

# KSIĄŻKA ABSTRAKTÓW









### XIV Ogólnopolskie Seminarium Techniki Jonowe połączone z IV Zimową Szkołą Nanoinżynieria Powierzchni TJ&NanoIP 2017

8 - 11 marca 2017 r.

### Przedmowa

#### Drogie Koleżanki, Drodzy Koledzy

Zapraszamy do wzięcia udziału w XIV Ogólnopolskim Seminarium Techniki Jonowe połączonym z IV Zimową Szkołą Nanoinżynieria Powierzchni. Celem konferencji jest wymiana informacji na temat najnowszych wyników badań naukowych, a także na temat zespołów naukowych realizujących w kraju prace badawcze w zakresie szeroko pojętych technik jonowych i nanoinżynierii powierzchni. Tradycyjnie przewiduje się wymianę doświadczeń i informacji o pracach prowadzonych w poszczególnych ośrodkach w ostatnich dwóch latach. W tym celu planuje się sesję plakatową, w czasie której, oprócz oryginalnych prac, prezentowane będą prace już opublikowane przez uczestników konferencji. W 2009 roku połączono Seminarium Techniki Jonowe z Zimową Szkołą Nanoinżynieria Powierzchni, której zajęcia są adresowane do młodych pracowników nauki i dyplomantów. Program przewiduje: (a) wystąpienia specjalistów zajmujących się mikroskopią bliskiego pola, spektroskopią impedancyjną oraz systemami FIB (Focused Ion Beam systems), a także (b) warsztaty kół naukowych studentów i doktorantów. Planowany jest także pokaz sprzętu badawczego i badanie wybranych próbek.

Do zobaczenia w Szklarskiej Porębie!

Szklarska Poręba, marzec 2017

Zbigniew W. Kowalski, Teodor Gotszalk

### TJ & nanoIP 2017 PROGRAM Szklarska Poręba

Środa, 8.03.2017

- 16:00 Początek pracy Sekretariatu konferencji
- 17:00 <u>Otwarcie TJ & nanoIP</u> Wspomnienie o śp. Pani Profesor Aleksandrze Sokołowskiej
- 17:10 FIB Workshop
  - Introduction
  - mgr. inż Piotr Kunicki, mgr inż. Wojciech Majstrzyk FIB/SEM technology in MEMS/NEMS modification and characterization
    - □ New products and technologies (FEI)
- 19:00 Kolacja

#### Czwartek, 9.03.2017

- 8:00 Śniadanie
- 8:30 Zajęcia w plenerze
- 14:30 Obiad
- 15:20 <u>Referaty Sesja 1</u>
  - 15:20 15:50 prof. Ivo W. Rangelow
  - 15:50 16:15 dr inż. Anna Sobczyk-Gudzenda Struktura chemiczna i właściwości fotokatalityczne powłok dwutlenku tytanu z dodatkiem żelaza i miedzi nanoszonych metodą RF PECVD
  - 16:15 16:40 dr Markus Kaestner Mix & Match Field Emission Scanning Probe Lithography (FE-SPL) for beyond CMOS Device Fabrication
- 16:40 Przerwa kawa, herbata

#### 17:00 Referaty - Sesja 1 cd.

- 17:00 17:45 prof. dr hab. inż. Tadeusz Ossowski, Prof. dr hab. Bogdanowicz Węglowe struktury sensoryczne modyfikacja powierzchni materiałów węglowych dla potrzeb analityki i diagnostyki biochemicznej
- 17:45 18:10 prof. dr hab. Stanisław Mitura Plazmowo modyfikowany nanodiament jako dodatek do elektroprzędzonych nanowłókien
- 18:10 18:35 dr inż. Michał Pośpiech Istota przepływu jonów w biodegradacji kardio-implantów
- 18:35 19:00 mgr inż. Michał Marek Szczypiński Wpływ defektów powierzchniowych drutu typu Kanthal na kształtowanie nanowarstwy Si osadzonej metodą PVD.
- 19:00 Uroczysta kolacja

#### Piątek, 10.03.2017

#### 8:00 Śniadanie

#### 9:00 Referaty – Sesja 2

- 9:00 9:30 prof. dr hab. Jerzy Żuk Spektroskopia optyczna nanokrystalitów związków półprzewodnikowych A3-B5 utworzonych w SiO2/Si przy użyciu implantacji jonowej
- 9:30 9:55 dr inż. Mariusz Sochacki Charakteryzacja elektryczna izotypowej oraz anizotypowej fotodiody heterozłączowej ZnO/4H-SiC
- 9:55 10:20 dr inż. Piotr Firek Wytwarzanie i trawienie cienkich warstw dielektrycznych w technologii struktur ISFET
- 10:20 10:45 dr hab. inż. Andrzej Sikora Wykorzystanie technik precyzyjnego pozycjonowania próbek w badaniach AFM degradacji powierzchni polistyrenu poddanego działaniu UV
- 10:45 11:10 mgr inż. Wojciech Kijaszek Zastosowanie indukcyjnie sprzężonej plazmy wielkiej częstotliwości w procesie chemicznego osadzania warstw diamentopodobnych z fazy gazowej celem modyfikacji ich właściwości

#### 11:00 Przerwa kawa, herbata

#### 11:30 Szkolenie w zakresie nanoIP / I: Szkoła spektroskopii impedancyjnej

- 11:30 12:00 dr inż. Tomasz Piasecki Introduction to the impedance spectroscopy
- 12:00 12:30 mgr inż. Paulina Szymanowska Investigation of biochemical and biological structures using impedance spectroscopy.
- 12:30 13:00 mgr inż. Krzysztof Kwoka Application of the impedance spectroscopy in vibrating micro- and nanostructures diagnostics.

#### 13:00 Obiad

14:00 Szkolenie w zakresie nanoIP / II Szkoła pomiarów powierzchni SPM

- 14:00 14:30 mgr inż. Krzysztof Gajewski, mgr inż. Michał Babij Zastosowanie mikroskopii STM/AFM w badaniach nanostruktur mechanicznych
- 14:30 15:00 mgr inż. Maciej Rudek Pomiary termiczne w nanoskali za pomocą skaningowej mikroskopii termicznej
- 15:00 15:30 mgr inż. Michał Świątkowski Współczesne kierunki rozwoju mikroskopii sił atomowych

15:30 - 16:00 dr inż. Grzegorz Jóźwiak - Rola i znaczenie reprezentacji obrazu w mikroskopii bliskich oddziaływań

#### 16:00 Przerwa kawa, herbata

#### 16:30 Sesja plakatowa

- 18:00 Kolacja
- 19:00 <u>Prezentacja sprzętu, badanie próbek</u> kawa, herbata Zamknięcie TJ & nanoIP 2017

Sobota, 11.03.2017

9:00 Śniadanie

## Spis treści

<b>Struktura chemiczna i właściwości fotokatalityczne powłok dwutlenku z dodatkiem żelaza i miedzi nanoszonych metodą RF PECVD</b> A. Sobczyk-Guzenda, S. Owczarek, D. Batory, W. Jakubowski, H. Szymanowski	3
Mix & Match Field Emission Scanning Probe Lithography (FE-SPL) for beyond CMOS Device Fabrication M. Kaestner, I. W. Rangelow	4
Węglowe struktury sensortczne - modyfikacja powierzchni materiałów węglowych dla potrzeb analityki i diagnostyki biochemicznej	7
Plazmowo modyfikowany nanodiament jako dodatek do elektroprzędzonych nanowłókien M. M. Szczypiński, P. Ceynowa, K. Mitura, T. Rydzykowski, M. Szczypiński, K. Reszka, S. Mitura	9
<b>Ions flux essence in cardiac implants biodegradation process</b> M. Pośpiech, M. Pisarska-Krawczyk, R. Pytliński, M. Szczypiński, T. Kiczkowiak, S. Mitura	10
Wpływ defektów powierzchniowych drutu typu Kanthal na kształtowanie nanowarstwy Si osadzonej metodą PVD M. Szczypiński, K. Reszka, M. M. Szczypiński	12
Spektroskopia optyczna nanokrystalitów związków półprzewodnikowych A3-B5 utworzonych w SiO <sub>2</sub> /Si przy użyciu implantacji jonowej P. Kopyciński, R. Pietruszka, S. Prucnal, K. Pyszniak, J. Żuk	14

Charakteryzacja elektryczna izotypowej oraz anizotypowej fotodiody heterozłączowej ZnO/4H-SiC A. Taube, M. Sochacki, N. Kwietniewski, A. Werbowy, J. Szmidt, S. Gierałtowska, Ł. Wachnicki, M. Godlewski	15
Wytwarzanie i trawienie cienkich warstw dielektrycznych w technologii struktur ISFET P. Firek, M. Waśkiewicz, B. Stonio, A. Veklych, J. Szmidt	17
Wykorzystanie technik precyzyjnego pozycjonowania próbek w badaniach AFM degradacji powierzchni polistyrenu poddanego działaniu UV M. Moczała, B. Boharewicz, A. Sikora	18
Zastosowanie indukcyjnie sprzężonej plazmy wielkiej częstotliwości w procesie chemicznego osadzania warstw diamentopodobnych z fazy gazowej celem modyfikacji ich właściwości W. Kijaszek, W. Oleszkiewicz, Z. Znamirowski	19
Wprowadzenie do spektroskopii impedancyjnej	22
Pomiary termiczne w nanoskali za pomocą skaningowej mikroskopii termicznej M. Rudek, W. Majstrzyk, P. Kunicki, A. Sierakowski, P. Janus, T. Gotszalk	24
Sterownik temperatury dla układów typu MEMS K. Gajewski, M. Babij	26
The role and the meaning of image representation G. Jóźwiak	27
Diamond sensor for special applications in breath control P. Ceynowa, A. Balcer, M. Sobaszek, R. Bogdanowicz, W. Zinka, S. Mitura	30
<b>Development of 3D scaffolds with carbon allotropes for tissue engineering</b>	31
Układ służący do detekcji szumów niskoczęstotliwościowych dla dźwigni piezorezystywnych – Noise Detector Ł. Czykiel, M. Gramala, M. Jakubiak, T. Gotszalk	32
Fiber reinforced composites with concrete or geopolymer matrix M. Ďurák, A. Piaskowska, T. Wijata, P. Louda	34

