiennej częstotliwości pobudzenia, a synchronizacja wszystkich przyrządów odbywa się przez terminale na karcie pomiarowej. Wyniki pomiarów prezentowane są w formie modułu amplitudy oraz fazy, co pozwala na zespoloną analizę drgań mierzonych struktur. Oprogramowanie umożliwia również przygotowanie scenariuszy pomiarowych, które w kolejnych krokach wykonywać mogą pomiary o zupełnie rożnych parametrach. Jest to funkcja, która pozwala na pewną automatyzacje serii pomiarowych w ramach pojedynczej próbki. Ponieważ w Katedrze Nanometrologii wykorzystywanych wiele różnego rodzaju struktur MEMS i NEMS możliwość przeprowadzania automatycznej ich analizy jest ogromną oszczędnością czasu.

Drugą najważniejszą funkcjonalnością wibrometru SIOS jest możliwość wykonywania pomiarów gęstości widmowej mocy szumu termomechanicznego (ang. power spectral density - PSD). Korzystając z drgań badanych struktur wywołanych przez ruchy Browna możliwa jest obserwacja drgań w całym spektrum częstotliwości.


RYSUNEK 2.5: Uproszczony schemat analizatora impedancji Solartron SI 1260. Składa się on z mostka samorównoważącego (w górnej części rysunku) oraz FRA (w dolnej części rysunku).



RYSUNEK 2.6: Wibrometr laserowy SIOS SP-S stolikiem liniowym XY o mikrometrowym przesuwie używany do wyznaczania częstotliwości rezonansowych struktur MEMS i NEMS. Wibrometr jest zamontowany na ruchomej kolumnie z możliwością ruchu w płaszczyźnie Z i ruchu kątowego, co zapewnia prostopadłe pozycjonowanie względem próbki.

Zgodnie z pracą Huttera i Bechhoefera [68] prosty oscylator harmoniczny, taki jak mikrobelka, o ile tylko układ pozostaje w równowadze z otoczeniem, to drga on w odpowiedzi na szum termiczny. Korzystając z zasady ekwipartycji energii można obliczyć sztywność oscylatora na podstawie widma mocy szumu termomechanicznego. Widmowa gęstość mocy szumu termomechanicznego $S_t(f)$ prostego oscylatora harmonicznego (ang. simple hamonic oscillator - SHO) jest dana wzorem:

$$S_t(f) = \frac{A}{\left(f_0^2 - f^2\right)^2 + \left(\frac{ff_0}{Q}\right)^2}$$
(2.4)

gdzie *A* jest parametrem dopasowania uzyskanym z analizy PSD, *f* jest częstotliwością, f_0 jest częstotliwością rezonansową mikrobelki. Z twierdzenia fluktuacyjno– dyssypacyjnego Nyquista można stwierdzić, że widmowa gęstość mocy szumu termomechanicznego jest dana przez równanie:

$$S_t(f) = \frac{2k_B T f_0^3}{\pi k Q} \frac{1}{\left(f_0^2 - f^2\right)^2 + \left(\frac{f f_0}{Q}\right)^2}$$
(2.5)

Gdzie k_B – stała Boltzmanna, T – temperature, k – sztywność, Q – współczynnik dobroci. Łącząc uzyskany parametr dopasowania z powyższym równaniem możliwe jest otrzymanie sztywności mikrobelki korzystając ze wzoru [69]:

$$k = \frac{2k_B T f_0^3}{\pi A Q} \tag{2.6}$$

Korzystając z wibrometrii laserowej i pomiarów gęstości widmowej mocy szumu możliwe jest zatem określenie częstotliwości rezonansowej, ale także stałej sprężystości, a sama metoda jest przy tym bezkontaktowa, a więc bezpieczna dla próbki. Dodatkowo pomiary gęstości widmowej mocy szumu termomechanicznego są zdecydowanie szybsze niż badanie struktury metodami elektrycznymi w paśmie tej samej wielkości. Z tego powodu metoda jest powszechnie stosowana w Katedrze Nanometrologii do wstępnej analizy drgań struktur MEMS i NEMS. Niestety, jak wspomniano wymaga ona użycia stosunkowo dużej głowicy pomiarowej co sprawia, że jej elastyczność jest ograniczona.

2.4 Wibrometria elektronowa

Wibrometria elektronowa [45, 46, 47, 48, 49] jest metodą, którą można z powodzeniem wykorzystywać do detekcji wychyleń. Wymaga ona niestety bardzo skomplikowanego oprzyrządowania w postaci skaningowego mikroskopu elektronowego (ang. scanning electron microscope - SEM) 2.7. Ze względu na metodę odczytu amplitudy wychylenia, a więc przez analizę obrazu o wychyleniach można wnioskować głównie w sposób jakościowy. Określenie ilościowe może być utrudnione lub wręcz niemożliwe, w zależności od szybkości skanowania wiązki i częstotliwości rezonansowej badanej struktury. Dodatkowo w takim przypadku montaż próbki musiałby być zrealizowany w taki sposób, aby dobrze znany był kąt między krawędzią struktury, a kolumną elektronową.

W zależności od stosowanego mikroskopu i możliwości modyfikacji oprogramowania możliwa jest albo jedynie ocena wizualna (i potencjalnie analiza wychyleń na podstawie ręcznego umieszczania wskaźników pomiarowych na obrazie), albo stosować można systemy do zautomatyzowanej analizy obrazu (na przykład program "Tracker" do analizy obrazu i nagrań wideo, który jest dostępny w ramach licencji GNU)[48].



RYSUNEK 2.7: Skaningowy mikroskop elektronowy Helios Nano-Lab 600i wykorzystywany do przeprowadzania badań z wykorzystaniem wibrometrii elektronowej. System wyposażony jest również w kolumnę jonową oraz system wstrzykiwania gazu i metaloorganiczny prekursor do osadzania nanostruktur jak na przykład piezorezystory na obustronnie zamocowanych mikrobelkach (przedstawionych na rysunku 3.7). Wszystkie wymienione komplikacje związane ze stosowaniem wibrometrii laserowej powodują, że nie jest to metoda tak popularna jak wibrometria laserowa. Została ona zastosowana w eksperymentach opisanych w rozdziale 5 do jakościowej oceny wychylenia mikrobelki, której wychylenie zaobserwować można na zarejestrowanym obrazie z SEM przedstawionym na rysunku 5.5. Wykorzystanie komory i mikroskopu w ten sposób jest częścią wdrażania idei "Laboratorium w skaningowym mikroskopie elektronowym"(ang. lab in SEM - LIS), która była wcześniej (niezależnie) proponowane w literaturze, ale nie została zastosowana w praktyce [70].

Rozdział 3

SHO

3.1 Prosty oscylator harmoniczny

Wszystko wibruje - nie istnieje w literaturze potwierdzenie, że te słowa wypowiedział Albert Einstein, ale nie można zanegować prawdziwości tego stwierdzenia. Zgodnie z trzecią zasadą termodynamiki nie jest możliwe uzyskanie temperatury zera bezwzględnego, a tylko wtedy można by doprowadzić do zaniku wszelkich wibracji. W przypadku systemów w skali nano- i mikro- (ale też innych) drgania występujące w sposób okresowy pod wpływem wytrącenia ich przez zewnętrzne pobudzenie ze stanu równowagi mechanicznej, elektrycznej lub termicznej określa się mianem oscylacji [71]. Przykładem idealnym takiego zjawiska jest SHO, przy czym zakłada się w jego przypadku drgania swobodne, a więc trwające w nieskończoność po jednorazowym pobudzeniu. Jest to oczywiście przypadek teoretyczny i w rzeczywistości będzie w takim układzie występowało tłumienie ograniczające czas trwania (ale też amplitudę) drgań. Taka metoda prowadzenia pomiarów jest wykorzystywana w metodzie ringdown[72, 73, 74]. Jeżeli drgania wymuszone są przez zewnętrzne, okresowe źródło, to mówi się o drganiach wymuszonych, a system nazywany jest rezonatorem. W przypadku drgających struktur MEMS i NEMS najczęściej będzie mowa o drganiach wymuszanych i tłumionych, a więc o połączeniu dwóch poprzednich przypadków - w takiej sytuacji system traci energie na skutek tłumienia ale jest ona jednocześnie stale dostarczana przez zewnętrzną siłę.

Jeżeli wzbudzaną do drgań strukturę NEMS lub MEMS potraktuje się jak oscylator harmoniczny o amplitudzie drgań \hat{x} wynikającej z amplitudy przyłożonej siły \hat{F} , masie m, naturalnym okresie rezonansowym oscylacji struktury ω_0 , okresie zmian siły pobudzającej ω , współczynniku tłumienia γ , fazie wychylenia w odniesieniu do fazy pobudzenia φ_x i wychyleniu chwilowym x(t) w danym momencie czasu t to jej zachowanie opisać można równaniami 3.1, 3.2 i 3.3. Charakterystykę idealnego SHO przedstawiono na rysunku 3.1.

$$\hat{x} = \frac{\hat{F}}{m} \frac{1}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\omega\gamma)^2}}$$
(3.1)

$$\varphi_x = \tan^{-1} \left(\frac{\omega \gamma}{\omega_0^2 - \omega^2} \right) \tag{3.2}$$

$$x(t) = \hat{x}sin(\omega t - \varphi_x) \tag{3.3}$$



RYSUNEK 3.1: Idealny przypadek SHO.

3.1.1 Zespolona postać SHO

Ponieważ odpowiedź SHO będzie kombinacją amplitudy oraz fazy można ją również przedstawić korzystając z równania na zespoloną wartość amplitudy 3.4

$$A^* = \frac{1}{\omega_0 - \omega - j\omega\gamma} \tag{3.4}$$

gdzie *A** - zespolona wartość amplitudy.

Charakterystykę idealnego SHO z uwzględnieniem zmiany części rzeczywistej i urojonej w funkcji częstotliwości przedstawiono na rysunku 3.2. W zależności od rodzaju mierzonej odpowiedzi będzie również widoczne przesunięcie fazowe odpowiedzi względem pobudzenia co przejawiało się będzie obrotem charakterystyki względem początku układu współrzędnych na płaszczyźnie zespolonej 3.3. Dla przykładu pomiar wykonany przy pobudzeniu z wykorzystaniem siły Lorentza i odczycie powstałej jednocześnie siły elektromotorycznej skutkował będzie przesunięciem równym $-\frac{\pi}{2}$.



RYSUNEK 3.2: Zespolona reprezentacja SHO w funkcji częstotliwości.

W idealnym przypadku, bez dodatkowych stałych i zmiennych przesunięć wykonanie pomiaru wartości rzeczywistej i zespolonej amplitudy i wyznaczenie jej modułu powinno zatem skutkować uzyskaniem krzywej rezonansowej jednakowej z tą uzyskaną za pomocą równania 3.1. Sytuację taką przedstawiono na rysunku 3.4.

Jeżeli sygnał będzie przesunięty z jakiegokolwiek powodu o stałą wartość (rzeczywistą, urojoną lub ich kombinację) przez cały czas trwania pomiaru to początkową wartością dla krzywej rezonansowej na płaszczyźnie zespolonej nie będzie środek układu współrzędnych. Skutkuje to uzyskaniem przesunięcia podstawy modułu amplitudy względem zera, ale przede wszystkim zmiana fazy nie będzie odbywała się w zakresie od 0 do 180 stopni jak w przypadku idealnym co można zaobserwować na rysunku 3.5. W tym przypadku, pomimo zachowania kształtu modułu amplitudy podobnego do sytuacji idealnej zmiana fazy będzie odbywała się w zakresie od α 1 przez α 2 i α 3, a więc w zakresie od 30 do 48 stopni.

Korzystając z faktu, że krzywa reprezentująca SHO będzie na płaszczyźnie zespolonej przedstawiona za pomocą okręgu i znając jego potencjalne, stałe przesunięcie istnieje zatem możliwość prowadzenie pomiarów na dwa sposoby: uzależniając kolejne kroki pomiarowe od liniowej zmiany częstotliwości pobudzenia



RYSUNEK 3.3: Reprezentacja rzeczywistej i urojonej składowej idealnego SHO na płaszczyźnie zespolonej.

lub obliczając wartości częstotliwości, dla których to zmiana fazy będzie się odbywała liniowo. Stosowanie pierwszej metody jest powszechne i wiąże się z wystąpieniem komplikacji w postaci zagęszczenia punktów pomiarowych przed i za krzywą rezonansową. Problem ten jest widoczny zdecydowanie bardziej przy pomiarach struktur o bardzo wysokiej dobroci *Q*, co można próbować niwelować stosując mniejszy krok pomiarowy, ale wiąże się to z wydłużeniem czasu pomiaru. Dodatkowo, w przypadku ekstremalnie wysokich dobroci istnieje ryzyko niemożliwości dalszego zmniejszania kroku pomiarowego (co jest uzależnione od używanego urządzenia). Druga metoda pozwala na uzyskanie równomiernego rozmieszczenia punktów na krzywej rezonansowej, co skutkuje relatywnie większą liczbą punktów pomiarowych, które można wykorzystać do dopasowania wyników i ich analizy, ale wiąże się z nierównomierną zmianą częstotliwości pracy urządzenia pomiarowego. Równomierny rozkład punktów pomiarowych był eksperymentalnie wykorzystywany w przypadku piezorezystywnych belek pobudzanych do drgań ciśnieniem promieniowania opisanych w rozdziale 5.



RYSUNEK 3.4: Amplituda w idealnym SHO.



RYSUNEK 3.5: Reprezentacja wpływu przesunięcia SHO o stałą wartość w funkcji czestotliwości oraz na płaszczyźnie zespolonej.

3.1.2 Przesłuch w pomiarach elektrycznych

Podczas pomiarów z wykorzystaniem pobudzenia elektrycznego możliwe jest wystąpienie zjawiska przesłuchu. Przykładem takiej sytuacji może być zastosowanie aktuatora piezoelektrycznego, który w idealnym przypadku oddziaływałby z badaną strukturą jedynie mechanicznie, ale nie zawsze tak się dzieje nawet w przypadku zastosowania ekranowania. Jeżeli pomiar elektryczny, na przykład odpowiedzi piezorezystancyjnej, będzie wykonywany na częstotliwości zgodnej z częstotliwością pobudzenia w wynikach pomiarów często już po samej amplitudzie sygnału zaobserwować można, że odpowiedź odbiega kształtem od idealnego SHO 3.6b.

W tym przypadku amplituda A^* odpowiedzi SHO w funkcji pobudzenia stanowi sumę czystej odpowiedzi z SHO $A_{SHO}(f)$ oraz przesłuchów B(f) zależnych od częstotliwości [75] i jest dana przez:

$$A(f) = A_{SHO}(f) + B(f) = A_{max} \frac{f_0^2}{Q^2} \sqrt{Q^2 - \frac{3}{16}} \frac{1}{f_0^2 - f^2 - j\frac{ff_0}{Q}} + B(f)$$
(3.5)

gdzie: A(f) jest zespoloną wielkością opisującą zarówno wartość amplitudy jak i fazy, A_{max} jest maksymalną amplitudą, a B(f) jest funkcją opisującą występujący w układzie niepożądany przesłuch. Wzorcowy przykład takiej sytuacji przedstawiono na rysunku 3.6a.



RYSUNEK 3.6: Zespolona reprezentacja SHO z występującym przesłuchem w funkcji częstotliwości (a) oraz wpływ przesłuchu na kształt modułu amplitudy (b).

W takim przypadku prosty pomiar modułu amplitudy byłby silnie zniekształcony. Tego typu przesłuchy w pomiarach skutkują uzyskaniem wyników, które odbiegają kształtem od idealnego SHO (jak na rysunku 3.6b) i mogą być mylące podczas analizy.

Jak podaje Niedermayer [75] przesłuch ten może być przedstawiony jako konduktancja i susceptancja, przy czym obie są składnikami funkcji pierwszego rzędu w danej częstotliwości. W celu skompensowania przesłuchu przyjmuje się założenie, że będzie się on B(f) zmieniał się liniowo pomiędzy punktami B_{start} i B_{end} , za które przyjmuje się odpowiednio pierwszy i ostatni punkt pomiaru. Metoda ta została wykorzystana w przypadku pomiarów piezorezystywnych belek opisanych w rozdziale 4.

3.1.3 Drgania nieliniowe

Drgania rezonansowe podzielić można na dwa rodzaje: liniowe i nieliniowe. Drgania liniowe to takie, w których działające siły bezwładności, tłumienia i sprężystości są proporcjonalne do, odpowiednio, przyspieszenia, prędkości i przemieszczenia gdy struktura jest wychylana ze stanu równowagi [76]. W innym przypadku drgania będą określane jako nieliniowe. Istnieje również możliwość, że pomimo wystąpienia drgań rezonansowych siła pobudzająca nie będzie zbiegała się z częstotliwością rezonansową - w takim przypadku również będzie mowa o drganiach nieliniowych [77]. Podobnie, jeżeli rezonator będzie posiadał bardziej skomplikowaną charakterystykę odpowiedzi niż SHO i przy danej częstotliwości będzie posiadał więcej niż jedno rozwiązanie prowadzące do wzmocnienia rezonansowego drgań obserwowana będzie nieliniowość, którą opisać można równaniem Duffinga [78, 79, 80]. Drgania nieliniowe opisany zostały również przez Balthasara van der Pola [81] ale skupiał się on na oscylacjach niewymuszonych. Oba poprzednie przypadki są specyficznymi przykładami bifurkacji Hopfa [82]. Innymi powodami uzyskania wyników nieliniowych mogą być na przykład luźne zamocowanie rezonatora, co pozwoliłoby mu na przemieszczanie się w uchwycie lub stosowanie zbyt dużej amplitudy pobudzenia (i tym samym przekroczenie granicznych wartości dla których działające siły są proporcjonalne do wychylenia, co opisano na początku sekcji).