Nanoscratching AFM w obserwacji procesu rekonstrukcji warstwy pasywacyjnej stali nierdzewnej M. Błaszczyk, M. Durko, Z. Iwanicka, P. Lochyński, A. Sikora	35
Pomiary szumów niskoczęstotliwościowych laserów półprzewodnikowych M. Gramala, M. Babij, W. Majstrzyk, M. Rudek, K. Gajewski, P. Kunicki, T. Gotszalk	36
Pomiary szumów niskoczęstotliwościowych laserów półprzewodnikowych M. Jakubiak, K. Orłowska, K. Kwoka, T. Gotszalk	38
Moduły liniowych i logarytmicznych przetworników I/U stosowanych w mikroskopii SPM C. Wawrzyniak, P. Kula, M. Rudek, K. Orłowska, M. Babij, T. Piasecki, T. Gotszalk	39
Sterownik temperatury dla układów typu MEMS	40
Cementy kostne i ich modyfikacje (poprawiające właściwości biologiczne) wykorzystywane w alloplastyce i leczeniu złamań kręgosłupa A. Laska, A. Sobczyk-Guzenda, H. Szymanowski, P. Niedzielski	41
Differential High Resolution Voltage Source used for the scanning tunneling microscopy S. Ngo-Quang, K. Gajewski, R. Kramek, T. Gotszalk	43
<b>Cienkie powłoki Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>:C uzyskane z heksametylodisilazanu za pomocą metody RF PECVD do zastosowań optycznych</b>	44
Wpływ obróbki cieplno-chemicznej stopów tytanu TI6AL4V i TI6AL7NB na strukturę i waściwości tribologiczne B. Pązik, J. Grabarczyk, D. Batory, W. Kaczorowski, B. Januszewicz, M. Makówka, P. Niedzielski	45
Wpływ parametrów procesu magnetronowego, impulsowego rozpylania na właściwości warstw niklu otrzymywanych w atmosferze Ar+O <sub>2</sub> W. Posadowski, A. Wiatrowski, G. Kapka	46
Modelowanie procesu jonizacji w źródle jonów z gorącą wnęką o kształcie stożka M. Turek, K. Pyszniak, A. Droździel	47

Antykorozyjne i antybakteryjne właściwości powłok nanoszonych metodą elektroforetyczną oraz powłok kompozytowych zawierających tlenek grafenu i zredukowany tlenek grafenu A.Radoń, S. Łoński, T. Warski, S. Topolska, A. Małachowska-Jutsz, B. Ziębowicz, M. Staszuk	49
Wykorzystanie plazmy argonowej w trawieniu kryształów węglanu wapnia na potrzeby badań AFM M. Moczała, M. Karpińska, M. Poznar, A. Sikora	50
Trawienie warstw SiO <sub>2</sub> oraz Si przy wykorzystaniu techniki suchego trawienia wspomaganego plazmą BCl <sub>3</sub> B. Stonio, N. Kwietniewski, M. Sochacki, J. Szmidt	51
Wytwarzanie pojedynczych warstw siarczku molibdenu MoS2 metodąCVDB. Stonio, A. Taube, A. Łapińska, M. Świniarski, J. Judek, P. Firek, J.Szmidt, M. Zdrojek	52
Wytwarzanie powłok węglowych domieszkowanych krzemem i srebrem modyfikowaną metodą RF PACVD z wykorzystaniem układu dwóch niezależnych elektrod RF L. Świątek, J. Grabarczyk, A. Olejnik	53
<b>High power impulse magnetron sputtering of Sn / In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite target</b> A. Wiatrowski, M. Winnicki	55
Wytwarzanie, morfologia i własności optyczne cienkich warstw ZnO i ich zastosowanie w barwnikowych ogniwach słonecznych T. Tański, W. Matysiak, M. Zaborowska	56
Wytwarzanie powłok na włóknach tkaniny przy zastosowaniu magnetronu z uziemioną katodą R. Chodun, B. Wicher, Ł. Skowroński, K. Nowakowska-Langier, S. Okrasa, K. Zdunek	58
Mikroskopia sił atomowych jako narzędzie do oceny jakości warstw ZrO <sub>2</sub> nałożonych metodą ALD na powierzchnię tytanu wykorzystywanego w stomatologii B. Ziębowicz, A. Ziębowicz, M. Makelson, A. Łanuszewska	60
Badanie powłok na materiałach stomatologicznych przy użyciu mikroskopii sił atomowych B. Ziębowicz, A. Ziębowicz, M. Pawełczyk, A. Łanuszewska	62

#### Spis treści

### Lista uczestników

Michał Babij Politechnika Wrocławska, Polska

Robert Bogdanowicz Politechnika Gdańska, Polska

Przemysław Ceynowa Politechnika Koszalińska, Poland Technical University of Liberec, Czech Republic

Łukasz Czykiel Politechnika Wrocławska, Polska

Marián Ďurák Technical University of Liberec, Czech Republic

Martyna Durko Stowarzyszenie Aktywnych Studentów, Polska

Piotr Firek Politechnika Warszawska, Polska

Krzysztof Gajewski Politechnika Wrocławska, Polska

Jacek Grabarczyk Politechnika Łódzka, Polska

Mateusz Gramala Politechnika Wrocławska, Polska

Grzegorz Jóźwiak Politechnika Wrocławska, Polska

Markus Kaestner Ilmenau University of Technology, Germany

Wojciech Kijaszek Politechnika Wrocławska, Polska

Zbigniew W. Kowalski Politechnika Wrocławska, Polska

Paweł Kula Politechnika Wrocławska, Polska Piotr Kunicki Politechnika Wrocławska, Polska

Krzysztof Kwoka Politechnika Wrocławska, Polska

Michał Lachawiec Politechnika Wrocławska, Polska

Anna Laska Politechnika Łódzka, Polska

Petr Louda Technical University of Liberec, Czech Republic

Wojciech Majstrzyk Politechnika Wrocławska, Polska

Mateusz Makselon Politechnika Śląska, Polska

Stanisław Mitura Politechnika Koszalińska, Polska

Piotr Niedzielski Politechnika Łódzka, Polska

Waldemar Oleszkiewicz Politechnika Wrocławska, Polska

Katarzyna Oleśko Politechnika Łódzka, Polska

Karolina Orłowska Politechnika Wrocławska, Polska

Tadeusz Ossowski Uniwersytet Gdański, Polska

Martyna Pawełczyk Politechnika Śląska, Polska

Bartosz Pązik Politechnika Łódzka, Polska

Tomasz Piasecki Politechnika Wrocławska, Polska

Witold Posadowski Politechnika Wrocławska, Polska Michał Pośpiech Państwowa Wyższa Szkoła Zawodowa w Kaliszu, Polska

Krzysztof Pyszniak Uniwersytet Marii-Curie Skłodowskiej, Polska

Jacek Radojewski Politechnika Wrocławska, Polska

Adrian Radoń Politechnika Śląska, Polska

Ivo W. Rangelow Ilmenau University of Technology, Germany

Kazimierz Reszka Politechnika Koszalińska, Polska

Maciej Rudek Politechnika Wrocławska, Polska

Andrzej Sikora Instytut Elektrotechniki Oddział we Wrocławiu, Polska

Anna Sobczyk-Guzenda Politechnika Łódzka, Polska

Mariusz Sochacki Politechnika Warszawska, Polska

Bartłomiej Stonio Politechnika Warszawska, Polska Michał Marek Szczypiński Przedsiębiorstwo Produkcyjno-Badawcze "Technika"Mieczysław Szczypiński, Polska

Jan Szmidt Politechnika Warszawska, Polska

Paulina Szymanowska Politechnika Wrocławska, Polska

Hieronim Szymanowski Politechnika Łódzka, Polska

Lidia Świątek Politechnika Łódzka, Polska

Michał Świątkowski Politechnika Wrocławska, Polska

Cezary Wawrzyniak Politechnika Wrocławska, Polska

Artur Wiatrowski Politechnika Wrocławska, Polska

Marta Zaborowska Politechnika Śląska, Polska

Jerzy Zdanowski Politechnika Wrocławska, Polska

Krzysztof Zdunek Politechnika Warszawska, Polska

Bousław Ziębowicz Politechnika Śląska, Polska

Jerzy Żuk Uniwersytet Marii Curie Skłodowskiej w Lublinie, Polska

# FIB Workshop środa, 8 marca 2017

17:10 - 19:00 • Introduction

• mgr. inż Piotr Kunicki, mgr inż. Wojciech Majstrzyk - FIB/SEM technology in MEMS/NEMS modification and characterization

• New products and technologies (FEI)

### Sesja wykładowa I

czwartek, 9 marca 2017

- 15:20 15:50 prof. Ivo W. Rangelow
- **15:50 16:15** dr inż. Anna Sobczyk-Gudzenda Struktura chemiczna i właściwości fotokatalityczne powłok dwutlenku tytanu z dodatkiem żelaza i miedzi nanoszonych metodą RF PECVD
- **16:15 16:40** dr Markus Kaestner *Mix & Match Field Emission Scanning Probe Lithography (FE-SPL) for beyond CMOS Device Fabrication*

### Struktura chemiczna i właściwości fotokatalityczne powłok dwutlenku z dodatkiem żelaza i miedzi nanoszonych metodą RF PECVD

A. Sobczyk-Guzenda<sup>1</sup>, S. Owczarek<sup>1</sup>, D. Batory<sup>1</sup>, W. Jakubowski<sup>1</sup>,

H. Szymanowski<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Instytut Inżynierii Materiałowej, Politechnika Łódzka, Stefanowskiego 1/15, 90-924 Łódź

### Streszczenie

W niniejszej pracy przedstawiono badania składu oraz struktury chemicznej, a także właściwości fotokatalitycznych powłok TiO<sub>2</sub> domieszkowanych żelazem oraz miedzią. Powłoki nanoszono metodą RF PECVD (Radio Frequency Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition). Jako prekursor tytanu użyto chlorek tytanu (IV). Jako związek wyjściowy dla domieszki żelaza wykorzystano pentakarbonylek żelaza, a dla domieszki miedzi wykorzystano bis(6,6,7,7,8,8,8-heptafluoro-2,2dimetylo-3,5-octadienon) miedzi (II). Czynnikiem utleniającym był tlen. Zawartość żelaza w powłokach wynosiła do 5% at, a miedzi do 3.8% at., Analiza składu elementarnego została wykonana techniką spektroskopii fotoelektronów XPS (X-ray photoelectron spectroscopy). Wykazała ona w powłokach oprócz tlenu i tytanu także obecność chloru w ilości do ok. 2% at oraz wegla w ilości ok. 20% at.. Zawartość tych dwóch pierwiastków nie zmieniała się wraz z rosnąca zawartością domieszek w powłokach. Potwierdziła ona także, że wprowadzane metale są związane chemicznie z matrycą  $TiO_2$ . Badania składu fazowego wykonane techniką niskokątowej dyfrakcji rentgenowskiej (XRD - X-Ray Diffraction) dowiodły, że powłoka  $TiO_2$ bez dodatku dodatkowego metalu wykazuje przewage fazy amorficznej. Badanie potwierdziło obecność mało intensywnych refleksów pochodzących od anatazu i rutylu. Przy czym niewielki nawet dodatek obcej domieszki powoduje już wyraźną krystalizację powłok. Strukturę chemiczną przebadano za pomocą spektroskopii podczerwieni. Analiza ta potwierdziła obecność wiązań typowych dla TiO<sub>2</sub> oraz dodatkowo w widmie widoczne były połączenia tlen – wprowadzony metal. Właściwości takie jak współczynnik załamania światła, współczynnik ekstynkcji oraz grubość powłok wyznaczono za pomocą spektroskopowej elipsometrii zmiennokątowej (VASE). Wartości współczynnika załamania światła dla powłok z domieszką żelaza wahały się granicach 2,1-2,3, a dla powłok z wprowadzona domieszka miedzi wynosiły 2,3-2,6. Zachowanie powłok pod wpływem wzbudzenia ich światłem z zakresu UV i VIS zostało przebadane pod kątem ich bakteriobójczości (bakterie E. Coli) jak i zmian w fotozwilżalności polegających na pomiarze kąta zwilżania w trakcie naświetlania. Zarówno w pierwszym jak i w drugim przypadku efekt ten silnie zależał od rodzaju i stężenia wprowadzanych domieszek.

### Mix & Match Field Emission Scanning Probe Lithography (FE-SPL) for beyond CMOS Device Fabrication

M. Kaestner<sup>1</sup>, I. W. Rangelow<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Department of Micro- and Nanoelectronic Systems (MNES), Institute of Micro and Nanoelectronics, Ilmenau University of Technology, Gustav-Kirchhoff-Str. 1, 98693 Ilmenau, Germany

Contacts - Speaker: marcus.kaestner@tu-ilmenau.de ; Department: ivo.rangelow@tu-ilmenau.de

Streszczenie The ability of rapid manufacturing of features in the sub-10-nm regime in a reproducible manner has been identified as one of the most important steps to enable future nanoelectronic, NEMS, photonic, and bio-nanotechnology-based devices. In order to address that problem we are working on low energy electron exposure emitted from a scanning proximal probe tip [1, 2, 3, 4]. Here, the electron energy is close to lithographic relevant excitation and the electrons penetration volume is minimized. In consequence a much more spatially confined lithographic interaction is enabled. Based on the thermally actuated, piezoresistive cantilever technology we have developed a scanning probe lithography (SPL) platform able to image, inspect, align and pattern features down to single digit nano regime. Herein, we have demonstrated: (a) Closed loop lithography for generation of lithographic features in positive and negative tone; (b) Single digit (sub-10 nm) resolution and alignment capability; (c) Step-and-repeat, multi-step and multi-layer lithography; (d) Mix & Match Lithography capability for throughput enhancement; (e) Pattern transfer capability by using cryogenic plasma etching. Within the talk the applied technology chain from basics towards application in terms of beyond CMOS device fabrication will be discussed.

Keywords: Scanning Probe Lithography (SPL), Molecular Resist, Nanofabrication, Beyond CMOS Device Manufacturing

#### Acknowledgement

The research leading to these results has received funding from the European Union's Seventh Framework Programme FP7/2007-2013 under Grant Agreement No. 318804 (Single Nanometer Manufacturing for beyond CMOS devices – acronym: SNM).

### Literatura

- 1. M. Kaestner, M. Hofer, I. W. Rangelow, J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS 12, 031111 (2013).
- 2. M. Kaestner et al., J. Vac. Sci. Technol. B 32, 06F101 (2014).

- 3. M. Kaestner et al., J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS 14, 031202 (2015).
- 4. I. W. Rangelow et al., J. Vac. Sci. Technol. B 34, 06K202 (2016).

### Sesja wykładowa I cd.

czwartek, 9 marca 2017

17:00 - 17:45	prof. dr hab. inż. Tadeusz Ossowski, Prof. dr hab. Bogdanowicz
	Węglowe struktury sensoryczne – modyfikacja powierzchni mate-
	riałów węglowych dla potrzeb analityki i diagnostyki biochemicz-
	nej
17:45 - 18:10	prof. dr hab. Stanisław Mitura Plazmowo modyfikowany nanodia-

ment jako dodatek do elektroprzędzonych nanowłókien

## **18:10 – 18:35** dr inż. Michał Pośpiech Istota przepływu jonów w biodegradacji kardio-implantów

18:35 - 19:00 mgr inż. Michał Marek Szczypiński Wpływ defektów powierzchniowych drutu typu Kanthal na kształtowanie nanowarstwy Si osadzonej metodą PVD

### Węglowe struktury sensortczne - modyfikacja powierzchni materiałów węglowych dla potrzeb analityki i diagnostyki biochemicznej

T. Ossowski<sup>1</sup>, R. Bogdanowicz<sup>2</sup>

 <sup>1</sup> Department of Analytical Chemistry, Faculty of Chemistry, University of Gdansk, 63 Wita Stwosza St., 80-952 Gdansk, Poland
 <sup>2</sup> Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics, Gdańsk University of Technology, 11/12 Narutowicza St., 80-233 Gdansk, Poland

### Streszczenie

Tematem wykładu będzie synteza PA CVD (ang. Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition) i badania właściwości cienkowarstwowych, półprzewodnikowych struktur węglowych do zastosowań elektro-optosensorycznych. Domieszkowany borem diament (BDD, ang. Boron-Doped Diamond) czy nanościany węglowe (B:CNW, ang. Boron-Doped Carbon Nanowalls) są obecnie jednymi z najwydajniejszych materiałów półprzewodnikowych do zastosowań elektrochemicznych. Materiały te charakteryzują się, m.in. szerokim oknem potencjałów elektrochemicznych, stabilnością chemiczną, niskim prądem tła oraz wysoką biokompatybilnością. Właściwości cienkowarstwowych struktur węglowych powodują, że jest to efektywny materiał do budowy nowej klasy sensorów opto-elektrochemicznych, funkcjonujących nawet w trudnych warunkach środowiskowych (zastosowania w biologii, medycynie, chemii, utylizacji odpadów niebezpiecznych), realizowanych w wolnej przestrzeni lub w konstrukcji światłowodowej.

Obecność na powierzchni materiałów węglowych aktywnych grup daje możliwość przyłączania organicznych i nieorganicznych struktur w wyniku reakcji chemicznych lub oddziaływań fizycznych. Utworzone w ten sposób powierzchnie mają zdolność do tworzenia oddziaływań supramolekularnych mających istotne znaczenie z punktu widzenia chemii, biochemii i medycyny. W szczególności dotyczy to detekcji oraz degradacji trudnych zanieczyszczeń wód powierzchniowych i gruntowych przez środki ochrony roślin, ścieki z zakładów farmaceutycznych a także budowy tzw. "smart sensors" – selektywnych sensorów śladowych ilości substancji niewykrywalnych dotychczas elektrochemicznie np.: białek, antybiotyków, surfaktantów oraz barwników z wykorzystaniem innych materiałów.

Autorzy dziękują za wsparcie finansowe ze strony Centrum Nauki Narodowego Polskiego (NCN) w ramach Grantu nr 2014/14/M/ST5/00715 i 2014/14/E/ST7/00104 oraz funduszy DS Wydziału Elektroniki, Telekomunikacji i Informatyki na Politechnice Gdańskiej.

### Literatura

- R. Bogdanowicz, A. Fabiańska, L. Golunski, M. Sobaszek, M. Gnyba, J. Ryl, K. Darowicki, T. Ossowski, S. Janssens, K. Haenen, and others, Diam. Relat. Mater. 39, 82 (2013).
- R. Bogdanowicz, M. Śmietana, M. Gnyba, J. Ryl, M. Gardas, and others, Appl. Phys. A 116, 1927 (2014).
- 3. R. Bogdanowicz, M. Sobaszek, J. Ryl, M. Gnyba, M. Ficek, Łukasz Gołuński, W.J. Bock, M. Śmietana, and K. Darowicki, Diam. Relat. Mater. 55, 52 (2015).