W przypadku wystąpienia drgań nieliniowych zmierzona krzywa (niezależnie od tego czy będzie to moduł amplitudy sygnału elektrycznego czy) będzie zniekształcona i może zachowywać się w różny sposób w zależności od powodu wystąpienia nieliniowości. Jeżeli wartość szczytowa amplitudy będzie przesunięta względem częstotliwości środkowej w stronę wyższych częstotliwości będziemy mówić o systemie usztywniającym się, a w odwrotnym przypadku o zmiękczającym się. Przykładem systemu sztywniejącego może być zwierciadło MEMS pobudzane elektrostatycznie za pomocą struktur grzebieniowych [83]. Okazuje się jednak, że w tym przypadku istnieje możliwość kompensacji zmiany sztywności stosując stałe napięcie przyłożone do struktury grzebieniowej [84], ale należy brać pod uwagę, że jest to przykład struktur, które posiadają dwa niezależne elementy wpływające na ich nieliniowość i nie zawsze problem nieliniowości można rozwiązać w prosty sposób. W trakcie powstawania rozprawy nieliniowość mierzonych drgań w większości przypadków wynikała z pobudzania zbyt dużą siłą. Interesującym przykładem struktur wykazujących silną nieliniowość wynikającą z ich silnego naprężenia mogą być obustronnie zamocowane belki, których ugięcie miało być mierzone przez pomiar efektu piezorezystywnego w rezystorach osadzonych metodą FE-BID 3.7.



RYSUNEK 3.7: Zdjęcie mikromostka z przerwami w metalizacji do osadzania piezorezystorów FEBID.

Tego typu struktury były wzbudzane do drgań z wykorzystaniem aktuatorów piezoelektrycznych. Na potrzeby wykonania pomiarów efektu piezorezystywnego stosowano układ składający się z przetwornika prąd-napięcie oraz wzmacniacza fazoczułego w konfiguracji zbliżonej do przedstawionej w rozdziale 4 na rysunku 4.6.

Wyniki pomiarów elektrycznych takiej struktury w warunkach próżniowych przedstawiono na rysunku 3.8, przy czym wartości napięcia podane na legendzie oznaczają amplitudy napięć wykorzystanych do zasilenia aktuatora piezoelektrycznego. Widać w tym przypadku silne sztywnienie systemu przy wraz ze wzrostem amplitudy pobudzenia.

W przypadku obustronnie zamocowanych belek nieliniowość drgań może wynikać z kilku przyczyn: ponieważ struktury te były wykonywane w większości



RYSUNEK 3.8: Wyniki elektrycznych pomiarów struktury nieliniowej.

przypadków z azotku krzemu były one silnie naprężone, aż do sytuacji gdy widoczne było ich wybrzuszanie się. Dodatkowo, z obserwacji dokonanych w laboratoriach Katedry Nanometrologii wynika, że typowo dla obustronnie zamocowanych belek dobroć w warunkach obniżonego ciśnienia rośnie około stokrotnie (dla zaprezentowanej struktury w powietrzu wartość dobroci wynosiła 312). W takiej sytuacji graniczne wartości pobudzeń dla których odpowiedź wciąż jest liniowa mogły być bardzo małe. Ze względu na silne naprężenie struktury możliwe byłoby również wystąpienie bifurkacji.

Rozdział 4

Miękkie belki

4.1 Zastosowanie piezorezystywnej detekcji drgań

Jak wspomniano wcześniej do detekcji ugięcia mikro- i nanostruktur można również wykorzystać efekt piezorezystywny. Istnieje szereg możliwych do zastosowania układów pomiarowych pozwalających na zmierzenie odpowiedzi z takiego układu 4.1.

Najbardziej popularnym rozwiązaniem jest zaprojektowanie struktury z czterema rezystorami tworzącymi kompletny układ mostka Wheatstone'a [43]. W tym przypadku konieczne jest umieszczenie, na przykład w procesie dyfuzji przez maskę fotolitograficzną, elementów piezorezystywnych w ściśle określonej pozycji w obszarach koncentracji naprężeń. Jednocześnie dla zwiększenia sprawności działania układu stosuje się dwie pary piezorezystorów w taki sposób, że rezystancja jednej z nich rośnie, a drugiej maleje podczas powstawania naprężeń na strukturze.

W podobny sposób możliwe jest jest wykorzystanie układu mostka Wheatstone'a z jednym tylko zmiennym rezystorem wbudowanym w obszarze koncentracji naprężeń aktywnej mikrobelki. W tym przypadku pozostałe trzy rezystory można umieścić w nieruchomej części układu lub zastosować drugą belkę jako układ referencyjny z jednym z rezystorów w celu redukcji efektów termicznych. Zastosowanie takiej konstrukcji pozwala na uproszczenie konstrukcji oraz redukcję wymiarów pojedynczej mikrobelki [85].

Analogicznie, możliwe jest zastosowanie pary mikrobelek - aktywnej i referencyjnej, ale tylko dwóch rezystorów w układzie pętli Andersona [86]. Jest to rozwiązanie, które również pozwala na redukcję efektów termicznych w czasie pomiaru.

Ostatnim rozwiązaniem jest wykorzystanie mikro- lub nanostruktury będącej w całości piezorezystywnej. Efekt taki można uzyskać przez zastosowanie gradientowej zmiany domieszki krzemu. Kluczową kwestią jest w tym przypadku kontrola rozkładu domieszkowania w taki sposób, żeby struktura wykazywała właściwości piezorezystywne, ale jednocześnie jej polaryzacja nie powodowała występowania silnego pobudzenia termicznego. Zaprojektowany w ten sposób element wykorzystać można w układzie mostka Wheatstone'a jak i Andersona.

RYSUNEK 4.1: Schematyczna reprezentacja układów z mikrobelką: mikrobelka z kompletnym piezorezystywnym mostkiem Wheatstone'a (a), mikrobelki referencyjna i czujnikowa z pojedynczymi rezystorami w konfiguracji mostka Wheatstone'a (b) i pętli Andersona (c).

4.2 Opis struktur

W eksperymentach z miękkimi belkami wykorzystano struktury wytworzone w Instytucie Mikroelektroniki i Fotoniki (Sieć Badawcza Łukasiewicz) w Piasecznie. 4.4

W procesie produkcji wykorzystano czterocalowe podłoże SOI z warstwą przyrządową o orientacji krystalograficznej (100) o grubości 1,5 μm i warstwą tlenkową o grubości 1 μm . Niewielka grubość warstwy przyrządowej przy jednoczesnej stosunkowo dużej długości struktury (500 μ m) i jej kształtowi w kształcie litery U 4.2 przekłada się na bardzo niską sztywność. Podłoże oraz warstwa przyrządowa miały przewodność typu n i rezystywność na poziomie od 3 do 5 Ωcm .

W pierwszym etapie za pomocą metody niskociśnieniowego chemicznego osadzania z fazy gazowej (LPCVD) została wytworzona warstwa domieszkowana borem, a następnie warstwa przyrządowa została przekompensowana na typ p+ [87]. Proces ten został przeprowadzony w dwóch etapach: najpierw w temperaturze 270 stopni Celsjusza osadzono warstwę domieszkowaną borem, a następnie całą strukturę poddano wygrzewaniu, które doprowadziło do zdyfundowania boru do krzemu.

Sterując czasem osadzania boru możliwa jest kontrola koncentracji boru w powierzchni, a zmieniając temperaturę i czas trwania wygrzewania można sterować profilem domieszki w mikrobelce.



RYSUNEK 4.2: Zdjęcie geometrii mikrobelek wykonane z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego.

Następnie na wierzchnią stronę podłoża SOI naniesiono, w procesie napylania magnetronowego, warstwę złota o grubości 100 nm, po czym w procesie fotolitografii zostały zdefiniowane metalowe zwierciadła 4.3 i pola kontaktowe. Geometria mikrobelek została zdefiniowana w procesie fotolitografii po stronie wierzchniej oraz za pomocą plazmowego trawienia krzemu. Dzięki zastosowaniu płytki SOI możliwe było wykonanie mikrobelek o dokładnie określonej grubości (zależnej jedynie od grubości warstwy przyrządowej płytki SOI).

Po usunięciu rezystu na przedniej stronie płytki osadzono ochronną warstwę poliimidową w celu kontroli naprężeń mechanicznych podczas uwalniania plazmowego mikrobelek. Następnie, w dwóch oddzielnych procesach suchego trawienia plazmowego wytrawiono krzem i dwutlenek krzemu. W ostatnim etapie usuwano warstwę traconą i uwalniano struktury.

Rozkład domieszki, który został określony na podstawie przeprowadzonych symulacji komputerowych zapewnił wystąpienie efektu piezorezystywnego 4.5.

4.3 Techniki pomiarowe

Badane mikrobelki zostały przebadane za pomocą za pomocą dwóch metod: pomiaru szumu termomechanicznego w celu określenia sztywności i współczynnika



RYSUNEK 4.3: Zdjęcie zwierciadła na końcu mikrobelki wykonane z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego.

dobroci oraz wzbudzania piezoelektrycznego za pomocą piezostosu w celu oceny czułości na ugięcie.

4.3.1 Pomiary szumu termomechanicznego

Pomiar szumu termomechanicznego, a w szczególności zakresu wokół krzywej rezonansowej dla częstości podstawowej drgań posłużył do wyznaczenia częstotliwości rezonansowej mikrobelki, a także sztywności i współczynnika dobroci.

Pomiaru PSD mikrobelki dokonano przy użyciu wibrometru laserowego SIOS SP120. Umożliwia on pomiar drgań z wartością dna szumowego na poziomie 100 $fm/Hz^{-1/2}$ i rozdzielczością sub-nanometrową. W celu zapewnienia prawidłowego pomiaru ugięcia wykorzystano również kamerę cyfrową przymocowaną do głowicy wibrometru oraz oprogramowanie analizujące moc odbitego światła laserowego, aby ustawić plamkę lasera dokładnie na złotym zwierciadle na końcu mikrobelki. Pomiary widm szumu termomechanicznego wykonano za pomocą opracowanego w Katedrze Nanometrologii oprogramowania do obsługi wibrometru laserowego.



RYSUNEK 4.4: Proces wytwarzania mikrobelek: domieszkowanie borem (1), napylanie magnetronowe 100 nm warstwy złota (2), zdefiniowanie geometrii w procesie fotolitografii (3), trawienie plazmowe (4), uwolnienie struktur (5). Grubość struktur nie została przedstawiona w skali.

4.3.2 Czułość ugięciowa mikrobelek

Pomiary ugięć mikrobelek i czułości na siłę przeprowadzono w układzie widocznym na rysunku 4.6.

Podczas pomiarów mikrobelka była wzbudzana do drgań za pomocą piezostosu Piezomechanik GmbH PSt 150hTc/7x7/18. Pozwoliło to na uzyskanie dużej amplitudy drgań przy niskich napięciach pobudzenia, co ogranicza ewentualne przesłuchy pomiędzy siłownikiem a odczytem elektrycznym. Częstotliwość rezonansowa piezostosu wynosiła 20 kHz, a więc była znacznie wyższa od oczekiwanej częstotliwości rezonansowej mikrobelki (około 5 kHz).

Wzmacniacz fazoczuły Signal Recovery 7280 DSP pozwolił na wykonanie pomiaru napięcia z niepewnością 15 μV (0,3 % zakresu 5 mV, który używany był podczas pomiarów [62]).

Zastosowano wzmacniacz prądowy Keithley 428 w celu realizacji dwóch zadań: po pierwsze, aby wzmocnić sygnał generowany przez mikrobelkę w celu umożliwienia łatwiejszego pomiaru za pomocą wzmacniacza fazoczułego, a po drugie, aby zminimalizować wpływ napięcia stałego na pomiar przez zredukowanie go do zera i umożliwić zastosowanie dokładniejszego zakresu czułości we wzmacniaczu fazoczułym. Wiadomo, że rezystancja próbki zmienia się na skutek wywołanych drgań i jest dana równaniem:



RYSUNEK 4.5: Wyniki symulacji komputerowej rozkładu domieszki w strukturze. Punkt około głębokości 1,5 μm jest artefaktem związanym z błędem symulacji przy końcu warstwy przyrządowej.

$$R(t) = R_{DC} + \Delta R(t) \tag{4.1}$$

gdzie R(t) jest całkowitą rezystancją obliczoną podczas pomiaru, $\Delta R(t)$ - składowa rezystancji zmieniająca się w czasie na skutek efektu piezorezystywnego, R_{DC} - rezystancja mikrobelki.

Prąd I(t) płynący przez układ pomiarowy jest zatem równy:

$$I(t) = \frac{U_B}{R(t)} = \frac{U_B}{R_{DC} + \Delta R(t)} = \frac{U_B \cdot (R_{DC} - \Delta R(t))}{R_{DC}^2 - \Delta R^2(t)}$$
(4.2)

gdzie: U_B - ustalone napięcie stałe wzmacniacza prądu równoważące napięcie stałe występujące w układzie. Dzieląc równanie na część zmienną i stałą oraz po założeniu, że wartość $\Delta R^2(t)$ jest pomijalna w porównaniu z wartością R_{DC}^2 otrzymujemy:

$$I(t) \cong \frac{U_B}{R_{DC}} - \frac{U_B \cdot \Delta R(t)}{R_{DC}^2} = I_{DC} + I_{AC}(t)$$

$$(4.3)$$

Aby umożliwić zastosowanie dużego wzmocnienia i jak najlepszej nastawy czułości wzmacniacza fazoczułego możliwe do uzyskania bez przeciążenia wejścia, prąd *I*_{DC} został stłumiony za pomocą funkcji tłumienia prądu wzmacniacza



RYSUNEK 4.6: Schemat blokowy układu pomiarowego do pomiaru ugięcia mikrobelki i czułości na siłę.

Keithley 428, która wprowadza do układu dodatkowy prąd stały i odejmuje go od prądu generowanego przez U_B przyłożonego do mikrobelki.

Napięcie na wyjściu przetwornika prąd-napięcie jest zatem dane przez $U_{AC}(t)$:

$$U_{AC}(t) = G \cdot I_{AC}(t) \tag{4.4}$$

gdzie *G* jest wartością wzmocnienia ustawioną na wzmacniaczu prądowym. Z połączenia równań 4.3 oraz 4.4 otrzymano:

$$\Delta R(t) = \frac{U_{AC}(t) \cdot R_{DC}^2}{G \cdot U_B}$$
(4.5)

co pozwoliło na obliczenie zmian rezystancji mikrobelki.

Stosując układ z pętlą Andersona, w pętli prądowej umieszczone byłyby dwie mikrobelki (jedna jako czujnik, a druga jako układ odniesienia). W obliczeniach czułości założono, że prąd dla tego układu byłby ustawiony na wartość wywołującą powstanie na mikrobelce napięcia na poziomie 2 V. Założenie to pozwala na porównanie wyników z prostszą konstrukcją w postaci mostka Wheatstone'a zasilanym napięciem o wartości $\pm 2 V$. Ponieważ napięcie wyjściowe mostka Andersona stanowiłoby różnicę napięć na wspornikach odniesienia i detekcji, zmierzona ΔU byłaby dana równaniem:

$$\Delta U = I \cdot \Delta R \tag{4.6}$$

Ostatecznie obliczono czułości wsporników przy użyciu równań 4.7 oraz 4.8:

$$DS = \frac{\Delta U}{\Delta y} \tag{4.7}$$

$$FS = \frac{\Delta U}{\Delta F} \tag{4.8}$$

gdzie ΔU to sygnał napięciowy na wyjściu pętli Andersona wywoływany przez Δy lub ΔF , które są odpowiednio wychyleniem mikrobelki i przyłożoną do niej siłą. DS i FS są również powiązane wartością sztywności. Zależność ta jest dana następującym równaniem:

$$DS = FS \cdot k \tag{4.9}$$

Równoległy pomiar zmian rezystancji oraz wychylenia struktury wykonany został za pomocą zmodyfikowanego w tym celu oprogramowania do obsługi wibrometru laserowego.

4.4 Wyniki pomiarów

Uzyskano gęstość widmową mocy szumu termomechanicznego drgań wspornika poprzez uśrednienie widm uzyskanych metodą wibrometrii laserowej dla co najmniej 1500 pomiarów w celu zmniejszenia wpływu szumu termicznego. Przez dopasowanie wyników do krzywej opisanej przez równanie 2.5 wyznaczono właściwości mechaniczne mikrobelki: współczynnik dobroci Q=19,4, częstotliwość rezonansową f_{res}=5474,2 Hz i sztywność k=0,042 N m⁻¹ (rys. 4.7).