### Plazmowo modyfikowany nanodiament jako dodatek do elektroprzędzonych nanowłókien

M. M. Szczypiński<sup>1</sup>, P. Ceynowa<sup>2</sup>, K. Mitura<sup>2</sup>, T. Rydzykowski<sup>2</sup>, M. Szczypiński<sup>2</sup>, K. Reszka<sup>2</sup>, <u>S. Mitura<sup>2</sup></u>

<sup>1</sup> Technická univerzita v Liberci, Studentská 1402/2, 461 17 Liberec, Czechy
 <sup>2</sup> Politechnika Koszalińska, Śniadeckich 2, 75-001 Koszalin, Polska

### Streszczenie

Przedmiotem badań była inkorporacja nanoproszków diamentowych (DPP) modyfikowanych w rotacyjnej komorze reaktora plazmo-chemicznego (MW PACVD) do nanowłókien polimerowych otrzymanych w procesie *electrospinningu*.

Ze względu na wysoką szkodliwość stosowania radioterapii w leczeniu raka piersi i związanych z tym uszkodzeniem tkanek serca, w celu zapobieżenia dalszym negatywnym zmianom w organizmie wykorzystuje się tzw. *terapię tkankową*. Ma ona na celu odbudowę chorego mięśnia sercowego poprzez wprowadzenie do organu komórek macierzystych. Jedną z możliwości dostarczenia tego typu komórek jest zastosowanie "*rusztowań*" (*scaffolds*) skonstruowanych z nanowłókien polime-rowych, które przędzie się z wykorzystaniem technologii *electrospinning*. Cechują się one odpowiednią biozgodnością oraz spełniają wszelkie wymagane właściwości tj. optymalna porowatość, biodegradowalność czy zdolność do przepuszczania produktów metabolicznych. Wprowadzenie modyfikowanych cząstek diamentowych do materiału "rusztowania" mogłoby polepszyć jego właściwości. Cząstki nano-diamentowe wytwarzane metodą detonacji wykazują aktywność biologiczną, która zależy od funkcjonalizacji powierzchni. Metoda MW PACVD pozwala na kontrolę zmiany powierzchni w testach biologicznych.

# Ions flux essence in cardiac implants biodegradation process

M. Pośpiech<sup>1</sup>, M. Pisarska-Krawczyk<sup>1</sup>, R. Pytliński<sup>1</sup>, M. Szczypiński<sup>2</sup>, T. Kiczkowiak<sup>1,3</sup>, S. Mitura<sup>1,2,3</sup>

 <sup>1</sup> The President Stanisław Wojciechowski State University of Applied Sciences in Kalisz Nowy Świat 4, 62-800 Kalisz, Poland
 <sup>2</sup> Technicka Univerzita v Liberci Studentska 2, 461 17 Liberec, Czech Republic

<sup>3</sup> Koszalin University of Technology Śniadeckich 2, 75-453 Koszalin, Poland

### Streszczenie

In the paper there is analyzed ions flux essence in cardio-implants biodegradation process which can be used in cardiac surgery technology. Human body vessels works like an electrical condenser. They have movable electro-magnetic potential



Rysunek 1 Vessel depolarization

(the same like with condenser).

There is a needed of translating biotic systems to mechanical models. Implants' bio-degradation in cardiovascular system is based on corrosion process.

The task of cardiovascular system is biotic processes supporting substances distribution and removing by-products of metabolic transformation, including polymers biodegradation residues from implemented cardiac implants. Therefore, blood should be described as a kind of biological ferromagnetic. The most numerous components of human blood are erythrocytes with hem molecule (with Fe<sup>2+</sup>). Lipid bilayer sheet is an erythrocyte membrane. As a result of water assimilation and lipid "rod" polarity in bilayer, erythrocytes have kind of susceptibility indicate by blood vessel movable potential.

Erythrocyte orientation, the same like a deformation, have an effect on condition of blood electric conduction.

Comparing figure 3a) and 3b), we can conclude that erythrocytes are paramagnetic tissue.

Implants' bio-degradation in human cardiovascular system occurs in a pro-



**Rysunek 2** Stent – visible polymer releasing antibiotic influenced by corrosion (source: http://www.elektro-oxigen.pl/nowa/stenty\_zolciowe.php)



**Rysunek 3** Erythrocyte magnetic moment place diagram: a) without external electro-magnetic field (outside of vessel) - paramagnetic; b) with external electro-magnetic field (inside vessel) – paramagnetic

cess, where erythrocytes having mass create electro-magnetic field. Implants' biodegradation products are absorbed by cardiovascular system. Therefore, there is the process of mass exchange between the subsystems: implant – cardiovascular system. In modeling this process the characteristics of electromagnetic field should be taken into account.

During the transport in blood vessels, which are kind of hydraulic cylinders (in terms of physics), erythrocytes take a position correct with direction of blood flow as a fluid (liquid). It is a result of para-magnetic property. Hydraulic line flow depends from blood vessels, it means: tunica mechanical property, vessels shape (without valve) and Reynolds number. As a result of mentioned factors, we can treat cardio vascular system as an electro-dynamic system. Blood vessels have mobile (bio)electric potential with value 50 mV, which transport blood cells with oriented spins.

All of aforesaid exist due to ions flux in cardiovascular system. It gives a way to prepare mathematical modeling of implants biodegradation processes using ions flux in human body.

### Wpływ defektów powierzchniowych drutu typu Kanthal na kształtowanie nanowarstwy Si osadzonej metodą PVD.

M. Szczypiński<sup>1</sup>, K. Reszka<sup>1</sup>, M. M. Szczypiński<sup>2</sup>

Politechnika Koszalińska, Śniadeckich 2, 75-001 Koszalin, Polska
 Technická univerzita v Liberci, Studentská 1402/2, 461 17 Liberec, Czeska Republika

### Streszczenie

Przedmiotem badania była struktura nanowarstwy Si osadzonej na powierzchni drutu ze stopu FeCrAl metoda rozpylania magnetronowego. Warstwe Si wybrano jako jedna z możliwości zastosowania ochrony powierzchni drutu przed nadmiernym zużyciem korozyjno-erozyjnym. W celu zwiekszenia mocy dla podtrzymania wyładowania stałopradowego magnetronu z katoda Si wykorzystano dodatkowo drugi magnetron, w którym katodą był krążek aluminiowy. Drut mocowano w uchwycie karuzelowym zapewniającym jego obrót względem magnetronu. Osadzone warstwy miały grubość ok.150 nm. W wyniku badania powierzchni drutów, stwierdzono występowanie defektów w formie szczelin między ziarnowych i zagłębień oraz mocno zdeformowanych ziaren warstwy powierzchniowej. Badania wykonano na przekrojach próbek przygotowanych metodą trawienia zogniskowaną wiązką jonów galu (FIB). Do obserwacji wykorzystano technikę mikroskopii transmisyjnej umożliwiającą uzyskanie obrazów w polu jasnym (BF) i ciemnym (DF)oraz wysokiej rozdzielczości(HREM). Przeprowadzono również mikroanalizę składu wzdłuż linii w wybranych obszarach próbek, wykorzystując energetyczną spektroskopię dyspersyjną (EDS). Stwierdzono duży wpływ istniejących defektów powierzchniowych drutu na formowanie się warstwy Si oraz dużą jednorodność i stała kierunkowość wzrostu w miejscach nieuszkodzonych. Badania przekrojów wykazały istnienie mechanizmu zasklepiania przez warstwe Si defektów, przy czym ukierunkowanie wzrostu ziaren w tych miejscach wykazuje tendencję wertykalnego ułożenia względem powierzchni defektów. Powstaja w ten sposób zamkniete nanopory - przestrzenie nie wypełnione warstwą Si. Jest to charakterystyczne dla miejsc z defektami pokrytymi tlenkową warstwą nalotową utworzoną w sposób naturalny.

# Sesja wykładowa II piątek, 10 marca 2017

9:00 - 9:30	prof. dr hab. Jerzy Żuk Spektroskopia optyczna nanokrystalitów związków półprzewodnikowych A3-B5 utworzonych w SiO2/Si przy użyciu implantacji jonowci
9:30 - 9:55	dr inż. Mariusz Sochacki Charakteryzacja elektryczna izotypowej
	oraz anizotypowej fotodiody heterozłączowej ZnO/4H-SiC
9:55 – 10:20	dr inż. Piotr Firek Wytwarzanie i trawienie cienkich warstw dielek- trycznych w technologii struktur ISFET
10:20 - 10:45	dr hab. inż. Andrzej Sikora Wykorzystanie technik precyzyjnego po- zycjonowania próbek w badaniach AFM degradacji powierzchni polistyrenu poddanego działaniu UV
10:45 – 11:10	mgr inż. Wojciech Kijaszek Zastosowanie indukcyjnie sprzężonej plazmy wielkiej częstotliwości w procesie chemicznego osadzania warstw diamentopodobnych z fazy gazowej celem modyfikacji ich właściwości

### Spektroskopia optyczna nanokrystalitów związków półprzewodnikowych A3-B5 utworzonych w SiO<sub>2</sub>/Si przy użyciu implantacji jonowej

P. Kopyciński<sup>1</sup>, R. Pietruszka<sup>1,2</sup>, S. Prucnal<sup>1,3</sup>, K. Pyszniak<sup>1</sup>, <u>J. Żuk<sup>1</sup></u>

 <sup>1</sup> Instytut Fizyki Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej, pl. M. Curie Skłodowskiej 1, 20-031 Lublin
 <sup>2</sup> Instytut Fizyki Polskiej Akademii Nauk, Warszawa
 <sup>3</sup> Institute of Ion Beam Physics and Materials Research, Helmholtz-Zentrum Dresden-Rossendorf, Germany

### Streszczenie

Układy zawierające nanokrystality związków półprzewodnikowych A<sub>III</sub>-B<sub>V</sub> w matrycach na bazie krzemu mogą znaleźć zastosowanie w urządzeniach optoelektronicznych i elektronicznych, między innymi jako wydajne źródła światła, czy też pamięci nieulotne. Taka integracja półprzewodników  $A_{III} - B_V$  z wysoce rozwiniętą technologią krzemową jest bez wątpienia korzystna, gdyż Si jest podstawowym materiałem dla większości urządzeń mikroelektronicznych ogólnego zastosowania.

Tarcze SiO<sub>2</sub>/Si zaimplantowano dużymi dawkami jonów: In<sup>+</sup>, Ga<sup>+</sup>, As<sup>+</sup> a następnie naświetlono milisekundowym błyskiem lampy ksenonowej (technika FLA -Flash Lamp Annealing). W wyniku zastosowania powyższych procesów, w matrycach SiO<sub>2</sub>/Si i Si uformowały się wytrącenia w postaci nanokrystalitów GaAs lub InAs.

Otrzymane próbki badano z użyciem metod optycznych. Spektroskopia mikroramanowska wykorzystana została do potwierdzenia obecności w matrycy nanokrystalicznych związków GaAs i InAs, określenia ich jakości, orientacji oraz do oceny stopnia odbudowy uszkodzonej radiacyjnie struktury podłoża Si. W widmach Ramana, oprócz modów fononów optycznych podłużnych (LO) i poprzecznych (TO) zaobserwowano linie, które odpowiadają fononom powierzchniowym w sferycznych nanokrystalitach (mody Froelicha). Ich częstości obliczono dla obu zastosowanych matryc i porównano z wynikami eksperymentu. Temperaturowe pomiary widm fotoluminescencji (10-300 K) oraz przeprowadzone obliczenia na gruncie kwantowego efektu rozmiarowego pozwoliły na oszacowanie promieni nanokrystalitów.

### Charakteryzacja elektryczna izotypowej oraz anizotypowej fotodiody heterozłączowej ZnO/4H-SiC

A. Taube<sup>1</sup>, <u>M. Sochacki<sup>1</sup></u>, N. Kwietniewski<sup>1</sup>, A. Werbowy<sup>1</sup>, J. Szmidt<sup>1</sup>, S. Gierałtowska<sup>2</sup>, Ł. Wachnicki<sup>2</sup>, M. Godlewski<sup>2</sup>

 <sup>1</sup> Instytut Mikroelektroniki i Optoelektroniki, Politechnika Warszawska, Koszykowa 75, 00-662 Warszawa
 <sup>2</sup> Instytut Fizyki, Polska Akademia Nauk, Al. Lotników 32/46, 02-668 Warszawa

#### Streszczenie

W pracy przeanalizowano i porównano parametry elektryczne izotypowych (n-ZnO/n-4HSiC) oraz anizotypowych (n-ZnO/p-4H-SiC) fotodiod heterozłaczowych biorac pod uwage poziom domieszkowania półprzewodnikowych warstw tlenku cynku (ZnO). Heterozłacza ZnO/4H-SiC uzyskano w wyniku wytwarzania warstw ZnO metoda osadzania warstw atomowych ALD (ang. Atomic Laver Deposition) na monokrystalicznych podłożach węglika krzemu (4H-SiC). Porównanie uzyskanych parametrów elektrycznych zaprezentowano w tabeli . Odpowiedź fotoelektryczna wykonanych fotodiod została scharakteryzowana przy użyciu źródeł laserowych o długości fali *lambda* = 375 nm oraz *lambda* = 488 nm o gestości mocy na poziomie 100 W/m<sup>2</sup>. Najwyższy stosunek wartości fotopradu do wartości prądu ciemnego przekraczający 1 x 10<sup>6</sup> uzyskano w przypadku fotodiod izotypowych o domieszkowaniu  $N_{ZnO} = 1019$  cm<sup>-3</sup>. Zastosowanie fotodiody izotypowej w wyraźny sposób ogranicza odpowiedź fotoelektryczną detektora w zakresie widzialnym dla promieniowania o długości fali *lambda* = 488 nm. Analiza literaturowa potwierdza, że przyczyna podwyższonej czułości w pasmie widzialnym jest rekombinacja pary donor - akceptor (ang. DAP - Donor - Acceptor Pair Recombination) w podłożu 4H-SiC o domieszkowaniu typu p. Pomiar czasu odpowiedzi fotodetektora daje podobne wyniki w przypadku analizy fotodiody izotypowej oraz anizotypowej. Czasy narastania oraz opadania sygnału zmierzone przy modulacji promieniowania laserowego o długości fali *lambda* = 375 nm z czestotliwościa f = 50 Hz sa w przybliżeniu równe i wynoszą  $t_r \simeq t^f = 500 mus$ . Uzyskane w ten sposób wyniki potwierdzają, że zjawiska absorpcji promieniowania UV zachodza przede wszystkim w warstwie ZnO, ponieważ zmiana typu przewodnictwa podłoża 4H-SiC nie ma praktycznie wpływu na szybkość odpowiedzi fotodiody. Dalsze prace będą kontynuowane w kierunku modyfikacji właściwości warstwy ZnO i w efekcie parametrów elektrycznych warstwy ZnO w celu kontroli krawędzi absorpcji promieniowania oraz zwiększenia dynamiki odpowiedzi fotodiody.

Praca finansowana przez Narodowe Centrum Nauki w ramach projektu no. UMO-2012/06/A/ST7/00398 "Nanostruktury tlenkowe do zastosowań w elektronice, optoelektronice i fotowoltaice".

	Złącza izotypowe		Złącza anizotypowe	
$N_{ZnO}$ (cm <sup>-3</sup> )	10 <sup>19</sup>	10 <sup>20</sup>	10 <sup>19</sup>	$10^{20}$
eta	1,2	1,13	1,52	1,36
I <sub>S</sub> (A)	2,15 x 10 <sup>-20</sup>	2,26 x 10 <sup>-18</sup>	2,8 x 10 <sup>-22</sup>	6,4 x 10 <sup>-24</sup>
R <sub>S</sub> (Omega)	7,09	5,3	79,8	66
Phi <sub>bi</sub> (V)	1,42	1,13	1,87	1,78
N <sub>SiC</sub> (cm <sup>-3</sup> )	2 x 10 <sup>16</sup>	9 x 10 <sup>15</sup>	5,99 x 10 <sup>16</sup>	5,55 x 10 <sup>16</sup>

 Tablica 1 Średnie wartości parametrów elektrycznych diod heterozłączowych ZnO/4H-SiC

### Wytwarzanie i trawienie cienkich warstw dielektrycznych w technologii struktur ISFET

P. Firek<sup>1,\*</sup>, M. Waśkiewicz<sup>1</sup>, B. Stonio<sup>1</sup>, A. Veklych<sup>1</sup>, J. Szmidt<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Instytut Mikroelektroniki i Optoelektroniki, Politechnika Warszawska, ul. Koszykowa 75, 00-662 Warszawa

\* p.firek@elka.pw.edu.pl

#### Streszczenie

Aby wytworzyć strukturę tranzystora MIS (metal-izolator-półprzewodnik) koniecznie jest opanowanie technologii związanych z obszarem bramkowym takiego przyrządu. W przypadku struktur jonoczułych typu ISFET (Ion Sensitive Field Effect Transistor) jest to temat jeszcze bardziej istotny ze względu na różne często niestandardowe materiały stosowane w obszarze czułym - bramkowym. Powoduje to, że w przypadku odejścia od klasycznego SiO<sub>2</sub> lub działań w oparciu o wielowarstwową konstrukcję dielektryka bramkowego, konieczne jest przygotowanie procesu osadzania warstwy o jak najbardziej korzystnych parametrach z punktu widzenia tego typu aplikacji. Co więcej, w dalszej kolejności należy przygotować proces selektywnego usuwania tego materiału, uzupełniając proces technologiczny przyrządu.

W pracy zaprezentowano technologię otrzymywania różnych dielektryków, sposoby ich selektywnego trawienia, technologię wytwarzania struktur jonoczułych ISFET wykorzystującą wcześniej opanowane procesy. Przedstawiono też przykładowe rezultaty ich zastosowań.

### Wykorzystanie technik precyzyjnego pozycjonowania próbek w badaniach AFM degradacji powierzchni polistyrenu poddanego działaniu UV

M. Moczała<sup>1</sup>, B. Boharewicz<sup>1</sup>, A. Sikora<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Instytut Elektrotechniki Oddział Technologii i Materiałoznawstwa Elektrotechnicznego we Wrocławiu, ul. M. Skłodowskiej-Curie 55/61, 50-369 Wrocław \* sikora@iel.wroc.pl

#### Streszczenie

Mikroskopia sił atomowych (AFM) jest narzędziem, którego przydatność w badaniach zmian morfologicznych powierzchni różnych materiałów pod wpływem czynników środowiskowych została wykazana w wielu pracach [1, 2, 3, 4, 5]. Jednak ze względu na często występującą w nanoskali niejednorodność badanych próbek, wyniki tych obserwacji wymagają uwzględnienia niepewności pomiarowej niekiedy znacznie większej niż obserwowane efekty degradacji. W niniejszej pracy zaprezentowane zostaną wyniki badań zmian morfologicznych serii próbek polistyrenu poddanego cyklicznemu narażeniu na działanie promieniowania UV, gdzie dzięki zastosowaniu precyzyjnego pozycjonowania obszaru skanowania, możliwe było znaczne zwiększenie czułości detekcji procesów degradacyjnych [6, 7]. Ponadto, wykonywanie cyklicznych pomiarów w poszczególnych obszarach próbki, pozwala na uzyskanie cennych informacji na temat jednorodności powierzchni badanego materiału w świetle dynamiki zmian wybranych parametrów chropowatości.