Przeprowadzono również symulacje właściwości mechanicznych: sztywności i częstotliwości rezonansowej, a wyniki są zbieżne z pomiarami (różnice są zgodne z wcześniejszymi porównaniami wyników symulacji i wyników eksperymentalnych). Symulowana częstotliwość rezonansowa wyniosła f_{res} =6407 Hz, a sztywność k=0,071 N m⁻¹. Współczynnik dobroci i częstotliwość rezonansowa są stosunkowo niskie w porównaniu do typowych mikrobelek krzemowych, ale wynika to z wyjątkowo małej sztywności zaprojektowanej konstrukcji, co może być użyteczne w określonych zastosowaniach (na przykład pomiary próbek biologicznych) i jest znacznie bezpieczniejsze dla delikatnych próbek.

Jak wspomniano wcześniej, dla uproszczenia pomiarów (brak konieczności konstruowania kompletnego mostka Wheatstone'a lub pętli Andersona i precyzyjnego dopasowywania wartości pozostałych rezystorów) zostały one wykonane w konfiguracji pojedynczej, piezorezystywnej mikrobelki i wzmacniacza fazoczułego. Niestety, w wynikach pomiarów zaobserwować można niepożądany przesłuch indukowany przez pole elektryczne wynikające z napięcia pobudzającego przyłożonego do piezostosu używanego do wzbudzenia drgań mikrobelki. W układzie pomiarowym zastosowano ekran elektromagnetyczny w celu jak najlepszej



RYSUNEK 4.7: Pomiary gęstości mocy szumu termomechanicznego struktury.

izolacji, jednak całkowita eliminacja przesłuchu nie była możliwa do zrealizowania. Wynika to z wymaganego jak najściślejszego mocowania mechanicznego między próbką a piezostosem, a także z dużej różnicy ich wymiarów. W przypadku zastosowania konfiguracji kompletnego mostka Wheatstone'a lub układu pętli Andersona przesłuch byłby znacznie zredukowany.

Opisane zjawisko przedstawiono na rysunku 3.6b we wzorcowym przykładzie oraz jako puste punkty na rysunku 4.8, na którym przedstawiono uzyskane dane eksperymentalne dla badanej mikrobelki, przy jednoczesnym pomiarze drgań mechanicznych i zmian rezystancji.

Metodę eliminacji wpływu przesłuchu opisano w rozdziale 3. Pomimo uproszczenia obliczeń pozwoliły one na uzyskanie dobrej korelacji pomiędzy amplitudami drgań zmierzonymi optycznie i elektrycznie 4.8. W przypadku większych wartości Δf ta metoda kompensacji przesłuchu może być jednak niedokładna.

Wierzchołki krzywych rezonansowych, których częstotliwości odpowiadały wynikom uzyskanym podczas pomiarów szumu termomechanicznego, dopasowano modelem SHO 2.4 w celu wyznaczenia wartości amplitud drgań mechanicznych Δy i zmian rezystancji ΔR . Widoczny w wynikach pomiarowych 4.8 pozorny wierzchołek na niższej częstotliwości związany był z częstotliwością rezonansową piezostosu i jednoczesną transmisją drgań z jednej z pozostałych występujących na próbce mikrobelek.



RYSUNEK 4.8: Zestawione wyniki pomiarów zmian rezystancji i wychylenia.

Przeprowadzono również równoległe pomiary zmian rezystancji i wychylenia mikrobelki korzystając z ekranowanego piezoaktuatora co pozwoliło na częściową eliminację przesłuchu. Po jego eliminacji oraz dopasowaniu krzywych funkcją przygotowaną w programie OriginPro uzyskano wyniki zaprezentowane na rysunku 4.9.



RYSUNEK 4.9: Wyniki jednoczesnych pomiarów wychylenia struktury i zmian rezystancji.

cantilever	$k\left(\frac{N}{m}\right)$	$FS\left(\frac{V}{N}\right)$	$DS\left(\frac{V}{m}\right)$	F _{res} (kHz)
SMMM	0.042	434	18.2	5.5
Sierakowski [92]	20.57	561	11500	36.9
Biczysko [<mark>93</mark>]	75	190	14300	56
Pandya [94]	0.14	0.0027	0.00038	N/A
Rangelow [95]	12.9	271	3500	42.6

TABLICA 4.1: Porównanie parametrów mikrobelek: sztywności *k*, czułości na siłę *FS* i czułości ugięciowej *DS* na podstawie danych literaturowych.

Rezystancja badanej mikrobelki R_{DC} wynosiła 2035 Ω co, przy przepływającym przez nią prądzie o wartości $I = 983 \,\mu A$ powodowało spolaryzowanie jej napięciem o wartości 2 V. Na podstawie równania 4.6 obliczono zmianę napięcia na strukturze przy maksymalnej zmianie rezystancji ΔR_{max} oszacowanej na podstawie dopasowania z rysunku 4.8. Następnie, korzystając z równania 4.7 obliczono czułość ugięciową mikrobelki, która wyniosła DS=11 V m⁻¹ oraz, korzystając z równania 4.9, czułość na siłę, która wyniosła FS=263 V N⁻¹.

Uzyskane wartości zestawiono z osiąganymi w literaturze w tabeli 4.1. Zaprezentowanie mikrobelki są o rząd wielkości mniej sztywne niż najmiększe odnalezione w publikacjach naukowych prezentujących zbliżone rozwiązania przy jednoczesnym zachowaniu czułości ugięciowej. Istnieje oczywiście możliwość wykonania struktur o zbliżonej stałej sprężystości [88, 89] i czułości czy też nawet miększych [90, 91]. W wymienionych przykładach belki mają jednak wyspecjalizowany kształt skreślający je z wykorzystania w mikroskopii bliskich oddziaływań, lub są podatne na wystąpienie efektu bimetalicznego.

Rozdział 5

Ciężkie fotony

5.1 Opis struktur

W eksperymentach z drgającymi strukturami MEMS o pobudzeniu optycznym i odczycie piezorezystywnym wykorzystano mikrobelki wytworzone w Instytucie Mikroelektroniki i Fotoniki (Sieć Badawcza Łukasiewicz) w Piasecznie. Struktury te były konstrukcyjnie zbliżone do miękkich mikrobelek opisanych w rozdziale 4 i wytwarzane były tą samą metodą.

Główną różnicą była w tym przypadku geometria struktur 5.1 uwzględniająca dwa zwierciadła: do detekcji ugięcia oraz do pobudzenia optycznego. Zwierciadło do detekcji ugięcia umieszczone zostało na końcu mikrobelki, natomiast zwierciadło do pobudzenia optycznego umieszczone zostało na przewężeniach w celu izolacji termicznej od reszty struktury[44, 96]. Dodatkowo gradient domieszki został precyzyjnie dobrany w taki sposób, żeby uzyskać struktury wykazujące efekt piezorezystywny, ale jednocześnie występujące w nich potencjalne efekty termiczne skutkowały powstawaniem pomijalnie małych, w porównaniu do wykorzystywanych w eksperymencie, sił 5.2.

Ponieważ zastosowane mikrobelki dzięki zastosowanemu domieszkowaniu były przewodzące nie zaistniała konieczność wytworzenia na ich powierzchni pętli metalizacji. Dzięki takiemu rozwiązaniu w strukturach nie występował również efekt bimetaliczny.

5.2 Model odpowiedzi piezorezystancyjnej belki

Opisane struktury mogą być pobudzane do drgań na dwa sposoby. Pierwszy z nich to skorzystanie z efektu opisanego w rozdziale 6, a więc pobudzenia siłą Lorentza opisaną równaniem 6.1 i przedstawioną na rysunku 6.1.

Drugą metodą pobudzania mikrobelek do drgań jest wykorzystanie ciśnienia wywieranego przez promieniowanie elektromagnetyczne na zwierciadło. Efekt ten opisywany jest w literaturze już od początku XVII wieku [97] jednak jego eksperymentalne powiązanie z przekazaniem pędu przez falę elektromagnetyczną opisane zostało dopiero na początku XX wieku [98, 99].



RYSUNEK 5.1: Zdjęcie matrycy mikrobelek wykorzystywanych w eksperymentach z pobudzeniem optycznym.

Ciśnienie wywierane na strukturę można w tym przypadku opisać równaniem 5.1:

$$p = \frac{E_p}{c} \tag{5.1}$$

gdzie p — ciśnienie wywierane na mikrobelkę, E_p — strumień energii na jednostkę powierzchni, c — prędkość światła w próżni.

W przeprowadzonym eksperymencie istotniejszą wartością była jednak siła powodująca wychylenie struktury. Siłę oddziaływania strumienia fotonów na mikrobelkę przedstawić można za pomocą równania 5.2:

$$F_p = \frac{P(2R+A)}{c} cos\Theta$$
(5.2)

gdzie F_p — siła działająca na strukturę wywołana przez promieniowanie elektromagnetyczne, P — moc promieniowania optycznego, R — współczynnik odbicia struktury, A — współczynnik absorpcji struktury, Θ — kąt padania promieniowania optycznego.

Odbicie i absorpcja nie są jedynymi efektami występującymi w trakcie oświetlania mikrobelki. Trzecim czynnikiem jest w tym przypadku transmisja (T).



RYSUNEK 5.2: Rozkład domieszki boru w mikrobelkach przystosowanych do wykorzystania pobudzenia optycznego.

Suma współczynników odbicia, absorpcji i transmisji wynosi T + A + R = 100%, jednak dla zastosowanych struktur transmisja jest efektem pomijalnie małym.

Jak wynika z równania 5.2 siła działająca na strukturę będzie dwukrotnie większa w przypadku odbicia wiązki niż w przypadku jej zaabsorbowania [44, 96, 100] . Aby wykorzystać ten efekt na strukturze wytworzone zostało opisane wcześniej zwierciadło, którego powierzchnia wykorzystana została do pobudzenia optycznego 5.3.

Przyjmując że cała mikrobelka jest jednorodnie przewodząca można zauważyć, że tworzy ona pętlę prądową. Wynika z tego, że po umieszczeniu jej w polu magnetycznym możliwe jest pobudzanie jej do drań siłą Lorentza. Wiedząc, że zastosowany gradient domieszkowania zapewnia występowanie efektu piezorezystywnego możliwe jest również jednoczesny elektryczny pomiar wychylenia. Odpowiedź będzie w tym wypadku widoczna jako zmiana rezystancji struktury wynikająca z naprężeń powstających w czasie ruchu mikrobelki.

Ponieważ siła Lorentza działająca na belkę będzie proporcjonalna do płynącego przez nią prądu 6.1 na potrzeby obliczeń przyjęto, że pobudzana ona będzie prądem i(t):



RYSUNEK 5.3: Schematyczna reprezentacja odbicia, absorpcji oraz transmisji promieniowania elektromagnetycznego od zwierciadła na mikrobelce wykorzystanej w eksperymencie. Rysunek nie w skali.

$$i(t) = I + \Delta I \sin \omega t, \tag{5.3}$$

gdzie I i ΔI to odpowiednio: składowa stała oraz amplituda prądu pobudzającego.

Wychylenie struktury x(t) wynikające z powstającej w ten sposób siły magnetoelektrycznej przedstawić omżna za pomocą równania:

$$x(t) = X + \Delta X \sin(\omega t + \varphi), \qquad (5.4)$$

gdzie X to stałe wychylenie wynikające ze składowej stałej prądu pobudzającego, a ΔX to amplituda wychylenia wynikająca z amplitudy prądu pobudzającego.

Rezystancja mikrobelki i jej zmiana wynikająca z efektu piezorezystywnego będzie proporcjonalna do wychylenia x(t) i zmienna w czasie. Zależność tę można przedstawić za pomocą równania:

$$r(t) = R + \Delta R \sin(\omega t + \varphi), \qquad (5.5)$$

gdzie r(t) — rezystancja mikrobelki, R — średnia rezystancja w stanie spoczynku, ΔR — amplituda zmian rezystancji.

Jeżeli mikrobelka pobudzona będzie prądem i(t) to napięcie u(t), które się na niej pojawi będzie równe:

$$u(t) = r(t)i(t).$$
 (5.6)

Korzystając z równań 5.3 i 5.5 i porządkując otrzymane czynniki w odniesieniu do składowych częstotliwościowych uzyskano równanie:

$$u(t) = \left(IR + \frac{\Delta I\Delta R}{2}\cos(\varphi)\right) + \left(\Delta IR\sin(\omega t) + I\Delta R\sin(\omega t + \varphi)\right) + \left(\frac{\Delta I\Delta R}{2}\sin\left(2\omega t + \varphi - \frac{\pi}{2}\right)\right).$$
(5.7)

Uporządkowana w ten sposób zależność pozwoliła na podział odpowiedzi układu na trzy części. Pierwsza część powyższego równania będzie odpowiadała za stałe napięcie, które nie będzie zależało od częstotliwości pobudzenia i jest dzięki temu pomijalna w czasie pomiarów dzięki zastosowaniu wzmacniacza fazoczułego. Druga składowa równania to zmiany napięcia występujące na strukturze bezpośrednio na częstotliwości pobudzenia ω wynikające ze składowej zmiennej pobudzenia prądowego oraz ze zmian rezystancji struktury na skutek efektu piezorezystywnego. Trzecia część równania odpowiada za zmiany napięcia na częstotliwości 2ω z przesunięciem fazowym równym 90 stopni wywołane tylko przez efekt piezorezystywny.

Wykorzystując powyższą zależność możliwe było zatem przeprowadzenie pomiaru czystego efektu piezorezystywnego występującego w mikrobelce.

5.3 Eksperyment

5.3.1 Eksperymenty wstępne

W celu wyznaczenia parametrów mikrobelek przeprowadzono pomiary szumu termomechanicznego na lusterku do pobudzenia oraz na lusterku do detekcji. Wyniki wykonanych pomiarów przedstawiono na rysunku 5.4. W zależności od wykorzystanego zwierciadła uzyskano różne stałe sprężystości (lusterko do detekcji $43\frac{mN}{m}$, lusterko do aktuacji $120\frac{mN}{m}$). Wynika to bezpośrednio z nieumiejscowienia zwierciadeł w rożnej odległości od podstawy mikrobelki. Z dopasowania krzywych rezonansowych wykonanych w programie OriginPro uzyskano również wartości dobroci Q = 21 oraz częstotliwości rezonansowej $f_{rez} = 5868Hz$. Niska dobroć struktur wynika w tym przypadku z ich małych wymiarów i jednocześnie bardzo małej sztywności, a więc bardzo silnej podatności tłumienie spowodowane tarciem wiskotycznym w warunkach atmosferycznych. W przypadku sztywniejszych układów MEMS i NEMS wpływ tarcia wiskotycznego jest zdecydowanie mniejszy co można zaobserwować przez porównanie różnicy współczynnika dobroci w warunkach atmosferycznych i próżniowych - na przykład w przypadku stosowanych w Katedrze Nanometrologii obustronnie zamocowanych mikrobelek, które zazwyczaj są silnie naprężone, typowo różnica ta będzie wynosiła tylko mniej więcej dwa rzędy wielkości.



RYSUNEK 5.4: Wyniki pomiarów szumu termomechanicznego wykonane za pomocą wibrometru laserowego SIOS SP-S. Kolorem zielonym oznaczono wyniki pomiarów wykonanych z plamką lasera zogniskowaną na zwierciadle do detekcji, a kolorem pomarańczowym na zwierciadle do pobudzenia.

5.3.2 Układ pomiarowy LIS

Pomiary prowadzone w komorze mikroskopu elektronowego wykonano przy użyciu wzmacniacza fazoczułego Stanford SR530. Był on wykorzystywany do pomiaru napięcia na przekątnej mostka Wheatstone'a składającego się z dwóch możliwie jednakowych rezystorów tworzących po jednej połowie gałęzi mostka, a także rezystora nastawnego z równoległym wyprowadzeniem do dekady pojemnościowej w jednej z gałęzi do zrównoważenia mostka po dołączeniu w drugiej gałęzi mikrobelki. Rezystory umieszczone były w klatce Faradaya i dołączone do dekady pojemnościowej i przepustów komory SEM kablami koncentrycznymi w celu eliminacji potencjalnych przesłuchów.

Do realizacji pobudzenia magnetoelektrycznego wykorzystano dwukanałowy generator Keysight 33600A, którego jednym z kanałów wymuszano przepływ prądu przez rezystor zabezpieczający przed mostkiem Wheatstone'a, a więc również przez mikrobelkę oraz tryb wysokorozdzielczy SEM, w którym w miejscu umieszczenia mikrobelki występuje indukcja magnetyczna o wartości B = 13.24mT co zostało zmierzone i opisane w pracy [45]. Drugi z kanałów generatora wykorzystano do zasilenia diody SLED Thorlabs S5FC1018P (pracującej na długość fali 1310 nm) do pobudzenia optomechanicznego. Dodatkowo wzmacniacz fazoczuły oraz generator były ze sobą połączone sygnałem synchronizującym dla zapewnienia jednakowych wartości częstotliwości pobudzenia oraz pomiaru. Jak wspomniano w omówieniu równania 5.7, pomiar napięcia wykonywany był na częstotliwości 2*f*.