### Literatura

- Bussiere P.-O, Desnoux E, Collin S, Vial C, Therias S, Gardette J.-L, 2015, Is Carbonyl Index a quantitative probe to monitor polypropylene photodegradation?, Polym. Degrad. Stab., 128, 200–208
- Wang H, Xie H, Hu Z, Wu D, Chen P, 2012, The influence of UV radiation and moisture on the mechanical properties and micro-structure of single Kevlar fibre using optical methods, Polym. Degrad. Stab. 97, 1755–1761
- Sikora A, Grabarek A, Moroń L, Wałecki M, Kryla P, 2016, The investigation of the light radiation caused polyethylene based materials deterioration by means of atomic force microscopy, IOP Conference Series, IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. 113, 012016
- 4. Sikora A, Bednarz L, Fałat T, Wałecki M, Adamowska M, The investigation of the simulated solar radiation impact on the micro- and nanoscale morphology and mechanical properties of the sheet moulded composite surface, Materials Science Poland, 2083-134X
- Lochyński P, Sikora A, Szczygieł B, 2016, Surface morphology and passive film composition after pickling and electropolishing, Surf. Eng. DOI: 10.1080/02670844.2016.1238189
- Sikora A, 2013, Development and utilization of the nanomarkers for precise AFM tip positioning in the investigation of the surface morphology change, Optica Applicata, 43(1) 163-171
- Sikora A, 2014, Improvement of the scanning area positioning repeatability using nanomarkers developed with a nanoscratching method, Measurement Science and Technology 25, 055401

### Zastosowanie indukcyjnie sprzężonej plazmy wielkiej częstotliwości w procesie chemicznego osadzania warstw diamentopodobnych z fazy gazowej celem modyfikacji ich właściwości

W. Kijaszek<sup>1</sup>, W. Oleszkiewicz<sup>1</sup>, Z. Znamirowski<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, Politechnika Wrocławska, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, Polska

#### Streszczenie

Warstwy diamentopodobne (ang. *Diamond-like Carbon* – DLC) są amorficznymi warstwami węglowymi, które charakteryzują się zróżnicowanym stopniem udziału frakcji wiązań hybrydyzacji sp<sup>3</sup> w stosunku do frakcji wiązań hybrydyzacji sp<sup>2</sup>. W zależności od struktury wiązań oraz stopnia uwodornienia warstwy DLC charakteryzują się zróżnicowanymi właściwościami, porównywalnymi z właściwościami diamentu bądź grafitu.

Warstwy DLC, charakteryzując się unikatowymi właściwościami elektrycznymi, optycznymi, chemicznymi, trybologicznymi, biologicznymi oraz mechanicznymi, są interesującym materiałem, stosowanym m.in. w strukturach mikro- i nanoelektronicznych, przyrządach optycznych, narzędziach medycznych oraz systemach mikro-elektromechanicznych [1, 2, 3].

Podczas wystąpienia omówiona zostanie systematyka, właściwości oraz wybrane metody otrzymywania warstw DLC, zajmujących istotne miejsce w rodzinie materiałów węglowych. Przedstawione zostaną wybrane wyniki prac badawczych, związanych z charakteryzacją właściwości optycznych i emisyjnych warstw DLC, otrzymywanych metodą chemicznego osadzania z fazy gazowej w obecności indukcyjnie sprzężonej plazmy wyładowania jarzeniowego wielkiej częstotliwości (ang. *Radio Frequency Inductively Coupled Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition* – RF ICP PECVD) w Wydziałowym Zakładzie Mikroelektroniki i Nanotechnologii Wydziału Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechniki Wrocławskiej [4, 5].

Słowa kluczowe: warstwy diamentopodobne, RF ICP PECVD, spektroskopia rozpraszania Ramana, emisja polowa, elipsometria spektroskopowa

Pracę współfinansowano przez Unię Europejską ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego grant nr POIG.01.01.02-00-008/08-05 oraz działalności statutowej Politechniki Wrocławskiej.

### Literatura

- 1. J. Robertson, Diamond-like amorphous carbon, Materials Science and Engineering 37 (2002), pp. 129-281,
- K. Bewilogua, D. Hofmann, History of diamond-like carbon films From first experiments to worldwide applications, Surface & Coatings Technology 242 (2014), pp. 214-225,
- 3. P. O. Treutler, Industrial use of plasma-deposited coatings for components of automotive fuel injection systems, Surface & Coatings Technology 200 (2005), pp. 1969-1975,
- W. Oleszkiewicz i inni, Influence of RF ICP PECVD process parameters of diamond-like carbon films on DC bias and optical emission spectra, Optica Applicata, vol. 43, nr 1 (2013), pp. 109-115,

5. W. Kijaszek, W. Oleszkiewicz, Optimization of radio frequency inductively coupled plasma enhanced chemical vapour deposition process of diamond-like carbon films, Optica Applicata, vol. 46, nr 2 (2016), pp. 167-172.

### 20

## Szkolenie w zakresie nanoIP / I: Szkoła spektroskopii impedancyjnej piątek, 10 marca 2017

11:30 - 12:00	dr inż. Tomasz Piasecki Introduction to the impedance spectroscopy
12:00 - 12:30	mgr inż. Paulina Szymanowska Investigation of biochemical and biological
	structures using impedance spectroscopy.
12:30 - 13:00	mgr inż. Krzysztof Kwoka Application of the impedance spectroscopy in vi-
	brating micro- and nanostructures diagnostics.

### Wprowadzenie do spektroskopii impedancyjnej

T. Piasecki<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Zakład Nanometrologii, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, Politechnika Wrocławska, ul. Janiszewskiego 11-17, 50-372 Wrocław \* tomasz.piasecki@pwr.edu.pl

**Streszczenie** Wystąpienie stanowi wprowadzenie do cyklu prezentacji odbywających się w ramach Szkoły Spektroskopii Impedancyjnej. Przedstawione są podstawy teoretyczne przeprowadzenia pomiaru i analizy wyników pomiarów w spektroskopii impedancyjnej. Zademonstrowane są przykłady urządzeń i osprzętu pomocniczego wykorzystywanego do wykonywania pomiarów w tej metodzie pomiarowej, zarówno komercyjne jak i konstruowane w Zakładzie Nanometrologii Wydziału Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechniki Wrocławskiej.

Przedstawione są również przykłady zastosowania metody pomiarowej w:

- · analizie właściwości elektrycznych materiałów i elementów elektronicznych,
- określaniu właściwości drgających elementów piezoelektrycznych,
- monitorowaniu stanu hodowli biofilmów bakteryjnego.

## Szkolenie w zakresie nanoIP / II Szkoła pomiarów powierzchni SPM piątek, 10 marca 2017

14:00 - 14:30	mgr inż. Krzysztof Gajewski, mgr inż. Michał Babij Zastosowanie mikroskopii
	STM/AFM w badaniach nanostruktur mechanicznych
14:30 - 15:00	mgr inż. Maciej Rudek Pomiary termiczne w nanoskali za pomocą skaningowej mikroskopii termicznej
15:00 - 15:30	mgr inż. Michał Świątkowski Współczesne kierunki rozwoju mikroskopii sił atomowych
15.30 - 16.00	dr inż Grzegorz Ióźwiak Rola i znaczenie reprezentacji obrazy w mikroskopij

15:30 - 16:00 dr inż. Grzegorz Jóźwiak Rola i znaczenie reprezentacji obrazu w mikroskopii bliskich oddziaływań

### Pomiary termiczne w nanoskali za pomocą skaningowej mikroskopii termicznej

M. Rudek<sup>1,\*</sup>, W. Majstrzyk<sup>1</sup>, P. Kunicki<sup>1</sup>, A. Sierakowski<sup>2</sup>, P. Janus<sup>2</sup>, T. Gotszalk<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Politechnika Wrocławska, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, Polska

<sup>2</sup> Instytut Technologii Elektronowej, al. Lotników 32/46, 00-001 Warszawa, Polska \* maciej.rudek@pwr.wroc.pl

#### Streszczenie

W ostatniej dekadzie nowy trend w mikto- i nanoelektronice jest widocznie zauważalny. Wielkość planarna bramki tranzystora zmniejsza się dochodząc do limitów fizycznych ograniczonych przez materię samego krzemu[1]. Problemy te są zauważalne coraz częściej w popularnej technologii wytwarzania układów scalonych CMOS [2]. Są nimi w głównej mierze szybkość przełączania tranzystorów oraz ciepło generowane w nanoukładach. Wartym zaznaczenia jest fakt iż wraz ze zmianą wymiarów danego układu następuje również zmiana właściwości materiału z którego jest wykonany. Najczęściej zwiększa się rezystancja elektryczna oraz termiczna. Z tego powodu należy wykorzystać szereg technik umożliwiających wyznaczenie właściwości mechanicznych, elektrycznych lub/i termicznych w tak małej skali. Z wielu technik umożliwiających charakteryzację danej struktury wydaje się, że tylko mikroskopia sił atomowych (AFM) daje zadowalającą rozdzielczość przestrzenną pomiaru oraz obserwację wielu zjawisk w fizycznych równocześnie.

W pracy chcemy zawrzeć wyniki badań przeprowadzonych z wykorzystaniem mikroskopów sił atomowych w trybie skaningowej mikroskopii termicznej (SThM). Dzieki wysokiej czułości termicznej i rozdzielczości przestrzennej w połączeniu z dokładnym odwzorowaniem topografii skanowanej powierzchni. Możliwe jest wykorzystanie jej w pomiarach układów aktywnych jak j pasywnych. W badaniach został wykorzystany niecodzienny układ mikrobelki krzemowej z piezorezystywnym detektorem ugiecia umiejscowionym u jej nasady oraz czteropunktowym pomiarem zmian rezystancji cienkowarstwowej warstwy platyny na ostrzu pomiarowym [3]. Samo ostrze może zostać zmodyfikowane z wykorzystaniem zogniskowanej wiązki jonów (FIB) umożliwiając dowolne formowanie końcówki ostrza pomiarowego, przez jej selektywne trawienie. Układ termorezystancyjnego czujnika pomaga w dokładnej kontroli zmian temperatury na ostrzu pomiarowym co jest niemożliwe lub utrudnione dla układów z termozłączem. Wykorzystanie piezorezystywnego detektora ugiecia wymagało zastosowanie całkowicie nowego podejścia do wykonywania pomiarów topografii. Dlatego zaproponowano idee wykorzystania trybu modulowanej siły nacisku która jest niespotykaną dotąd metodą umożliwiającą wykonywanie pomiarów z siłami poniżej 10 nN jednostronnie zamocowanymi belkami krzemowymi o sztywności powyżej 70 N/m. Dzięki temu efekt modyfikowania skanowanej powierzchni podczas pomiaru nie jest obserwowany. Co w opinii autorów jest niespotykane i warte szerszego opisania.

Słowa kluczowe: AFM, SThM, scanning thermal microscopy, pomiary termiczne,

### Literatura

- 1. B. Y. M. M. Waldrop, O. F. M. S. Law, and M. Interesting, "More Than Will Soon Abandon Its Pursuit," Nature, vol. 530, p. 145, 2016.
- 2. R. C. Joy and E. S. Schlig, "Thermal properties of very fast transistors," IEEE Trans. Electron Devices, vol. 17, no. 8, 1970.

3. G. Wielgoszewski, P. Sulecki, T. Gotszalk, P. Janus, D. Szmigiel, P. Grabiec, E. Zschech, Microfabricated resistive high-sensitivity nanoprobe for scanning thermal microscopy, Journal of Vacuum Science and Technology B 28 (2010) C6N7-C6N11.
### Sterownik temperatury dla układów typu MEMS

K. Gajewski1, M. Babij1

<sup>1</sup> Zakład Nanometrologii, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, Politechnika Wrocławska, ul. Janiszewskiego 11-17, 50-372 Wrocław

### Streszczenie

Skaningowy mikroskop tunelowy (ang. *Scanning Tunneling Microscope*, STM) wynaleziony przez G. Binniga i in. w 1982 roku aż do dziś jest jednym z najważniejszych przyrządów służących do badania powierzchni. Pozwala on na poznanie struktury materiałów z atomową rozdzielczością. Wykorzystanie w swym działaniu zjawiska tunelowego, powoduje, że mikroskop STM jest urządzeniem bardzo czułym na niewielkie zmiany odległości ostrza pomiarowego od badanej powierzchni. Dzięki temu istnieje możliwość zastosowania mikroskopu STM jako "wibrometr" w nanoskali.

W poniższej pracy przedstawiono zasadę działania mikroskopu STM ze szczególnym uwzględnieniem trybów pokrewnych, takich jak skaningowa potencjometria tunelowa czy też pomiar pracy wyjścia. Pokazana również zostanie koncepcja zastosowania mikroskopu STM jako wibrometr służący do badania struktur nanoelektromechanicznych. Przedstawiony zostanie również szereg wyników badań własnych, jak i najnowszych doniesiń literaturowych.

### The role and the meaning of image representation

### G. Jóźwiak<sup>1</sup>

### <sup>1</sup> Nanometrology Group, Faculty of Microsystems Electronics and Photonics, Wrocław University of Science and Technology

**Streszczenie** Signal representation is a very important factor for image processing and image analysis. It strongly affects accessibility of information the experimenter wants to reveal. In the presentation the definition of signal representation will be introduced. Different ways of signal representation will be discussed. The representations useful in image processing will be shown and the problem of locality in space and wave spectrum will be explained.

Next, the Fourier bases for 1D and 2D signals will be introduced and discussed. The relation between Bravais lattices and their Fourier spectra will be explained. The special case of graphene 2D crystal will be also discussed.

At the end, some successful applications of Fourier basis to analysis of atomic force microscopy images of surfaces of GaN substrates and A-SThM images of memory chips will be shown.

Sesja posterowa piątek, 10 marca 2017 16:30

P1	dr inż. Przemysław Ceynowa Diamond sensor for special applications in bre- ath control
P2	dr inż. Przemysław Ceynowa Development of 3D scaffolds with carbon allo- tropes for tissue engineering
P3	Łukasz Czykiel Układ służący do detekcji szumów niskoczęstotliwościowych dla dźwigni piezorezystywnych – Noise Detector
P4	Marián Ďurák Fiber reinforced composites with concrete or geopolymer matrix
P5	inż. Martyna Durko Nanoscratching AFM w obserwacji procesu rekonstrukcji warstwy pasywacyjnej stali nierdzewnej
P6	inż. Mateusz Gramala Układ pomiarowy dla systemu dźwigni Lab4MEMS2
P7	inż. Maciej Jakubiak Pomiary szumów niskoczęstotliwościowych laserów pół- przewodnikowych
P8	inż. Piotr Kula, inż. Cezary Wawrzyniak Moduły liniowych i logarytmicznych przetworników I/U stosowanych w mikroskopii SPM
Р9	inż. Michał Lachawiec Sterownik temperatury dla układów typu MEMS
P10	mgr inż. Anna Laska Cementy kostne i ich modyfikacje (poprawiające właściwości biologiczne) wykorzystywane w alloplastyce i leczeniu złamań kręgosłupa
P11	Si Ngo-Quang Differential High Resolution Voltage Source used for the scanning tunneling microscopy
P12	mgr inż. Katarzyna Oleśko Cienkie powłoki $Si_x N_y$ : C uzyskane z heksametylo- disilazanu za pomocą metody RF PECVD do zastosowań optycznych
P13	mgr inż. Bartosz Pązik Wpływ obróbki cieplno-chemicznej stopów tytanu TI6ALAV i TI6AL7NB na strukturę i waściwości tribologiczne
P14	mgr inż. Karolina Orłowska Metrologia oddziaływań optomechanicznych z układami mikroelektromechanicznymi MEMS

P15	prof. nzw. dr hab. inż. Witold Posadowski Wpływ parametrów procesu magnetronowego, impulsowego rozpylania na właściwości warstw niklu otrzymywanych w atmosferze $Ar+O_2$
P16	dr Krzysztof Pyszniak Modelowanie procesu jonizacji w źródle jonów z gorącą wnęką o kształcie stożka
P17	inż. Adrian Radoń Antykorozyjne i antybakteryjne właściwości powłok nano- szonych metodą elektroforetyczną oraz powłok kompozytowych zawierających tlenek grafenu i zredukowany tlenek grafenu
P18	dr inż. Andrzej Sikora Wykorzystanie plazmy argonowej w trawieniu kryszta- łów węglanu wapnia na potrzeby badań AFM
P19	mgr inż. Bartłomiej Stonio Trawienie warstw Si $O_2$ oraz Si przy wykorzystaniu techniki suchego trawienia wspomaganego plazmą $BCl_3$
P20	mgr inż. Bartłomiej Stonio Wytwarzanie pojedynczych warstw siarczku molib- denu MoS2 metodą CVD
P21	mgr inż. Lidia Świątek Wytwarzanie powłok węglowych domieszkowanych krzemem i srebrem modyfikowaną metodą RF PACVD z wykorzystaniem układu dwóch niezależnych elektrod RF.
P22	dr Artur Wiatrowski High power impulse magnetron sputtering of Sn / $In_2O_3$ composite target
P23	Marta ZaborowskaWytwarzanie, morfologia i własności optyczne cienkich warstw ZnO i ich zastosowanie w barwnikowych ogniwach słonecznych
P24	prof. dr hab. inż. Krzysztof Zdunek Wytwarzanie powłok na włóknach tkaniny przy zastosowaniu magnetronu z uziemioną katodą
P25	dr inż. Bousław Ziębowicz Mikroskopia sił atomowych jako narzędzie do oceny jakości warstw ZrO2 nałożonych metodą ALD na powierzchnię tytanu wykorzy- stywanego w stomatologii
P26	dr inż. Bousław Ziębowicz Badanie powłok na materiałach stomatologicznych przy użyciu mikroskopii sił atomowych

## Diamond sensor for special applications in breath control

P. Ceynowa<sup>1,2</sup>, A. Balcer<sup>1</sup>, M. Sobaszek<sup>3</sup>, R. Bogdanowicz<sup>3</sup>, W. Zinka<sup>1</sup>, S. Mitura<sup>1</sup>

 <sup>1</sup> Koszalin University of Technology, Sniadeckich 2, 75-453 Koszalin, Poland
<sup>2</sup> Technical University of Liberec, Studentská 1402/2, 461 17 Liberec 1, Czech Republic
<sup>3</sup> Gdansk University of Technology, Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics, ul. Narutowicza 11/12, 80-233 Gdansk Wrzeszcz, Poland

#### Streszczenie

In this study, diamond electrode was used for the electro-analytical determination of the detection simulated human breath samples. A sensor fabricated from the CVD deposition of diamond nanoparticles onto a monocristaline silicon sample. Impedance analysis showed that exposure to gas could be measured, which changes in resistance dominate due to the deprotonation of the diamond film. Sensors required minimal calibration and demonstrated excellent intra-electrode. Gases typically present in breath did not interfere with the sensor. Temperature and humidity were shown to have characteristic impedimetric and temporal effects on the sensor that could be distinguished from the response. While impedance responses could be detected from a single simulated breath.