W celu kontroli wartości mocy optycznej dostarczanej do mikrobelki wykorzystano sprzęgacz światłowodowy Thorlabs 90:10 FC1310-70-10-APC. Do jednego z ramion sprzęgacza dołączono sygnał z diody SLED, a do przeciwległych detektor InGaAs, o czułości $S = 0,9\frac{A}{W}$ dla długości fali 1310 nm podłączony do wzmacniacza prądu fotodiody Thorlabs PDA 200c oraz patchcord prowadzący do przepustu optycznego komory próżniowej SEM. Wewnątrz mikroskopu do doprowadzenia sygnału optycznego wykorzystano patchcord próżniowy jednomodowy (Corning Glass SMF-28 G.652.D) APC oraz pigtail zamocowany na ramieniu nanomanipulatora Kleindiek MM3A w celu zgrania pozycji światłowodu z lusterkiem do pobudzenia. Justowanie układu było możliwe do zrealizowania dzięki zastosowaniu wibrometrii laserowej i ocenie wizualnej 5.5.

Pomiary w komorze mikroskopu elektronowego zostały wykonane przy użyciu autorskiego oprogramowania przygotowanego w środowisku LabVIEW i kontrolowane były w całości przez komputer sterujący generatorem funkcyjnym oraz magazynującym dane ze wzmacniacza fazoczułego. Zostało ono zaprojektowane w architekturze maszyny stanów, aby zapewnić odpowiednią kolejność kroków pomiarowych i precyzyjnie kontrolować czas trwania każdego z nich.

Schemat układu pomiarowego przedstawiono na rysunku 5.6. W trakcie trwania eksperymentu kluczowe było zachowanie pełnej synchronizacji częstotliwości pomiędzy pobudzeniami i odczytem, a także zapewnianie możliwie jak najlepszego ekranowania doprowadzeń elektrycznych. Z tego powodu są to pomiary relatywnie trudne - ekranowanie układu składającego się z wielu elementów połączonych ze sobą uzyskać można za pomocą wspomnianych kabli koncentrycznych, ale jednocześnie, ze względu na prowadzenie pomiarów przy napięciu



RYSUNEK 5.5: Obraz z mikroskopu elektronowego podczas drgań mikrobelki. W lewej części rysunku widoczne jest czoło światłowodu doprowadzającego promieniowanie elektromagnetyczne z diody laserowej. Po prawej stronie widoczny jest drgająca krawędź mikrobelki, która skierowana jest przodem w stronę kolumny elektronowej i górną płaszczyzną w stronę światłowodu.

przemiennym trzeba kompensować dodaną przez nie do układu pojemność.

5.3.3 Eksperyment LIS

Pierwszym krokiem w każdym pomiarze było skonfigurowanie urządzeń pomiarowych, zasilenie mikrobelki oraz lasera napięciem wykorzystywanym podczas pomiaru i utrzymanie tego stanu układu w celu jego ustabilizowania. Dodatkowo w tym kroku ustalano częstotliwość rezonansową, a następnie wyznaczano listę punktów pomiarowych na jeden z dwóch sposobów: liniowo lub z równomiernym rozkładem na krzywej rezonansowej.

Następnie wykonano serię pomiarów: z pobudzeniem magnetoelektrycznym, z pobudzeniem optycznym oraz z użyciem obu pobudzeń jednocześnie, ale działających w przeciwfazie. Podczas każdego etapu pomiaru, niezależnie od typu, częstotliwość pobudzenia była utrzymywana na pewien czas, aby mieć pewność, że układ ustabilizował się, a następnie mierzono wielkość i fazę za pomocą wzmacniacza fazoczułego i wyświetlano na płaszczyźnie zespolonej. Dodatkowo, podczas pomiaru czysto magnetoelektrycznego laser był włączony ze stałą mocą, aby


RYSUNEK 5.6: Schemat układu pomiarowego zastosowanego podczas eksperymentu przeprowadzonego w komorze mikroskopu elektronowego.

zniwelować potencjalne zmiany temperatury, które mogłyby powstać podczas jego włączania i wyłączania, a podczas pomiaru czysto optycznego pole magnetyczne było wyłączone.

Pierwszy pomiar został przeprowadzony tylko przy użyciu pobudzenia magnetoelektrycznego w celu określenia amplitudy sygnału. Następnie mikrobelka została pobudzona za pomocą sygnału optycznego, aby uzyskać taką samą wartość odpowiedzi podczas pomiaru i uzyskać krzywą rezonansową. Na koniec przeprowadzono pomiary z wykorzystaniem pobudzenia magnetoelektrycznego i optycznego jednocześnie, ale w przeciwfazie, aby zaobserwować wygaszanie drgań mikrobelki.

Na podstawie uzyskanych wyników pomiarów elektrycznych przedstawionych na rysunku 5.7 obliczono wartości sił i momentów sił działających na strukturę podczas pobudzenia magnetoelektrycznego i optycznego. Wyznaczone wartości wyniosły odpowiednio $F_m = 4,97pN$ i $F_{opt} = 6,98pN$ oraz $M_m = 2,44fNm$ i $M_{opt} = 4,97fNm$. Pobudzenie mikrobelki jednocześnie oboma sygnałami spowodowało całkowite wygaszenie drgań i w pomiarach elektrycznych widoczny był jedynie powolny dryf napięcia.



RYSUNEK 5.7: Wyniki pomiarów elektrycznych mikrobelek przeprowadzonych w komorze mikroskopu elektronowego przedstawione na płaszczyźnie zespolonej (powyżej) oraz na wykresie zależności wychylenia od częstotliwości (poniżej). Kolorem zielonym oznaczono wyniki pomiarów podczas pobudzenia czysto magnetoelektrycznego, kolorem czerwonym wyniki pomiarów podczas pobudzenia czysto optycznego, a kolorem niebieskim wyniki pomiarów podczas pobudzenia magnetoelektrycznego i optycznego jednocześnie, ale w przeciwfazie.

Rozdział 6

Spektroskopia impedancyjna drgających struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie magnetoelektrycznym zagadnienia teoretyczne

6.1 Fizyczny model drgających struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie magnetoelektrycznym

Na potrzeby przygotowania modelu fizycznych właściwości drgających struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie magnetoelektrycznym przyjęto, że będą się one posiadały przewodzącą ścieżkę, która po umieszczeniu w polu magnetycznym będzie prostopadła do wektora indukcji magnetycznej (rys. 6.1).

Jeżeli ścieżka przewodząca ścieżka o długości w umieszczona będzie w polu magnetycznym, którego wektor indukcji magnetycznej będzie do niej prostopadły i będzie wynosił B oraz będzię przez nią przepływał prąd o wartości I to zadziała na nią siła F. Powyższa zależność dana będzie równaniem 6.1.

$$F = B \cdot I \cdot w \tag{6.1}$$

Maksymalne wychylenie struktury *x* pod wpływem przyłożonej siły o okresie ω będzie dane równaniem 6.2

$$x = \frac{F}{m} \cdot \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2 + j\omega\gamma}$$
(6.2)

przy czym ω_0 - okres drgań własnych struktury, γ - współczynnik tłumienia. Strumień pola magnetycznego Φ_B można zatem wyliczyć z wektora indukcji magnetycznej z równania 6.1 oraz pola powierzchni powstającego z amplitudy



RYSUNEK 6.1: Schematyczna reprezentacja struktury pobudzanej magnetoelektrycznie.

wychylenia struktury oraz długości przewodzącej ścieżki co dane będzie równaniem 6.3.

$$\Phi_B = B \cdot w \cdot x \tag{6.3}$$

Ponieważ rozważana struktura będzie drgała to strumień pola będzie zmieniał się w czasie co będzie skutkowało powstaniem siły elektromotorycznej *E* co można wyrazić równaniem 6.4.

$$E = \frac{d\Phi_B}{dt} = B \cdot w \cdot x \cdot j\omega \tag{6.4}$$

Znając zatem prąd pobudzenia oraz odpowiedź w postaci siły elektromotorycznej ich stosunek przedstawić można za pomocą równania impedancji 6.5,

$$Z = \frac{E}{I} \tag{6.5}$$

które po podstawieniu równań 6.1 oraz 6.4 będzie równe 6.6.

$$Z = \frac{B \cdot w \cdot \frac{B \cdot I \cdot w}{m} \cdot \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2 + j\omega\gamma}}{I}$$
(6.6)

Równanie na stosunek wartości odpowiedzi do pobudzenia elektrycznego będzie zatem dane 6.7.

$$Z = \frac{B^2 \cdot w^2 \omega}{m} \cdot \frac{j}{\omega_0^2 - \omega^2 + j\omega\gamma}$$
(6.7)

6.2 Elektryczny model zastępczy struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie magnetoelektrycznym

Przewodząca struktura MEMS lub NEMS umieszczona w polu magnetycznym i pod wpływem przyłożonego napięcia, a więc i przepływającego przez nią prądu, będzie podlegała działaniu siły elektrodynamicznej 6.8.

$$\vec{F} = \vec{B} \cdot \vec{I} \cdot w \tag{6.8}$$

Jednocześnie, jeżeli struktura będzie przemieszczała się polu magnetycznym to zgodnie z prawem indukcji elektromagnetycznej Faradaya wytworzona zostanie w niej siła elektromotoryczna 6.9.

$$E = -\frac{d\Phi_B}{dt} \tag{6.9}$$

Strukturę MEMS lub NEMS posiadająca przewodzącą ścieżkę, która po umieszczeniu w polu magnetycznym będzie prostopadła do wektora indukcji magnetycznej, o aktuacji i odczycie elektrostatycznym może być zaprezentowana jako równoległy obwód RLC z szeregowo dołączoną admitancją (rys. 6.2). W celu uproszczenia obliczeń, elementy dołączone szeregowo mogą zostać na początku pominięte. Wynika to z faktu, że rezonans struktury opisany będzie w równaniu odwrotności impedancji tylko przez równoległy fragment obwodu. Wartości odpowiadające elementom dołączone do równania w późniejszym etapie przez dodawanie.



RYSUNEK 6.2: Elektryczny model równoważny dla struktury o aktuacji i odczycie magnetoelektrycznym.

Admitancje poszczególnych elementów układu dane będą równaniami 6.10a, 6.10b oraz 6.10c przy czym Y_R - admitancja rezystancji układu, Y_C - admitancja pojemności układu, Y_L - admitancja indukcyjności układu.

$$Y_R = \frac{1}{R} \tag{6.10a}$$

$$Y_{\rm C} = j\omega C \tag{6.10b}$$

$$Y_L = -j\frac{1}{\omega L} \tag{6.10c}$$

Jak wspomniano, przy obliczeniach wypadkowej admitancji układu Y szeregowy element pasożytniczy zostanie dołączony do równania dopiero w końcowym równaniu. Dla równoległego układu RLC admitancja będzie zatem równa 6.11.

$$Y = \frac{1}{R} + j\left(\omega C - \frac{1}{\omega L}\right) \tag{6.11}$$

Dla zachowania zgodności obliczeń z modelem fizycznym wykorzystana będzie odwrotność powyższego równania, a więc 6.12.

$$\frac{1}{Y} = \frac{1}{\frac{1}{R} + j\left(\omega C - \frac{1}{\omega L}\right)} \tag{6.12}$$

Aby przekształcić prawą stronę równania 6.12 do formy odpowiadającej równaniu 6.7 w kolejnych krokach licznik i mianownik przemnożono przez jednostkę urojoną 6.13 oraz okres pobudzenia 6.14 i pojemność 6.15.

$$\frac{1}{Y} = \frac{j}{\frac{j}{R} - \omega C + \frac{1}{\omega L}}$$
(6.13)

$$\frac{1}{Y} = \frac{j\omega}{j\frac{\omega}{R} - \omega^2 C + \frac{1}{L}}$$
(6.14)

$$\frac{1}{Y} = \frac{j\frac{\omega}{C}}{j\frac{\omega}{RC} - \omega^2 + \frac{1}{LC}}$$
(6.15)

Po uporządkowaniu i dodaniu admitancji pasożytniczej w układzie Y_P równanie w formie 6.16 zestawić można z równaniem modelu fizycznego 6.7. Uwzględniając efekty pasożytnicze Z_P występujące w modelu fizycznym otrzymano równanie 6.17.

$$\frac{1}{Y} = \frac{\omega}{C} \cdot \frac{j}{\omega_0^2 - \omega^2 + j\omega_{\overline{RC}}^1} + \frac{1}{Y_P}$$
(6.16)

$$Z = \frac{B^2 \cdot w^2 \omega}{m} \cdot \frac{j}{\omega_0^2 - \omega^2 + j\omega\gamma} + Z_P$$
(6.17)

Po zestawieniu ze sobą ostatecznych form równań widoczne są podobieństwa równania dla modelu fizycznego oraz dla wartości modelu równoważnego obwodu elektrycznego. Przeprowadzając zatem jedynie pomiary elektryczne możliwe jest wyznaczenie na podstawie ich wyników wyznaczenie parametrów fizycznych struktury. Ponieważ część parametrów fizycznych, tj. wartość wektora indukcji magnetycznej, długość przewodzącej ścieżki oraz masa będą odpowiadały w modelu elektrycznym tylko odwrotności pojemności wymagana jest znajomość dwóch z nich dla dokładnego określenia trzeciego. Współczynnik tłumienia może być określony niezależnie od pozostałych parametrów tylko na podstawie dopasowania wyników modelem równoważnym.

Rozdział 7

Spektroskopia impedancyjna drgających struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie magnetoelektrycznym eksperyment

7.1 Pomiary belek - opis badanej struktury

W celu weryfikacji poprawności modelu przeprowadzono pomiary wychyleń struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie magnetoelektrycznym z wykorzystaniem spektroskopii impedancyjnej.

W eksperymentach wykorzystano mikrobelki wytworzone w Instytucie Mikroelektroniki i Fotoniki (Sieć Badawcza Łukasiewicz) w Piasecznie 7.1. Były to struktury, które można było wykorzystać na kilka sposobów: pętla metalizacji pozwalała na wzbudzenie drgań siłą Lorentza, co zostało wykorzystane w opisanym poniżej eksperymencie, koniec belki posiadał pustą przestrzeń umożliwiającą zamontowanie ostrza to wykorzystania w mikroskopii bliskich oddziaływań (ang. scanning probe microscopy - SPM), a także do podstawy mikrobelki doprowadzone były ścieżki metalizacji pomiędzy którymi można osadzić (np. metodą FEBID) struktury piezorezystancyjne w układzie mostka Wheatstone'a.

Krzemowe mikrobelki z metalowymi ścieżkami zostały wykonane przy użyciu techniki obustronnej mikrofabrykacji, obejmującej wytrawianie plazmowe kształtu belek od strony wierzchniej oraz chemiczne i plazmowe wytrawianie membrany krzemowej strony spodniej. Jako podłoża zastosowano płytki krzemowe DSP 400 o orientacji krystalograficznej (100), grubości 400 μ m, przewodności typu n i rezystywności od 3 do 5 Ω *cm*.

Pierwszy etap polegał na mokrym utlenieniu i pokryciu podłoża warstwą Si_3N_4 za pomocą technologii niskociśnieniowego chemicznego osadzania z fazy



RYSUNEK 7.1: Zdjęcie badanej mikrobelki wykonane mikroskopem cyfrowym. U nasady widoczne jest miejsce do potencjalnego osadzenia piezorezystorów do detekcji ugięcia.

gazowej (ang. Low Pressure Chemical Vapor Deposition - LPCVD), a następnie fotolitografii i trawieniu KOH w celu utworzenia membrany o grubości 50 μm .

Następnie, wierzch płytki został pokryty, w procesie napylania magnetronowego, 200 nm warstwą złota, a ścieżki zostały zdefiniowane w procesie fotolitografii i trawienia na mokro. Kolejnym etapem była fotolitografia w celu zdefiniowania kształtu i wytrawianie mikrobelek w procesie reaktywnego trawienia jonowego (ang. Deep Reactive Ion Etching - DRIE) w celu uzyskania pożądanej grubości mikrobelek. Grubość mikrobelek jest w tym przypadku parametrem kluczowym dla parametrów mechanicznych mikrosondy: sztywności, rozkładu naprężeń i częstotliwości rezonansowej.

W ostatnim kroku wierzchnią stronę płytki pokryto folią poliimidową, w celu kontroli naprężeń mechanicznych podczas uwalniania plazmowego mikrobelek. Mikrobelki zostały uwolnione w procesie suchego trawienia krzemu od strony spodniej, a ochronna warstwa poliimidowa została usunięta 7.2. Uzyskane w ten sposób mikrobelki miały 500 μm długości oraz 160 μm szerokości, grubość zaś została ustalona na podstawie obserwacji SEM i wynosiła od 1 do 3,5 μm .

Czip zawierający mikrobelkę został zamocowany na PCB, do której połączenia

elektryczne wykonano za pomocą złotych drutów techniką bondowania termicznego.



RYSUNEK 7.2: Proces wytwarzania mikrobelek z podłoża krzemowego o orientacji krystalograficznej <100>: a) fotolitografia kształtu membrany, b) trawienie w KOH, c) napylanie warstwy Ti/AU (20/200 nm), d) litografia kształtu elektrod, e) trawienie złota, f) fotolitografia trawienie kształtu belki (DRIE), g) osadzenie warstwy poliamidu, h) plazmowa pocienianie krzemu, i) usunięcie poliamidu i uwolnienie belki.

7.2 Pomiary belek - układ pomiarowy

Pomiary elektryczny mikrobelki przeprowadzone zostały z wykorzystaniem analizatora impedancji Agilent 4294 w warunkach ciśnienia atmosferycznego. Połączenie elektryczne między urządzeniem pomiarowym, a strukturą zrealizowane zostało za pomocą kabli koncentrycznych oraz specjalnej płytki drukowanej ze złączem SD pozwalającej na bezpieczną wymianę badanych belek. W porównaniu do systemów montażu mikrobelek wykorzystywanych np. w komercyjnych mikroskopach Veeco z serii Nanoscope metoda ta daje znacznie większą swobodę przy operowaniu dźwignią.

W celu uzyskania pola magnetycznego potrzebnego do pobudzenia drgań mikrobelki wykorzystano dwa równoległoboczne magnesy neodymowe umieszczone w uchwycie wykonanym za pomocą technologii druku 3D. Uchwyt był dodatkowo zaopatrzony w wyprofilowane miejsce do stabilnego umieszczenia płytki z dźwignią. Ponieważ system ten nie wymagał bardzo dokładnego spasowania elementów, druk 3D okazał się idealnym rozwiązaniem zarówno ze względu na czas wytworzenia uchwytu, ale również ze względu na jego niski koszt. Dodatkowo zastosowanie drukowanego uchwytu nie wpływa znacząco na rozkład pola magnetycznego. Mierzoną strukturę umieszczoną w uchwycie pomiarowym zaprezentowano na rysunku 7.3.



RYSUNEK 7.3: Wykonany w technologii druku 3D uchwyt pomiarowy. Widoczne są dwa magnesy neodymowe wykorzystywane jako źródło pola magnetycznego, a także czip z mikrobelką i płytki drukowane wykorzystywane do zapewnienia połączeń elektrycznych.

Pierwsza realizacja eksperymentu odbyła się z zastosowaniem jedynie analizatora impedancji i uchwytu pomiarowego. Niestety wyniki obarczone były dużym szumem wynikającym z wykorzystywaniem do pomiarów odkrytej elektrody bez żadnego ekranowania. W celu eliminacji tego problemu uchwyt pomiarowy wraz z próbką zamontowano w klatce Faraday'a wykorzystując przyciąganie magnesów do jej ścianki. Dodatkową korzyścią z tego rozwiązania była stabilizacja mechaniczna całego układu i możliwość skorzystania z umieszczonego w klatce Faradaya blatu optycznego i śrub do montażu kabli.

7.3 Wyniki pomiarów

Pomiary struktury rozpoczęto od wykorzystania wibrometru laserowego do zmierzenia jej widma szumu termomechanicznego. Wyniki następnie dopasowano korzystając z przygotowanej w oprogramowaniu OriginPro funkcji w celu określenia częstotliwości rezonansowej mikrobelki. Zmierzoną krzywą oraz wynik dopasowania zaprezentowano na rysunku 7.4.



RYSUNEK 7.4: Wyniki pomiarów szumu termomechanicznego mikrobelki wykonane za pomocą wibrometru laserowego w celu określenia jej częstotliwości rezonansowej.

Istnieje możliwość wyznaczenia częstotliwości rezonansowej na podstawie pomiaru za pomocą analizatora impedancji, ale takie rozwiązanie byłoby niepraktyczne. Przemiatanie częstotliwością pobudzenia jest znacznie wolniejsze niż pomiar szumu termomechanicznego więc tak długo, jak przewidywana częstotliwość rezonansowa znajduje się w zakresie pomiarowym wibrometru laserowego jest to rozwiązanie ułatwiające dalsze badania.

W wyniku powyższego pomiaru i dopasowania określono częstotliwość rezonansową mikrobelki na $f_{rez} = 51545Hz$.

Przed umieszczeniem struktury w uchwycie pomiarowym wykonano również pomiar indukcji pola magnetycznego korzystając z ręcznego magnetometru. Ponieważ system montażowy przystosowany jest do wykorzystania ze strukturami MEMS i NEMS wykorzystanie magnetometru wiąże się z pewnymi trudnościami jeśli chodzi o umieszczenie czujnika w dokładnie tym samym miejscu w którym docelowo będzie znajdowała się dźwignia i należy brać w tym przypadku pod uwagę możliwą dużą niepewność pomiarową. Na potrzeby weryfikacji modelu zgrubne określenie wartości pola na B = 0,2T jest w zupełności wystaczające.

Przeprowadzono następnie właściwe pomiary z wykorzystaniem analizatora impedancji. Do pobudzenia wykorzystano niewielkie, równe 10mV napięcie co przy rezystancji mikrobelki (wraz ze wszystkimi połączeniami) równej 9,56 Ω skut-kowało przepłynięciem przez nią prądu równego około 1mA. Wyniki pomiarów i dopasowania za pomocą elektrycznego obwodu równoważnego skonstruowa-nego w oprogramowaniu ZView przedstawiono na rysunku 7.5.



RYSUNEK 7.5: Wyniki pomiarów metodą spektroskopii impedancyjnej i dopasowania wykonane w oprogramowaniu ZView.

W celu weryfikacji zaprezentowanego wcześniej modelu postanowiono oszacować masę mikrobelki. Korzystając ze znanych wymiarów i fizycznych parametrów materiałów obliczono, że powinna ona ważyć około 320*pg*.

Następnie, korzystając z wyników dopasowania za pomocą elektrycznego obwodu równoważnego wyznaczono wartość pojemności dla równania 6.16 równą C = 0,117F. Wiedząc z równania 6.17, że dopasowana wartość pojemności będzie odwrotnie proporcjonalna do kwadratu indukcji pola magnetycznego, którego wartość jest znana, odwrotnie proporcjonalna do długości elektrody odpowiadającej za pobudzenie, a więc szerokości mikrobelki, która również jest stałą, znaną wartością, oraz proporcjonalna do masy możliwe było zatem oszacowanie jej wartości. Uzyskano w tym przypadku wartość m = 119pg co, znając trudności z dokładnym wyznaczeniem wszystkich parametrów, stanowi w zupełności zadowalający stopień dopasowania wyników.

Po przeprowadzeniu pomiarów i analizie wyników stwierdzono, że model zaprojektowany został poprawnie i że możliwe jest jego wykorzystanie w technice pomiarowej. Dzięki temu potencjalnie może stać się wykonywanie badań nanostruktur takich jak nanorurki węglowe czy włókna osadzone metodą FEBID.

Rozdział 8

Spektroskopia impedancyjna drgających struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie elektrostatycznym - zagadnienia teoretyczne

Obecnie stosowane są trzy podejścia do aktuacji elektrostatycznie wzbudzanych nanostruktur: wytworzenie podłoża z dwiema elektrodami w celu uzyskania niewielkiej odległości umożliwiającej osadzanie nanostruktur [101], zastosowanie nanomanipulatorów w celu utworzenia połączenia elektrycznego z badaną strukturą lub elektrodami [102] oraz produkcja całych urządzeń, takich jak napędy grzebieniowe (ang. comb drive) [103, 84]. Pomiary zazwyczaj składają się z dwóch etapów: elektrycznych pomiarów częstotliwości rezonansowej i wizyjnego określenia amplitudy ugięcia za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego [45, 46, 47, 48]. Wykorzystanie wibrometrii SEM jako metody pomiarowej wiąże się jednak z wieloma ograniczeniami. Po pierwsze, potrzebny jest ciężki, nieporęczny i kosztowny SEM, co z kolei powoduje powstawanie drugiego problemu: przeprowadzenie takich pomiarów jest możliwe tylko i wyłącznie w laboratorium. Wreszcie, w zależności od częstotliwości rezonansowej i prędkości skanowania wiązką elektronów, technika ta może pokazywać fałszywe wyniki ze względu na częstotliwość Nyquista i możliwość wystąpienia aliasingu, oraz pozwala jedynie na ocenę amplitudy drgań.

Pomiary czysto elektryczne wibrujących nanostruktur pobudzanych elektrostatycznie są zazwyczaj wykonywane jedynie w celu określenia częstotliwości rezonansowej i liniowości próbki [104, 102]. Używanie analizatorów impedancji do wykonywania pomiarów jest dość powszechne, choć obecnie metoda ta jest wykorzystywana w niepełnym zakresie w kontekście jej pełnych możliwości [105]. Druga metoda pomiarowa polega na wykorzystaniu wzmacniaczy fazoczułych i opartej tylko na amplitudzie analizie właściwości struktur NEMS [102, 106].

Wykonywanie pomiarów struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie elektrostatycznym może być jednak w wygodny sposób wykonywane przy użyciu pełnych możliwości spektrokopii impedancyjnej do określenia właściwości fizycznych na podstawie pomiarów elektrycznych. Technika ta została opisana w rozdziale 2 i z powodzeniem zweryfikowana w przedstawionym eksperymencie.

8.1 Fizyczny model drgających struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie elektrostatycznym

Na potrzeby przygotowania modelu fizycznych właściwości drgających struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie elektrostatycznym przyjęto, że będą się one składały z dwóch elektrod, przy czym jedna z nich będzie nieruchoma, a druga będzie zbliżała się i oddalała pod wpływem działającej siły (rys. 8.1).



RYSUNEK 8.1: Schematyczna reprezentacja struktury MEMS aktuowanej i o odczycie elektrostatycznym jako oscylatora harmonicznego. Elektrody oznaczone są przez poziome, złote linie, przy czym górna (z symbolem sprężyny) jest ruchoma, a dolna nieruchoma. Jako oscylator harmoniczny traktowana jest górna elektroda.

Jeżeli do struktury o dwóch równoległych elektrodach umieszczonych w odległości *d* od siebie, o powierzchni *A* przyłożone zostanie napięcie *U* to wygenerowana zostanie siła F(t). Siła działając na elektrody będzie dana wzorem 8.1.

$$F(t) = \frac{U^2 \epsilon_0 A}{2d^2} \tag{8.1}$$

Przyłożenie do struktury napięcia U(t) składającego się zarówno ze składowej stałej U_{DC} jak i napięcia przemiennego o amplitudzie \hat{u} , danego wzorem 8.2 skutkować będzie wytworzeniem pomiędzy elektrodami siły F(t) danej wzorem 8.3. Siła F(t) składała będzie się ze składowej stałej F_s wytworzonej przez składową stałą napięcia (U_{DC}) oraz przemiennej \hat{F} wytworzonej przez składową przemienną napięcia (\hat{u}).

$$U(t) = U_{DC} + \hat{u}sin(\omega t) \tag{8.2}$$

$$F(t) = F_s + \hat{F}sin(\omega t) \tag{8.3}$$

Ponieważ siła oddziałująca na strukturę dana jest równaniem parabolicznym 8.5 nie jest możliwe wykonanie pomiaru stosując jedynie napięcie przemienne. Przyłożenie stałego napięcia U_{DC} , którego wartość przekracza połowę amplitudy napięcia przemiennego \hat{u} powoduje wytworzenie stałej siły F_s , która powoduje przesunięcie ruchomej elektrody z jej naturalnego położenia i jednocześnie zmienia punkt pracy układu w taki sposób, że znajduje się on po tylko jednej stronie paraboli. Dodatkowo, zastosowanie odpowiednio dużego napięcia U_{DC} sprawia, że punkt pracy znajdzie się na części charakterystyki o charakterze zbliżonym do charakterystyki liniowej 8.4 (rys. 8.2) i dopiero taka konfiguracja sygnału pobudzającego może być wykorzystana do skutecznej aktuacji struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie elektrostatycznym. Siła wynikająca z napięcia przemiennego i stałego będzie więc wynosiła 8.5, a jej amplituda \hat{F} będzie równa 8.6.



RYSUNEK 8.2: Charakterystyka zależności siły od napięcia dla aktuacji elektrostatycznej.

$$\frac{dF}{dU} = \frac{U\epsilon_0 A}{d^2} \tag{8.4}$$

$$F(t) = \frac{U_{DC}\epsilon_0 A}{2d^2} (U_{DC} + 2\hat{u}sin(\omega t))$$
(8.5)

$$\hat{F} = \frac{U_{DC}\epsilon_0 A}{d^2}\hat{u}$$
(8.6)

Jeżeli wzbudzaną do drgań elektrodę potraktuje się jak oscylator harmoniczny o amplitudzie drgań \hat{x} wynikającej z amplitudy przyłożonej siły \hat{F} , masie m, naturalnym okresie rezonansowym oscylacji struktury ω_0 , okresie zmian siły pobudzającej ω , współczynniku tłumienia γ , fazie wychylenia w odniesieniu do fazy pobudzenia φ_x i wychyleniu chwilowym x(t) w danym momencie czasu t to jej zachowanie opisać można równaniami 3.1, 3.2 i 3.3.

Gdy do elektrod przyłożone zostanie napięcie na ich powierzchni zacznie gromadzić się ładunek *Q*. Będzie on zależny od zależny od pola powierzchni elektrod *A* i od odległości między nimi *d*, co wyrazić można równaniem 8.7. Wraz ze zmianą przyłożonego napięcia, a więc również zmianą siły oddziałującej na elektrody, będą się one przybliżały lub oddalały. Zmiana odległości między elektrodami będzie powodowała zmianę zgromadzonego na nich ładunku 8.8, a w efekcie przepływ prądu *I* 8.9, 8.10.

$$Q(t) = u(t) = \frac{\epsilon_0 A}{d} u(t)$$
(8.7)

$$\Delta Q = C U_{DC} = \frac{\epsilon_0 A}{d + \Delta d} U_{DC}$$
(8.8)

$$I = \frac{dQ}{dt} \tag{8.9}$$

$$i(t) = \frac{d\frac{\epsilon_0 A U_{DC}}{d_0 + x_0 \sin(\omega t - \varphi_x)}}{dt} = \epsilon_0 A U_{DC} \frac{-\hat{x} \cos(\omega t - \varphi_x)\omega}{(d_0 + \hat{x} \sin(\omega t - \varphi_x))^2}$$
(8.10)

W takim układzie będą występowały jednocześnie trzy istotne prądy wynikające z różnych efektów związanych ze wspomnianą metodą pobudzenia 8.11. Pierwszy z tych prądów związany będzie ze zmianami przyłożonego napięcia analogicznie do prądu płynącego przez kondensator, drugi wynikał będzie ze zmiany odległości między elektrodami. Trzeci z tych prądów będzie kombinacją obu wcześniejszych efektów, ale będzie występował jedynie na drugiej częstotliwości harmonicznej i stąd może zostać pominięty w dalszej analizie.

$$I = A\epsilon_{0}\omega \left(\frac{d\hat{u}cos[\omega t]}{d^{2}} - \frac{U_{DC}xcos[\varphi_{x} - \omega t]}{d^{2}} + \frac{\hat{u}xsin[\varphi_{x} - 2\omega t]}{d^{2}}\right)$$

$$(8.11)$$

W rozważanych strukturach odległość między elektrodami będzie o kilka rzędów wielkości większa niż wychylenia spowodowane przez przyłożone napięcie 8.12. Po przyjęciu powyższego założenia równanie 8.10 można uprościć do 8.13 i będzie ono określało jedynie wartość prądu wywołanego przez ruch struktury.

$$d \gg \hat{x} \tag{8.12}$$

$$i(t) = \epsilon_0 A U_{DC} \frac{-\hat{x}sin(\omega t - \varphi_x + \frac{\pi}{2})\omega}{d^2}$$
(8.13)

Łącząc powyższe równanie z równaniami oscylatora harmonicznego 3.1 i 3.2 możliwe jest zatem wyznaczenie teoretycznej wartości prądu wynikającego z ruchu elektrod płynącego przez strukturę. W tej sytuacji jedyna siła, która będzie wpływała na przepływ prądu to ta o charakterze przemiennym, a więc statyczne wychylenie struktury może zostać pominięte. Dodatkowo w trakcie analizy wyników pomiarów na wynik nie ma wpływu część sygnału występująca na drugiej częstotliwości harmonicznej. Stosując wszystkie powyższe założenia można więc połączyć równania 3.1 i 3.2 z częścią równania 8.11 odpowiadającą prądowi wynikającemu z ruchu elektrod aby uzyskać równanie 8.14.

$$i(t) = \frac{A^2 \epsilon_0 U_{DC}^2 \hat{u}}{d^4} \left(\frac{\omega}{m\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\omega\gamma)^2}} \right) e^{j(-\varphi_x)}$$
(8.14)

Jeżeli równanie na wartość płynącego prądu i(t), a więc odpowiedzi elektrycznej, podzielone zostanie przez amplitudę przyłożonego napięcia przemiennego \hat{u} , a więc sygnału pobudzającego, oraz znormalizowane przez okres sygnału pobudzającego ω to otrzymamy równanie na na zespoloną pojemność C* 8.15 takiej struktury.

$$C^{*} = \frac{A^{2}\epsilon_{0}U_{DC}^{2}}{d^{4}} \frac{1}{m\sqrt{(\omega_{0}^{2} - \omega^{2})^{2} + (\omega\gamma)^{2}}} e^{j(-\varphi_{x})} + \frac{A\epsilon_{0}}{d} e^{j(-\varphi_{x})}$$
(8.15)

Analizując równania 8.14 i 8.15 zauważyć można, że wartość zmierzonego sygnału zależna będzie od kilku podstawowych czynników. Najmniejszy wpływ na odpowiedź elektryczną będzie miała znajdująca się w mianowniku masa ruchomej elektrody. Pole powierzchni elektrody oraz stałe napięcie polaryzacji podniesione są do kwadratu i znajdują się w liczniku, a więc ich wpływ może być zauważalny. Największy wpływ na otrzymane wyniki będzie miała odległość między elektrodami, która znajduje się w mianowniku i podniesiona jest do czwartej potęgi. Wynika z tego, że dla uzyskania jak największego stosunku odpowiedzi elektrycznej do sygnału pobudzającego w trakcie projektowania urządzeń wykorzystujących struktury NEMS lub MEMS najistotniejszym parametrem będzie jak najmniejsza odległość pomiędzy elektrodami, a więc miniaturyzacja ma w tym przypadku pozytywny wpływ na wydajność.

8.2 Elektryczny model zastępczy struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie elektrostatycznym

Struktura MEMS lub NEMS składająca się z dwóch równoległych elektrod, o aktuacji i odczycie elektrostatycznym może być zaprezentowana jako szeregowy obwód RLC z równolegle dołączoną pojemnością i konduktancją [107] (rys. 8.3). W celu uproszczenia obliczeń, elementy dołączone równolegle mogą zostać na początku pominięte. Wynika to z faktu, że rezonans struktury opisany będzie w równaniu impedancji tylko przez szeregowy fragment obwodu. Wartości odpowiadające elementom dołączonym równolegle, a więc będące efektami pasożytniczymi, mogą zostać dołączone do równania przez dodawanie.



RYSUNEK 8.3: Elektryczny model równoważny dla struktury o aktuacji i odczycie elektrostatycznym.

Korzystając z wzoru na wartość ω_0 (8.16), przekształcając je do postaci (8.17) i wprowadzając je do równania na admitancję szeregowego obwodu RLC (8.18) możliwe jest uzyskanie zależności, w której występowały będą zarówno okres pobudzenia jak i okres rezonansu struktury (8.19)(8.20).

$$\omega_0 = \frac{1}{\sqrt{LC}} \tag{8.16}$$

$$LC = \frac{1}{\omega_0^2} \to C = \frac{1}{L\omega_0^2} \tag{8.17}$$

$$Y = \frac{1}{R + j\omega L + \frac{1}{j\omega C}}$$
(8.18)

$$Y = \frac{1}{R + j\omega L + \frac{1}{j\omega C}} =$$

$$= \frac{1}{R + j\omega L - j\frac{\omega}{\omega^2 C}} =$$

$$= \frac{1}{R + j\omega (L - \frac{1}{\omega^2 C})}$$
(8.19)

$$Y = \frac{1}{R + j\omega(L - \frac{\omega_0^2 L}{\omega^2})} = \frac{1}{R + j\omega L(1 - \frac{\omega_0^2}{\omega^2})} = \frac{1}{\frac{1}{R + \frac{jL}{\omega}(\omega^2 - \omega_0^2)}}$$
(8.20)

Równanie na amplitudę admitancji (8.21) może być następnie przekształcone do takiej formy (8.22), która będzie miała postać zbliżoną do wzoru wynikającego z obliczeń dla modelu fizycznego (8.15).

$$|Y| = \frac{1}{\sqrt{R^2 + \frac{L^2}{\omega^2}(\omega^2 - \omega_0^2)^2}}$$
(8.21)

$$|Y| = \frac{\omega}{L\sqrt{(\omega^2 - \omega_0^2)^2 + \omega^2 \frac{R^2}{L^2}}}$$
(8.22)

Równanie na amplitudę admitancji podzielić można obustronnie przez okres pobudzenia oraz przez jednostkę urojoną. Przekształcona w ten sposób amplituda admitancji |Y| będzie odpowiadała zespolonej pojemności *C**. Do uzyskanego równania można następnie dodać pojemność pasożytniczą występującą w strukturze(8.23).

$$\frac{Y}{j\omega} = C * = -\frac{1}{L\sqrt{(\omega^2 - \omega_0^2)^2 + (\omega_{\overline{L}}^R)^2}} e^{j\varphi} + C_0$$
(8.23)

Podobnie jak w przypadku struktur o aktuacji i odczycie magnetoelektrycznym po porównaniu równań (8.23) and (8.15) widać podobieństwa między wartościami modelu równoważnego obwodu elektrycznego a wartościami modelu fizycznego. Dzięki temu możliwe jest następnie wykorzystane ich do analizy parametrów struktury przy przeprowadzaniu tylko pomiarów elektrycznych. Ponieważ masa, powierzchnia i składowa stała przyłożonego napięcia są wartościami stałymi, dopasowując wartości zastępczego równoważnego modelu obwodu elektrycznego do zmierzonych krzywych rezonansowych, możliwe jest wyznaczenie zmian odległości w pomiarze przemieszczenia lub, zachowując stałą odległość między elektrodami, wyznaczyć z dużą dokładnością zmianę masy elektrody ruchomej. Warto jednak zauważyć, że takie struktury byłyby niezwykle wydajne jako czujniki odległości, a ich możliwości wykrywania zmian masy są na tym samym poziomie, co innych drgających czujników masy typu MEMS i NEMS.

Rozdział 9

Spektroskopia impedancyjna drgających struktur MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie elektrostatycznym - eksperyment

W eksperymentach z drgającymi strukturami MEMS i NEMS o aktuacji i odczycie elektrostatycznym wykorzystano dwa rodzaje nanostruktur: wykonane na zamówienie podwójnie zamocowane belki (lub nanomostki) (rys. 9.1) oraz komercyjną belkę przeznaczoną do pomiarów w mikroskopii bliskich oddziaływań. Nanomostki o długości 300 μm i szerokości 30 μm zostały wykonane z podłoży krzemowych z napyloną na wierzchu warstwą złota. Struktura została następnie przymocowana i dołączona elektrycznie do specjalnie zaprojektowanej płytki drukowanej, tak aby możliwe było przyłożenie napięcia nie tylko do złotej metalizacji, ale także do podłoża krzemowego.

W eksperymencie zastosowano komercyjną belkę z powłoką platynowo-irydową NanoWorld Arrow-EFM-20 o wymiarach 240 μm długości i 35 μm szerokości oraz częstotliwości rezonansowej 75 kHz.

9.1 Pomiary mostków - układ pomiarowy

Podczas każdego pomiaru próbki były podłączone do urządzeń pomiarowych za pomocą zwieracza elektrycznego, który zwierał elektrycznie obie elektrody i podłoże oraz pozwalał na pozostawienie rozwartego obwodu tylko w czasie prowadzenia pomiarów, co zapewniało ochronę przed wyładowaniami elektrostatycznymi. Wszystkie pomiary elektryczne wykonano za pomocą precyzyjnego analizatora impedancji Agilent 4294.



RYSUNEK 9.1: Obraz z mikroskopu optycznego złotego nanomostka użytego podczas eksperymentów o wymiarach: długość $l = 300 \ \mu m$ i szerokość $a = 30 \ \mu m$. Przewodząca warstwa wierzchnia nanomostka składała się ze 100 nm złota na 500 nm azotku krzemu tworzącego strukturę. Struktura była elektrycznie odizolowana od podłoża krzemowego grubą warstwą izolacyjną o grubości 1 μm of SiO₂.

9.1.1 Wykorzystanie światłowodu jako elektrody

Do przeprowadzenia pomiarów i pobudzenia elektrostatycznego przygotowano włókno światłowodowe, które wykorzystano jako drugą, nieruchomą elektrodę. W pierwszej kolejności włókno zostało pozbawione powłoki ochronnej i przecięte przy użyciu ostrza diamentowego w celu uzyskania możliwie płaskiej powierzchni prostopadłej do osi włókna, a następnie oczyszczone. Następnie przymocowano je do przewodu za pomocą srebrnego lakieru przewodzącego, aby warstwa przewodząca nie została uszkodzona, co mogło by nastąpić w trakcie późniejszego montażu. W dalszej kolejności na włókno i początek przewodu napylono cienką warstwę złota za pomocą obrotowej napylarki plazmowej. Po wykonaniu tych czynności sprawdzono połączenie elektryczne od końca przewodu do końca włókna za pomocą złącz sprężynujących i multimetru.

9.1.2 Układ do pomiarów w powietrzu

Pomiary w warunkach atmosferycznych przeprowadzono na złotym nanomostku (rys. 9.2). Próbka została zamocowana na śrubowym systemie pozycjonowania XYZ i podłączona do analizatora impedancji poprzez zwieracz elektryczny. Korzystając z drukarki 3D Prusa i3 MK3S, wydrukowano niestandardowy uchwyt dla mikromanipulatora MM3A-EM firmy Kleindiek Nanotechnik. Pokryty złotem światłowód został zamontowany na końcu mikromanipulatora prostopadle do powierzchni nanomostka (rys. 9.3). Do początkowej kontroli położenia wykorzystano mikroskop cyfrowy Dino-Lite oraz ręczną lunetę ustawione pod różnymi kątami w stosunku do próbki (rys. 9.4). Taka konfiguracja umożliwiła bardzo precyzyjne przemieszczanie światłowodu i oszacowanie odległości. Sprawdzenie konfiguracji w której elektrody dotykały się polegało na przyłożeniu niewielkiego napięcia do włókna i nanomostka, zbliżania ich do siebie oraz zmierzeniu prądu przepływającego przez układ. To położenie było następnie traktowane jako pozycja referencyjna dla określania odległości w kolejnych krokach pomiarowych.

Ze względu na bardzo silną zależność odpowiedzi elektrycznej od odległości między elektrodami oraz niższą dobroć struktury, podczas pomiarów w warunkach atmosferycznych uwzględniono tylko trzy punkty pomiarowe: styk, małą odległość i dużą odległość.

9.1.3 Układ do pomiarów w próżni

Pomiary w warunkach próżniowych przeprowadzono w komorze systemu SEM/FIB firmy Helios NanoLab 600i. Mierzono dwa rodzaje struktur - nanomostki (rys. 9.5) oraz komercyjne baelki przeznaczone do mikroskopii bliskich oddziaływań. Mikroskop elektronowy służył do kontroli położenia światłowodu-elektrody względem próbki.

Do pozycjonowania światłowodu względem próbki użyto mikromanipulatora MM3A-EM firmy Kleindiek Nanotechnik z wydrukowanym w 3D uchwytem na światłowód. W celu zamocowania próbki równolegle do czoła światłowodu wykonano i zamocowano frezowany stalowy z uchwyt mocującym, który stanowił przedłużenie standardowego stolika na próbki w komorze SEM. Uchwyt na przewody, wydrukowany na drukarce 3D, służył do przytrzymywania przewodów światłowodu-elektrody, aby zminimalizować ciężar ramienia mikromanipulatora i uzyskać porównywalny ruch w obu kierunkach w przypadku ruchu w pionie (rys. 9.6).

Do połączenia przewodów pomiarowych wewnątrz układu SEM/FIB zastosowano własną płytkę drukowaną, która umożliwia pomiary do 110 MHz. Podobnie jak w przypadku pomiarów w warunkach atmosferycznych, cały układ został podłączony do analizatora impedancji poprzez zwieracz elektryczny.



RYSUNEK 9.2: Schematyczna reprezentacja układu do pomiaru w warunkach atmosferycznych. Mikromanipulator Kleindiek z przymocowanym do niego taśmą przewodzącą światłowodem były podłączone do wspólnego źródła napięcia. Po prawej stronie przedstawiono schematyczny przekrój poprzeczny układu (oś Z nie skali).

9.2 Wyniki pomiarów mostków - powietrze

Częstotliwość rezonansową nanomostków zmierzono w warunkach atmosferycznych przy użyciu wibrometru laserowego SIOS SP-S ze stolikiem liniowym XY o mikrometrowym przesuwie (rysunek 2.6). Pomiar wykonywany był przy pobudzeniu struktury do drgań metodą elektrostatyczną, przy czym napięcie przykładane było między nanomostkiem a podłożem krzemowym. Do wzbudzenia nanomostka użyto napięcia międzyszczytowego 2 V i napięcia stałego 3 V. Dla struktury zmierzono częstotliwość rezonansową wynoszącą f_{res}=125.8 kHz (rysunek 9.8).

Pomiary metodą spektroskopii impedancyjnej przeprowadzono przy napięciach 40 V_{DC} i 1 V_{AC} przyłożonych między włókno światłowodowe pokryte złotem a nanomostek. Aby uniknąć potencjalnego pasożytniczego pobudzenia, które



RYSUNEK 9.3: Układ pomiarowy w warunkach atmosferycznych. Na bokach zdjęcia widoczny jest śrubowy system pozycjonowania XYZ. Kleindiek Nanotechnik MM3A-EM (po lewej) i płytka drukowana z przymocowaną nanostrukturą (po prawej) zostały zamontowane na wydrukowanych na drukarce 3D uchwytach.

mogłoby wystąpić w strukturze, metalizacja nanomostka i podłoże krzemowe zostały ze sobą zwarte elektrycznie, a następnie dołączone do masy układu pomiarowego. Za pomocą mikromanipulatora Kleindiek włókno światłowodowe zostało przysunięte do pozycji możliwie najbliższej względem nanomostka, która nie powodowała zwarcia, i wykonano pierwszy pomiar, a następnie wycofano je przy użyciu najwyższej precyzji ruchu manipulatora w celu wykonania drugiego pomiaru (rysunek 9.9).

Wykorzystując równanie (8.23) wyniki dopasowano przy użyciu oprogramowania ZView w celu obliczenia wartości parametrów elektrycznych obwodu zastępczego. Porównując równania (8.23) i (8.15) możliwe jest określenie właściwości fizycznych próbki jedynie poprzez dopasowanie wyników do równania obwodu zastępczego.

9.3 Wyniki pomiarów mostków - próżnia

W warunkach próżniowych dobroć drgających struktur MEMS i NEMS zazwyczaj rośnie i można jednocześnie zaobserwować przesunięcie częstotliwości rezonansowej. Zmiany te mogą mieć różną wielkość i zależą od geometrii oraz od



RYSUNEK 9.4: Układ mostek-światłowód widoczny przez ręczną lunetę zamontowaną od przodu układu pomiarowego. Otwór wokół nanomostka jest widoczny w centrum obrazu, ponieważ nanomostek jest pokryty złotem, a światłowód działa jako nieruchoma elektroda. Ponieważ światłowód i jego odbicie na powierzchni próbki tworzą linię prostą, jest ona prostopadła do powierzchni.

liczby punktów podparcia. Po umieszczeniu nanomostka w komorze próżniowej skaningowego mikroskopu elektronowego przeprowadzono pomiary z wykorzystaniem spektroskopii impedancyjnej. Zmieniając odległość między włóknem a nanomostkiem i jednocześnie przykładając między nimi napięcia 40 V_{DC} i 20 mV_{AC}, możliwa jest obserwacja zmieniającej się odpowiedzi elektrycznej. Ze względu na zwiększenie się dobroci struktury można było jednak zaobserwować bardzo silną nieliniowość (rysunek 9.10) nawet przy niewielkim sygnale pobudzającym. Z powodu właściwości mechanicznych próbki, zmniejszanie stałej siły naprężającej powodowało niemierzalną odpowiedź elektryczną, a dalsze zmniejszanie odległości między światłowodem a nanomostkiem nie było możliwe ze względu na przyciąganie między nimi powodujące ich stykanie się ze sobą, a więc też zwarcie elektryczne. W przypadku nanomostków o tej konstrukcji było więc niemożliwe przeprowadzenie pomiarów w warunkach próżniowych i dopasowanie krzywych do otrzymanych wyników z użyciem wyprowadzonych wcześniej równań.



RYSUNEK 9.5: Zdjęcie SEM z eksperymentu w warunkach próżniowych. Dwa bondy (po prawej) zostały wcześniej odsunięte na bok, aby uniknąć potencjalnych zwarć. Mostek wygląda na pofalowany ze względu na występujące w nim naprężenia wewnętrzne, co jest dość typowe dla tego typu struktur o takich rozmiarach. Warstwa złota na światłowodzie nie jest idealnie równa, ale w przeprowadzonym eksperymencie różnice te są pomijalne.

9.4 Wyniki pomiarów belki - próżnia

W warunkach wysokiej próżni panujących w komorze skaningowego mikroskopu elektronowego nieliniowe zachowanie nanomostków było dużo silniejsze, nawet przy zastosowaniu możliwie jak najmniejszych sił przy użyciu precyzyjnego analizatora impedancji Agilent 4294a. Dodatkowo w odległości umożliwiającej wykonanie pomiarów, nanomostek i światłowód pokryty złotem stykały się natychmiast po przyłożeniu napięcia pobudzającego, dlatego eksperyment przeprowadzono z użyciem komercyjnej belki.

Pokryta platyną/irydem belka NanoWorld Arrow-EFM-20 9.7 została zamocowana w komorze próżniowej SEM na pryzmie (rysunek 9.6). Wydrukowany z wykorzystaniem technologii druku 3D uchwyt na włókno światłowodowe ustawiono w taki sposób, aby czoło włókna było na tyle równoległe względem powierzchni belki, na ile było to możliwe. Po przyłożeniu napięcia 1,5 V_{DC} w celu zapewnienia jak najbardziej liniowego charakteru siły przyłożonej do struktury i wymuszonej napięciem 500 mV_{AC} wykonano pomiary metodą spektroskopii Rozdział 9. Spektroskopia impedancyjna drgających struktur MEMS i NEMS o 80 aktuacji i odczycie elektrostatycznym - eksperyment



RYSUNEK 9.6: Układ doświadczalny w warunkach próżniowych. Po lewej stronie widoczny jest mikromanipulator Kleindiek z przedłużką ramienia i wydrukowanym w 3D uchwytem na włókno. Pokryta platyną/irydem belka NanoWorld Arrow-EFM-20 została zamocowana na pryzmie (po prawej). W prawym górnym rogu zdjęcia widoczna jest płytka drukowana do połączenia elektrycznego.

impedancyjnej przy użyciu precyzyjnego analizatora impedancji Agilent 4294a. Przy użyciu mikromanipulatora firmy Kleindiek przesuwano włókno do pozycji w której dotykało ono powierzchni belki, na co wskazywało widoczne w pomiarze zwarcie, a następnie wycofywano je, aby rozpocząć pomiary w możliwie najbliższej pozycji bez kontaktu spowodowanego przyciąganiem wynikającej z przyłożonego stałego napięcia. Ponieważ komercyjne belki mają stałą, podaną przez producenta częstotliwość rezonansową w warunkach atmosferycznych, nie wykonano pomiarów wibrometrem laserowym SIOS. Przy powolnym, zgrubnym przemiataniu częstotliwością pobudzenia w szerokim paśmie uzyskano częstotliwość rezonansową w warunkach próżniowych wynoszącą około f_{res}=77.56 kHz, którą wykorzystano w dalszych pomiarach jako środkową częstotliwość względem której dobierane było okno pomiarowe.

Następnie wykonano serię pomiarów w coraz większej odległości włókna światłowodowego względem belki. Wyniki zaprezentowano na rysunku 9.11.





Wyniki dopasowywano za pomocą równań (8.23) i (8.15), a następnie wyznaczono odległość między belką a światłowodem pokrytym złotem dla każdego z uzyskanych pomiarów. Pomiar wykonywany był z maksymalną możliwą dla analizatora impedancji Agilent 4294a liczbą punktów pomiarowych ale mimo tego szum jest wyraźnie widoczny w wynikach pomiarów. Zastosowanie spektroskopii impedancyjnej jako techniki pomiarowej pozwoliło na precyzyjne dopasowanie wyników, a uzyskane niepewności pomiarowe były niewielkie. W przypadku obliczeń odległości uzyskano błąd standardowy o trzy rzędy wielkości mniejszy od zmierzonych wartości. Następnie wykreślono zależność pomiędzy maksymalnymi uzyskanymi wartościami G w funkcji odległości, co przedstawiono na rysunku 9.12.



RYSUNEK 9.8: Wyniki pomiarów częstotliwości rezonansowej nanomostka wykonane przy użyciu wibrometru laserowego SIOS w warunkach atmosferycznych. W celu wzbudzenia drgań próbki, pomiędzy nanomostek a podłoże krzemowe całej próbki przyłożono napięcie międzyszczytowe o wartości 2 V oraz stałe napięcie o wartości 3 V. Uzyskano częstotliwość rezonansową f_{res}=125.8 kHz.



RYSUNEK 9.9: Wyniki pomiarów spektroskopii impedancyjnej nanomostków wykonanych za pomocą analizatora impedancji Agilent 4294a w warunkach atmosferycznych. W celu pobudzenia próbki zastosowano napięcie międzyszczytowe 1 V i stałe napięcie 40 V. Pokryte złotem włókno światłowodowe przesuwano w kierunku nanomostka do momentu wykrycia zwarcia, a następnie wycofano je do najbliższego położenia, w którym układ był rozwarty (otwarte okręgi i linia ciągła), po czym wycofano je pojedynczym krokiem mikromanipulatora (punkty z wypełnieniem).



RYSUNEK 9.10: Wyniki pomiarów metodą spektroskopii impedancyjnej nanomostków wykonanych za pomocą analizatora impedancji Agilent 4294a w warunkach próżniowych. Pomiędzy światłowód a nanomostek przyłożono stałe napięcie o wartości 40 V oraz napięcie międzyszczytowe 20 mV. Ze względu na bardzo dużą dobroć nanomostka w warunkach próżniowych zaobserwowano wyraźną nieliniowość.



RYSUNEK 9.11: Zmierzone (kropki) i dopasowane (linie) wartości przedstawiające krzywe rezonansowe belki NanoWorld Arrow-EFM-20 pokrytej platynowo-irydową warstwą przewodzącą. Pomiary wykonano metodą spektroskopii impedancyjnej za pomocą analizatora impedancji Agilent 4294a w warunkach próżniowych.


RYSUNEK 9.12: Dopasowanie uzyskanych wyników pomiarów równaniem (8.23). Wykorzystano wartości maksymalne konduktancji G w funkcji odległości. Uwzględniono tylko wyniki pomiarów w eksperymencie z użyciem belki w warunkach próżni.

Zależność G = f(d) dopasowano za pomocą funkcji:

$$G = G_0 + \frac{A^2 \cdot \epsilon_0^2 \cdot U_{DC}^2}{m \cdot d^4}$$
(9.1)

którą wyprowadzono na podstawie modelu fizycznego elektrostatycznie pobudzanej struktury MEMS/NEMS (8.15), przyjmując następujące założenia: m = 800 ng, $U_{DC} = 1,5$ V, a wartości G_0 i A jako parametry dopasowania. Uzyskano bardzo zadowalającą zgodność pomiędzy wynikami pomiarów a modelem.

d (um)	SE d (nm)	f_0 (Hz)	gamma	SE gamma	C_0 (fF)	G ₀ (nS)	szczyt. G (nS)	SE szczyt. G (nS)
1.97555	6.00764	77563.52406	13.47065	0.34091	390.960	4.12931	5.28937	2.93580E-2
2.10714	10.1120	77562.02577	12.88339	0.51466	390.597	4.11556	4.93934	3.29079E-2
2.20439	16.7825	77560.25981	13.99257	0.88635	390.254	4.10356	4.68215	3.66504E-2
2.26210	18.2025	77558.87605	15.15149	1.01392	390.047	4.09349	4.55109	3.06217E-2
2.46738	32.7404	77558.74441	13.07957	1.44462	389.533	4.08480	4.39958	3.47645E-2
2.62714	45.3246	77558.1607	13.36812	1.91948	389.043	4.07303	4.28439	3.03478E-2
TABLICA 9 dopasowar	1: Dopasowa no wartości Co	ne parametry k i Go. podczas go	rzywych G dv pozostałe	zmierzone w parametry by	celu określ łv przypisa	enia warto ane na stałe	ści szczytowej. V 2. Po drugie, dopa	V pierwszej kolejnośc asowano tvlko wartoś

TABLICA 9.1: Dopasowane parametry krzywych G zmierzone w celu określenia wartości szczytowej. W pierwszej kolejności dopasowano wartości C_0 i G_0 , podczas gdy pozostałe parametry były przypisane na stałe. Po drugie, dopasowano tylko wartość f_0 , podczas gdy pozostałe parametry były przypisane na stałe. Na koniec dopasowano wartości d i gamma, podczas gdy pozostałe parametry były przypisane na stałe. Wartość szczytowa została określona przez oprogramowanie OriginPro 9 podczas końcowego dopasowania.

Rozdział 9. Spektroskopia impedancyjna drgających struktur MEMS i NEMS o 86 aktuacji i odczycie elektrostatycznym - eksperyment

Rozdział 10

Podsumowanie

W rozprawie zaprezentowano elektryczne metody pomiarów i analizy wychyleń układów MEMS i NEMS. Jako metody pomocnicze i jako sposób na weryfikację metod analitycznych wykorzystano również wibrometrię laserową oraz wibrometrię elektronową.

Wyprowadzono modele matematyczne oraz fizyczne elektryczne modele równoważne badanych struktur i skorelowano je nawzajem. Wyrażenia zostały przedstawione w postaci zespolonej dla struktur o pobudzeniu i odpowiedzi elektrostatycznej, co pozwala na wygodniejsze uwzględnianie pojemności pasożytniczych, które będą obecne w każdym układzie tego typu, natomiast w przypadku modeli dla struktur o pobudzeniu i odpowiedzi magnetoelektrycznej zdecydowano się na zastosowanie prostszej obliczeniowo i w implementacji postaci algebraicznej. Warto zaznaczyć, że tak podstawowe podejście do analizy odpowiedzi struktur drgających MEMS i NEMS pobudzanych elektrostatycznie oraz magnetoelektrycznie wedle mojej wiedzy nie było dotąd raportowane.

Dla struktur piezorezystywnych stosunek odpowiedzi do pobudzenia jest wartością proporcjonalną, wyrażaną jako czułość ugięciowa, która wymagała wyznaczenia eksperymentalnego. W przypadku struktur piezorezystywnych pobudzanych magnetoelektrycznie zależność opisująca odpowiedź elektryczną układu pozwala na wykazanie, że pomiar na częstotliwości 2ω pozwala na badanie czystej odpowiedzi piezorezystywnej.

Przygotowano stanowiska pomiarowe wraz z oprogramowaniem (lub modyfikacjami istniejącego oprogramowania) do obsługi urządzeń pomiarowych i akwizycji danych. Ze względu na potencjalny wpływ szumów i przesłuchów w pomiarach elektrycznych stosowano odpowiednie ekranowanie, kable koncentryczne oraz klatki Faradaya. Zdecydowano się również na wykorzystanie środowiska LabVIEW oraz na prowadzenie pomiarów w trybie punkt po punkcie, który pozwalał na bieżący podgląd wyników w każdym momencie prowadzenia pomiarów. Było to rozwiązanie niezbędne w przypadku przeprowadzania pomiarów z wykorzystaniem wibrometrii laserowej, ze względu na zamknięte oprogramowanie SEM i konieczność posiadania możliwości niezależnego podglądu na aktualny wynik pomiaru. Dodatkowo w trakcie weryfikacji poprawności konstrukcji układów pomiarowych pozwalało to na szybkie zatrzymywanie i wznawianie pomiarów w trakcie wprowadzania niezbędnych poprawek.

Poprawność powiązania ze sobą wyników pomiarów elektrycznych dopasowanych do modeli z opisami mechanicznymi zostały zweryfikowane eksperymentalnie. W przypadku struktur piezorezystywnych zależność zmian mierzonego napięcia od wychylenia dana była prostą zależnością proporcjonalną o wartości DS=18,2 $\frac{V}{m}$ co zostało określone przez porównanie pomiarów elektrycznych z otrzymanymi wibrometrią laserową przy zsynchronizowanym pomiarze. Zależność wychylenia struktur piezorezystywno-magnetoelektrycznych dzięki wyznaczeniu zależności opisującej wartość odpowiedzi i pomiarowi na częstotliwości 2 ω pozwoliła na uzyskanie wyników związanych tylko z ugięciem dźwigni jednak w tym przypadku kluczowe było jakościowe, a nie ilościowe jego określenie, co pozwoliło na wykazanie wyrównania działających na dźwignię sił. Do weryfikacji elektrycznych modeli równoważnych i ich korelacji z modelami fizycznymi wykorzystano pomiary za pomocą analizatora impedancji i późniejsze dopasowywanie wyników za pomocą oprogramowania OriginPro i ZView.

Wykorzystując zweryfikowane eksperymentalnie modele można nie tylko prowadzić badania wykorzystując tylko pomiary elektryczne. Dodatkowo dzięki znajomości zależności między odpowiedzią elektryczną, a parametrami fizycznymi struktur można uwzględnić te informacje już na etapie projektowania struktur optymalizując ich konstrukcje pod kątem elektrycznej detekcji wychyleń.

Bibliografia

- [1] Luigi Galvani, Giovanni Aldini i in. *De viribus electricitatis in motu musculari: commentarius cum Joannis Aldini dissertatione et notis: accesserunt epistolae ad animalis electricitatis theoriam pertinentes.* Soc. Typogr., 1792.
- [2] Richard Fowler. Experiments and observations relative to the influence lately discovered by M. Galvani and commonly called animal electricity. T. Duncan, 1793.
- [3] Marco Piccolino. "Luigi Galvani's path to animal electricity". W: *Comptes rendus biologies* 329.5-6 (2006), s. 303–318.
- [4] MM Longet. "MEDICO-CHIRU11GICAL". W: (1845).
- [5] Robert Routledge. *A popular history of science*. G. Routledge i sons, 1881.
- [6] Alessandro Volta. "XVII. On the electricity excited by the mere contact of conducting substances of different kinds. In a letter from Mr. Alexander Volta, FRS Professor of Natural Philosophy in the University of Pavia, to the Rt. Hon. Sir Joseph Banks, Bart. KBPR S". W: *Philosophical transactions* of the Royal Society of London 90 (1800), s. 403–431.
- [7] Michael B Schiffer. *Power struggles: Scientific authority and the creation of practical electricity before Edison.* MIT Press, 2008.
- [8] Charles Wheatstone. "An account of several new instruments and processes for determining the constants of a voltaic circuit". W: *Abstracts of the Papers Printed in the Philosophical Transactions of the Royal Society of London*.
 4. The Royal Society London. 1843, s. 469–471.
- [9] S Hunter Christie. "The Bakerian lecture: experimental determination of the laws of magneto-electric induction in different masses of the same metal, and of its intensity in different metals". W: *Philosophical Transactions of the Royal Society of London* 123 (1833), s. 95–142.
- [10] Stig Ekelof. "The genesis of the Wheatstone bridge". W: Engineering Science & Education Journal 10.1 (2001), s. 37–40.
- [11] Georg Simon Ohm. *The Galvanic circuit investigated mathematically*. 102. D. Van Nostrand Company, 1905.
- [12] Henry Cavendish. *The electrical researches of the Honourable Henry Cavendish, written*. 4. the University Press, 1879.

- [13] AH Armstrong. "A Graphic Recording-Ammeter". W: *Transactions of the American Institute of Electrical Engineers* 22 (1903), s. 689–694.
- [14] James Clerk Maxwell. On Faraday's lines of force. Good Press, 2021.
- [15] Kalil T Swain Oldham. *The doctrine of description: Gustav Kirchhoff, classical physics, and the "purpose of all science" in 19 th-century Germany.* University of California, Berkeley, 2008.
- [16] Oliver P Hubbard. "ART. XIV.–M. Ampere's communication to the Academy of Sciences upon an experiment of M. Pixii relative to a Current produced by the Rotation of a Magnet with an improved apparatus, Oct. 29, 1832. Translated from the Annales de Chim. et de Phys., Sept., 1832". W: *American Journal of Science and Arts (1820-1879)* 24.1 (1833), s. 144.
- [17] Lei Wei i in. "The recent progress of mems/nems resonators". W: Micromachines 12.6 (2021). ISSN: 2072666X. DOI: 10.3390/mi12060724.
- [18] Yihang Wang, Liang Yin i Xiaowei Liu. "A Digital Closed-Loop Sense MEMS Disk Resonator". W: Sensors (2020).
- [19] Mengjiao Qu i in. "Monitoring of physiological sounds with wearable device based on piezoelectric MEMS acoustic sensor". W: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 32.1 (2022), s. 014001. ISSN: 0960-1317. DOI: 10.1088/1361-6439/ac371e.
- [20] Myoung-Ock Cho, Woojin Jang i Si-Hyung Lim. "Fabrication and Evaluation of a Flexible MEMS-Based Microthermal Flow Sensor". W: Sensors 21.23 (2021), s. 8153. ISSN: 14248220. DOI: 10.3390/s21238153.
- [21] S. Schlamminger, I. Yang i H. Kumar. "Redefinition of SI Units and Its Implications". W: *Mapan - Journal of Metrology Society of India* 35.4 (2020), s. 471–474. ISSN: 09703950. DOI: 10.1007/s12647 - 020 - 00421 - 1. URL: https://doi.org/10.1007/s12647-020-00421-1.
- [22] Cornelius J. Dennehy. "MEMS and Microstructures in Aerospace Applications". W: MEMS and Microstructures in Aerospace Applications. CRC Press, 2005, s. 13–34. ISBN: 9781420027747. DOI: 10.1201/9781420027747.
- [23] Thomas George. "MEMS/NEMS development for space applications at NASA/JPL". W: https://doi.org/10.1117/12.462856 4755 (2002), s. 556–567. DOI: 10.1117/12.462856.
- [24] Giorgio Mussi i in. "A MEMS Real-Time Clock with Single-Temperature Calibration and Deterministic Jitter Cancellation". W: IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control 68.3 (2021), s. 880–889. ISSN: 15258955. DOI: 10.1109/TUFFC.2020.3013976.

- [25] Jie Yu i in. "A resonant high-pressure sensor based on dual cavities". W: Journal of Micromechanics and Microengineering 31.12 (2021), s. 1725–1728. ISSN: 13616439. DOI: 10.1088/1361-6439/ac333d.
- [26] Shashwat Bhattacharya i in. "Detection of Polystyrene Beads Concentration Using an SOI-MEMS Differential Rotational Thermal Piezoresistive Resonator for Future Label-Free Biosensing Applications". W: *IEEE Sensors Journal* 21.19 (2021), s. 21400–21409. ISSN: 15581748. DOI: 10.1109/ JSEN.2021.3103740.
- [27] Deepak kumar Singh i A. Prabha. "Industrial machine monitoring using MEMS technology". W: 2012 International Conference on Computing, Electronics and Electrical Technologies (ICCEET). IEEE, 2012, s. 602–605. ISBN: 978-1-4673-0212-8. DOI: 10.1109/ICCEET.2012.6203814. URL: http://ieeexplore.ieee.org/document/6203814/.
- [28] Jacopo Iannacci i in. "A novel MEMS-based piezoelectric multi-modal vibration energy harvester concept to power autonomous remote sensing nodes for Internet of Things (IoT) applications". W: 2015 IEEE SENSORS -Proceedings (2015), s. 1–4. DOI: 10.1109/ICSENS.2015.7370550.
- [29] G. Binnig, C. F. Quate i Ch. Gerber. "Atomic Force Microscope". W: Phys. Rev. Lett. 56 (9 1986), s. 930–933.
- [30] T. R. Albrecht i in. "Microfabrication of cantilever styli for the atomic force microscope". W: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 8.4 (1990), s. 3386–3396.
- [31] Nancy A. Burnham i Richard J. Colton. "Measuring the nanomechanical properties and surface forces of materials using an atomic force microscope". W: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 7.4 (1989), s. 2906–2913.
- [32] Jie Yang, Kunio Takeyasu i Zhifeng Shao. "Atomic force microscopy of DNA molecules". W: *FEBS Letters* 301.2 (1992), s. 173–176.
- [33] A. Majumdar i in. "Thermal imaging by atomic force microscopy using thermocouple cantilever probes". W: *Review of Scientific Instruments* 66.6 (1995), s. 3584–3592.
- [34] M. Radmacher, M. Fritz i P. K. Hansma. "Imaging soft samples with the atomic force microscope: gelatin in water and propanol". W: *Biophysical Journal* 69.1 (1995), s. 264–270.
- [35] C. A. Putman i in. "Viscoelasticity of living cells allows high resolution imaging by tapping mode atomic force microscopy". W: *Biophysical Journal* 67.4 (1994), s. 1749–1753.
- [36] Gerhard Meyer i Nabil M. Amer. "Novel optical approach to atomic force microscopy". W: Applied Physics Letters 53.12 (1988), s. 1045–1047.

- [37] Gabi Neubauer i in. "Force microscopy with a bidirectional capacitance sensor". W: *Review of Scientific Instruments* 61.9 (1990), s. 2296–2308.
- [38] M. Tortonese i in. "Atomic force microscopy using a piezoresistive cantilever". W: TRANSDUCERS '91: 1991 International Conference on Solid-State Sensors and Actuators. Digest of Technical Papers. 1991, s. 448–451.
- [39] F. Niebelschuetz i in. "Piezoelectric actuated epitaxially grown AlGaN/GaN-resonators". W: *Physica Status Solidi (C) Current Topics in Solid State Physics* 7.7-8 (2010), s. 1829–1831. ISSN: 18626351. DOI: 10.1002/pssc.200983616.
- [40] Andi Setiono i in. "Performance of an electrothermal mems cantilever resonator with fano-resonance annoyance under cigarette smoke exposure".
 W: Sensors 21.12 (2021). ISSN: 14248220. DOI: 10.3390/s21124088.
- [41] Magdalena Moczała i in. "Resolution improvement in electromagnetically actuated Wheatstone bridge configuration micromechanical resonators".
 W: Sensors and Actuators, A: Physical 284 (2018), s. 181–185. ISSN: 09244247. DOI: 10.1016/j.sna.2018.10.028. URL: https://doi.org/10.1016/j.sna.2018.10.028.
- [42] K Kwoka i in. "Soft piezoresistive cantilevers for adhesion force measurements". W: *Sensors and Actuators A: Physical* 301 (2020), s. 111747.
- [43] R. Linnemann i in. "Characterization of a cantilever with an integrated deflection sensor". W: *Thin Solid Films* 264.2 (1995), s. 159–164. ISSN: 00406090.
- [44] Karolina Orłowska i in. "New design of the cantilevers for radiation pressure investigations". W: *Microelectronic Engineering* 201.July (2018), s. 10–15. ISSN: 01679317. DOI: 10.1016/j.mee.2018.09.003.
- [45] Karolina Orłowska i in. "A method of magnetic field measurement in a scanning electron microscope using a microcantilever magnetometer". W: *Metrology and Measurement Systems* 27.1 (2020), s. 141–149. ISSN: 23001941. DOI: 10.24425/mms.2020.131710.
- [46] M. A. Schröter, M. Holschneider i H. Sturm. "Analytical and numerical analysis of imaging mechanism of dynamic scanning electron microscopy". W: *Nanotechnology* 23.43 (2012). ISSN: 09574484. DOI: 10.1088/0957-4484/23/43/435501.
- [47] Jay Gaillard, Malcolm Skove i Apparao M. Rao. "Mechanical properties of chemical vapor deposition-grown multiwalled carbon nanotubes". W: *Applied Physics Letters* 86.23 (2005), s. 1–3. ISSN: 00036951. DOI: 10.1063/1. 1946186.
- [48] Martin Stermitz. "Free Standing Quasi-1D Resonators for Sensing Applications". Prac. mag. Graz University of Technology, 2014.

- [49] T. Cebriano i in. "Study of mechanical resonances of Sb2O3 micro- and nanorods". W: *Nanotechnology* 25.23 (2014). ISSN: 13616528. DOI: 10.1088/ 0957-4484/25/23/235701.
- [50] Tae Yun Kwon i in. "In situ real-time monitoring of biomolecular interactions based on resonating microcantilevers immersed in a viscous fluid".
 W: Applied Physics Letters 90.22 (2007), s. 1–4. ISSN: 00036951. DOI: 10.1063/1.2741053.
- [51] Taeyun Kwon i in. "Micromechanical observation of the kinetics of biomolecular interactions". W: *Applied Physics Letters* 93.17 (2008), s. 2006–2009. ISSN: 00036951. DOI: 10.1063/1.3006329.
- [52] Kyo Seon Hwang i in. "In-situ quantitative analysis of a prostate-specific antigen (PSA) using a nanomechanical PZT cantilever". W: *Lab on a Chip* 4.6 (2004), s. 547–552. ISSN: 14730197. DOI: 10.1039/b410905h.
- [53] Krzysztof Kwoka i in. "Impedance spectroscopy of electrostatically driven MEMS resonators". W: *Measurement* 215 (2023), s. 112845.
- [54] M Moczała i in. "Metrology of electromagnetic static actuation of MEMS microbridge using atomic force microscopy". W: Micron 84 (2016), s. 1–6.
- [55] Beverley Eyre, Kristofer SJ Pister i William Kaiser. "Resonant mechanical magnetic sensor in standard CMOS". W: IEEE Electron Device Letters 19.12 (1998), s. 496–498.
- [56] Konrad Chabowski i in. "Simple wide frequency range impedance meter based on AD5933 integrated circuit". W: *Metrology and Measurement Systems* 22.1 (2015).
- [57] Tomasz Piasecki, Konrad Chabowski i Karol Nitsch. "Design, calibration and tests of versatile low frequency impedance analyser based on ARM microcontroller". W: *Measurement* 91 (2016), s. 155–161.
- [58] Michael Huth, Fabrizio Porrati i Sven Barth. "Living up to its potential—Directwrite nanofabrication with focused electron beams". W: *Journal of Applied Physics* 130.17 (2021), s. 170901. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/5.0064764.
- [59] A. Wartelle i in. "Transmission XMCD-PEEM imaging of an engineered vertical FEBID cobalt nanowire with a domain wall". W: *Nanotechnology* 29.4 (2018). ISSN: 13616528. DOI: 10.1088/1361-6528/aa9eff.
- [60] Steve Hageman. "Design a DSP lock-in amplifier, Part 2: Design methodology". W: ().
- [61] Walter C Michels. "A double tube vacuum tube voltmeter". W: Review of Scientific Instruments 9.1 (1938), s. 10–12.
- [62] *Model 7280 DSP Lock-in Amplifier Instruction Manual*. Spraw. tech. AMETEK ADVANCED MEASUREMENT TECHNOLOGY, INC, 2011.

- [63] Digby D Macdonald. "Reflections on the history of electrochemical impedance spectroscopy". W: *Electrochimica Acta* 51.8-9 (2006), s. 1376–1388.
- [64] JRoss Macdonald i in. "Emphasizing solid materials and systems". W: *Impedance Spectroscopy; John Wiley & Sons Inc.: New York, NY, USA* (1987).
- [65] Roberto Etchenique i Ariel Dan Weisz. "Simultaneous determination of the mechanical moduli and mass of thin layers using nonadditive quartz crystal acoustic impedance analysis". W: *Journal of Applied Physics* 86.4 (1999), s. 1994–2000. ISSN: 00218979. DOI: 10.1063/1.370999.
- [66] Piotr Słupski. "Interferometric measurements of micro- and nanomechanical resonators". Prac. mag.
- [67] SIOS SP120-S Manual. Spraw. tech. SIOS, 2012.
- [68] Jeffrey L. Hutter i John Bechhoefer. "Calibration of atomic-force microscope tips". W: Review of Scientific Instruments 64.7 (1993), s. 1868–1873.
- [69] G. Jóźwiak i in. "The spring constant calibration of the piezoresistive cantilever based biosensor". W: Sensors and Actuators, B: Chemical 170 (2012), s. 201–206.
- [70] J-M Breguet, S Mazerolle i R Rabe. *The laboratory in scanning electron microscope concept: Lab-in-SEM*. Spraw. tech. 2004.
- [71] Walter Benenson i in. *Handbook of physics*. Springer Science & Business Media, 2006.
- [72] Karol Waszczuk i in. "Modulation of excitation signal as a method for measurement of the mechanical properties of miniature piezoelectric resonant devices in a viscous and conductive environment". W: *Measurement Science* and Technology 24.8 (2013), s. 085304.
- [73] Karolina Orłowska i in. "A method of magnetic field measurement in a scanning electron microscope using a microcantilever magnetometer". W: *Metrology and Measurement Systems* 27.1 (2020), s. 141–149.
- [74] Tomasz Piasecki i in. "Quartz tuning fork as in-situ sensor of bacterial biofilm". W: Procedia Engineering 87 (2014), s. 369–372.
- [75] A O Niedermayer i in. "Methods for the robust measurement of the resonant frequency and quality factor of significantly damped resonating devices". W: *Measurement Science and Technology* 23.8 (2012), s. 085107. ISSN: 0957-0233.
- [76] Ce Zhang, Jianming Yang i Zongyu Chang. Machinery dynamics. Academic Press, 2021.
- [77] Elena Kartashova. *Nonlinear resonance analysis: theory, computation, applications*. Cambridge University Press, 2010.

- [78] Georg Duffing. Erzwungene Schwingungen bei veränderlicher Eigenfrequenz und ihre technische Bedeutung. 41-42. Vieweg, 1918.
- [79] MJ Brennan i in. "On the jump-up and jump-down frequencies of the Duffing oscillator". W: *Journal of Sound and Vibration* 318.4-5 (2008), s. 1250– 1261.
- [80] Ali H Nayfeh i Dean T Mook. *Nonlinear oscillations*. John Wiley & Sons, 2008.
- [81] Takashi Kanamaru. "Van der Pol oscillator". W: Scholarpedia 2.1 (2007), s. 2202.
- [82] BLJ Braaksma i Hendrik Wolter Broer. "On a quasi-periodic Hopf bifurcation". W: Annales de l'Institut Henri Poincaré C, Analyse non linéaire. T. 4. 2. Elsevier. 1987, s. 115–168.
- [83] David Brunner, Han Woong Yoo i Georg Schitter. "Linear Modeling and Control of Comb-Actuated Resonant MEMS Mirror with Nonlinear Dynamics". W: IEEE Transactions on Industrial Electronics 68.4 (2021), s. 3315– 3323. ISSN: 15579948. DOI: 10.1109/TIE.2020.2982124.
- [84] Takashi Izawa, Takashi Sasaki i Kazuhiro Hane. "Scanning micro-mirror with an electrostatic spring for compensation of hard-spring nonlinearity".
 W: *Micromachines* 8.8 (2017). ISSN: 2072666X. DOI: 10.3390/mi8080240.
- [85] J. Thaysen i in. "Atomic force microscopy probe with piezoresistive readout and a highly symmetrical Wheatstone bridge arrangement". W: Sensors and Actuators, A: Physical 83.1 (2000), s. 47–53.
- [86] Karl F Anderson. "The new current loop: NASA's successor to the Wheatstone bridge". W: ISA Transactions 36.4 (1997), s. 351–356. ISSN: 00190578.
- [87] Maciej Wegrzecki. "64-element photodiode array for scintillation detection of x-rays". W: 13th International Scientific Conference on Optical Sensors and Electronic Sensors 9291 (2014), s. 929104.
- [88] JL Arlett i in. "Self-sensing micro-and nanocantilevers with attonewtonscale force resolution". W: *Nano Letters* 6.5 (2006), s. 1000–1006.
- [89] Hidetoshi Takahashi i in. "Simultaneous detection of particles and airflow with a MEMS piezoresistive cantilever". W: *Measurement Science and Tech*nology 24.2 (2013), s. 025107.
- [90] JA Harley i TW Kenny. "High-sensitivity piezoresistive cantilevers under 1000 Å thick". W: Applied Physics Letters 75.2 (1999), s. 289–291.
- [91] Giordano Tosolini i in. "Biomolecule recognition using piezoresistive nanomechanical force probes". W: *Applied Physics Letters* 102.25 (2013).

- [92] Andrzej Sierakowski i in. "Piezoresistive cantilever working in a shear force mode for in situ characterization of exposed micro- and nanostructures". W: *Measurement Science and Technology* 25.4 (2014).
- [93] P. Biczysko i in. "Contact atomic force microscopy using piezoresistive cantilevers in load force modulation mode". W: *Ultramicroscopy* 184 (2018), s. 199–208.
- [94] H. J. Pandya i in. "MEMS based low cost piezoresistive microcantilever force sensor and sensor module". W: *Materials Science in Semiconductor Processing* 19.1 (2014), s. 163–173.
- [95] Michał Zielony i in. "Micromachined scanning proximal probes with integrated piezoresistive readout and bimetal actuator for high eigenmode operation". W: Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena 28.6 (2010), C6N12–C6N17. ISSN: 2166-2746.
- [96] Bartosz Pruchnik i in. "Microcantilever-based current balance for precise measurement of the photon force". W: *Scientific Reports* 13.1 (2023), s. 1–9. ISSN: 20452322. DOI: 10.1038/s41598-022-27369-3. URL: https://doi.org/10.1038/s41598-022-27369-3.
- [97] Johannes Kepler. De Cometis Libelli Tres. 1619.
- [98] Ernest Fox Nichols i Gordon Ferrie Hull. "A preliminary communication on the pressure of heat and light radiation". W: *Physical Review (Series I)* 13.5 (1901), s. 307.
- [99] Ernest Fox Nichols i Gordon Ferrie Hull. "The pressure due to radiation.(second paper.)" W: *Physical Review (Series I)* 17.1 (1903), s. 26.
- [100] Dakang Ma, Joseph L Garrett i Jeremy N Munday. "Quantitative measurement of radiation pressure on a microcantilever in ambient environment". W: Applied Physics Letters 106.9 (2015), s. 091107.
- [101] Rosa Córdoba i in. "Suspended tungsten-based nanowires with enhanced mechanical properties grown by focused ion beam induced deposition".
 W: Nanotechnology 28.44 (2017). ISSN: 13616528. DOI: 10.1088/1361-6528/aa873c.
- [102] R. Ciocan i in. "Determination of the bending modulus of an individual multiwall carbon nanotube using an electric harmonic detection of resonance technique". W: *Nano Letters* 5.12 (2005), s. 2389–2393. ISSN: 15306984. DOI: 10.1021/n10514644.
- [103] David Brunner i in. "Self-sensing control of resonant MEMS scanner by comb-drive current feedback". W: *Mechatronics* 78.July (2021), s. 102631. ISSN: 09574158. DOI: 10.1016/j.mechatronics.2021.102631. URL: https: //doi.org/10.1016/j.mechatronics.2021.102631.

- [104] Georg Arnold i in. "Tunable 3D Nanoresonators for Gas-Sensing Applications". W: Advanced Functional Materials 28.19 (2018), s. 1–16. ISSN: 16163028.
 DOI: 10.1002/adfm.201707387.
- [105] Damon A. Smith i in. "Young's modulus and size-dependent mechanical quality factor of nanoelectromechanical germanium nanowire resonators". W: *Journal of Physical Chemistry C* 112.29 (2008), s. 10725–10729. ISSN: 19327447. DOI: 10.1021/jp8010487.
- [106] Deepika Saini i in. "Harmonic detection of resonance method". W: 14th IEEE International Conference on Nanotechnology, IEEE-NANO 2014 (2014), s. 188–191. DOI: 10.1109/NAND.2014.6968174.
- [107] Hassen M. Ouakad i in. "On the double resonance activation of electrostatically actuated microbeam based resonators". W: International Journal of Non-Linear Mechanics 121.February (2020), s. 103437. ISSN: 00207462. DOI: 10.1016/j.ijnonlinmec.2020.103437. URL: https://doi.org/10.1016/ j.ijnonlinmec.2020.103437.