- Abdulkadir Levent\*, Electrochemical determination of melatonin hormone using a borondoped diamond electrode, Diamond and Related Materials, Volume 21, January 2012, Pages 114–119, doi:10.1016/j.diamond.2011.10.018
- Russel J. Reiter, Dun-xian Tan, Lucien C. Manchester, Wenbo Qi, Biochemical reactivity of melatonin with reactive oxygen and nitrogen species, Cell Biochemistry and Biophysics, 1-Apr-2001, Volume 34, Issue 2, pp 237-256

### Development of 3D scaffolds with carbon allotropes for tissue engineering

P. Ceynowa<sup>1,3</sup>, T. Rydzkowski<sup>2</sup>, K. Reszka<sup>2</sup>, M. M. Szczypiński<sup>3,4</sup>, M. Szczypiński<sup>3</sup>, S. Mitura<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup> Department of Biomedical Engineering, Koszalin University of Technology, 75-435 Koszalin, Poland

<sup>2</sup> Koszalin University of Technology, 75-435 Koszalin, Poland

<sup>3</sup> Technical University of Liberec, 461 17 Liberec 1, Czech Republic

<sup>4</sup> Warsaw University of Technology, 00-661 Warsaw, Poland

### Streszczenie

Three-dimensional printing is a rapid prototyping technique that can create complex 3D structures by inkjet printing of a polimers with nanodiamonds onto biomaterials for tissue engineering scaffolds. Nanoparticles of carbon allotropes are finding much wider application in whole range of materials engineering, also in specific medical applications. The studies show that their impact on human body isn't inert. There are positive and negative aspects. A small addition of carbon nanoparticles (CNP) could design - create the appropriate properties and allows the wide types of material surface functionalization. Variety allotropic forms may be useful in chemistry and medicine as carriers for nano- and pico-scale compounds.

### Układ służący do detekcji szumów niskoczęstotliwościowych dla dźwigni piezorezystywnych – Noise Detector

Ł. Czykiel<sup>1</sup>, M. Gramala<sup>1</sup>, M. Jakubiak<sup>1</sup>, T. Gotszalk<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Zakład Nanometrologii, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, Politechnika Wrocławska, ul. Janiszewskiego 11-17, 50-372 Wrocław

#### Streszczenie

Zakłócenia są nieodłączną częścią wszelkich pomiarów. W przypadku mikrodźwigni z piezorezystywnym detektorem ugięcia, szumy generowane w strukturze mostka mają wpływ na rozdzielczość pomiaru ugięcia, czy siły dźwigni. Podczas pracy dźwigni w trybie statycznym, występują tak zwane szumy niskoczęstotliwościowe 1/f, które są trudne do wyeliminowania. Wiemy, że w każdym rezystorze, którego temperatura jest wyższa od zera bezwzględnego występuje nieuporządkowany ruch elektronów swobodnych, co powoduje, że pojawia się niezerowe napięcie skuteczne na zaciskach. Co więcej, wiemy, że wraz ze wzrostem temperatury, elektrony swobodne posiadaja coraz wieksza energie, w wyniku czego napiecie skuteczne również rośnie. Poza szumem pochodzacym od mostka piezorezystywnego, szumy sa również generowane przez sam układ elektroniczny przedwzmacniacza. Dlatego niezmiernie ważne jest projektowanie małoszumowych układów pomiarowych ze ścisłym uwzględnieniem parametrów elementów składowych takich jak: elementy bierne, wzmacniacze operacyjne, czy zasilacze. Kolejne źródła szumów niskoczestotliwościowych nie są związane bezpośrednio z układem elektronicznym, a z jego otoczeniem. Przykładem źródła takich zakłóceń sa drgania budynku, czy niestabilna temperatura w pomieszczeniu. Detekcja parametrów szumowych jest zatem niezmiernie ważna i pozwala na prawidłowa interpretacje pomiarów svgnałów.

Prezentowany układ pozwoli na detekcję szumów nisko częstotliwościowych oraz pomiarów temperatury wewnątrz obudowy. Da to możliwość na określanie wpływu temperatury na całkowity pomiar.

Układ ten jest konstrukcją dwumodułową. Pierwszym modułem jest zamknięty w obudowie



układ do detekcji szumów niskoczęstotliwościowych wraz z polimerową podporą, służącą podtrzy-

mywaniu mikrodźwigni. Użyty układ do detekcji szumów niskoczęstotliwościowych dla mikrodźwigni jest adaptacją układu Optical Noise Detection. Drugim modułem jest układ przedwzmacniacza wraz z badaną mikrodźwignią. Moduły te są montowane względem siebie w sposób rozłączny. Oba układy zostały zaprojektowane w sposób minimalizujący wpływ szumów elementów.

## Fiber reinforced composites with concrete or geopolymer matrix

M. Ďurák<sup>1</sup>, A. Piaskowska<sup>1</sup>, T. Wijata<sup>1</sup>, P. Louda<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Technical University of Liberec, Centre of Nanomaterials, Advanced Technologies and Innovations, Department of the Preparation and Analysis of Nanostructures, Liberec, Czech Republic

#### Streszczenie

The alkali activated aluminosilicate material with general formula  $M_2O \cdot mAl_2O_3 \cdot SiO_2$  is known under term geopolymer. This material can in some ways compete with traditional Portland cement based concrete in the field of civil engineering. Main reason behind this competition is high thermal stability of the geopolymer in comparison with Portland based concrete. We can produce composite material with high-strength fibers to further enhance mechanical properties of both materials. Reasoning behind developing these composites is high chance of synergistic effect occurring in such systems.

This paper deals with the evaluation and the comparison of mechanical properties of geopolymer and Portland cement based material. Further possibilities of basalt or carbon based fillers were examined. Composites of both mentioned matrix materials and both examined types of fillers were evaluated with mechanical properties of composites seen as the main criteria.

# Nanoscratching AFM w obserwacji procesu rekonstrukcji warstwy pasywacyjnej stali nierdzewnej

M. Błaszczyk<sup>1</sup>, M. Durko<sup>1</sup>, Z. Iwanicka<sup>1</sup>, P. Lochyński<sup>2</sup>, A. Sikora<sup>3,\*</sup>

<sup>1</sup> Stowarzyszenie Aktywnych Studentów, Koło SEP nr 1 we Wrocławiu, ul. M. Skłodowskiej-Curie 55/61, 50-369 Wrocław

<sup>2</sup> Wydział Kształtowania Środowiska i Geodezji, Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu ul. Grunwaldzka 55, 50-357 Wrocław

<sup>3</sup> Instytut Elektrotechniki Oddział Technologii i Materiałoznawstwa Elektrotechnicznego we Wrocławiu, ul. M. Skłodowskiej-Curie 55/61, 50-369 Wrocław \* sikora@iel.wroc.pl

#### Streszczenie

Ciągły rozwój technologii stali nierdzewnej wymuszony wzrostem wymagań co do parametrów eksploatacyjnych różnych jej stopów, jest motywacją do realizacji badań umożliwiających zrozumienie złożoności procesów elektrochemicznych na powierzchni materiału podczas poszczególnych procesów technologicznych oraz w trakcie eksploatacji gotowych elementów [1, 2].

W niniejszej pracy zaprezentowane zostanie wykorzystanie mikroskopii sił atomowych (AFM) jako narzędzia do obserwacji procesów rekonstrukcji warstw pasywacyjnych na powierzchni stali nierdzewnej, poddanej uprzednio elektropolerowaniu. W tym celu zastosowano technikę tzw. nanoscratchingu [3, 4], w której za pomocą diamentowego ostrza skanującego wykonuje się na powierzchni badanego materiału zarysowania naruszające ciągłość warstwy pasywacyjnej, a następnie wykorzystując ciągłe obrazowanie obszaru zarysowania w trybie dynamicznym AFM, dokonuje się oceny dynamiki procesu rekonstrukcji tejże warstwy. Badania tego typu mogą być wykorzystane w celu oceny wpływu poszczególnych czynników na samoistną odbudowę warstwy pasywacyjnej, jak również ewentualną podatność materiału na przebieg procesów korozyjnych inicjowanych wskutek uszkodzeń mechanicznych, jakie powstają podczas pracy danego materiału. Uzyskane wyniki pozwoliły stwierdzić, że badane zjawiska charakteryzują się specyficzną dynamiką, gdzie największe zmiany obserwuje się na początku badania.

- 1. Lochynski P, Kowalski M, Szczygiel B, Kuczewski K, 2016, Improvement of the stainless steel electropolishing process by organic additives, Polish J. Chem. Technol. 18, 76–81
- 2. Lochyński P, Sikora A, Szczygieł B, 2016, Surface morphology and passive film composition after pickling and electropolishing, Surf. Eng. DOI: 10.1080/02670844.2016.1238189
- Sikora A, 2013, Development and utilization of the nanomarkers for precise AFM tip positioning in the investigation of the surface morphology change, Optica Applicata, 43(1) 163-171
- Sikora A, 2014, Improvement of the scanning area positioning repeatability using nanomarkers developed with a nanoscratching method, Measurement Science and Technology 25, 055401

### Pomiary szumów niskoczęstotliwościowych laserów półprzewodnikowych

M. Gramala<sup>1</sup>, M. Babij<sup>1</sup>, W. Majstrzyk<sup>1</sup>, M. Rudek<sup>1</sup>, K. Gajewski<sup>1</sup>, P. Kunicki<sup>1</sup>, T. Gotszalk<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Zakład Nanometrologii, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, Politechnika Wrocławska, ul. Janiszewskiego 11-17, 50-372 Wrocław

#### Streszczenie

Zasada działania mikrodźwigni Lab4MEMS2 opiera się o zjawisko pieorezystywne. Zaprojektowane układy dają możliwość pomiaru oraz przetwarzania zmierzonego sygnału.

Opracowane konstrukcje pozwalają na akwizycję sygnału pojedynczej i poczwórnej dźwigni piezorezystywnej. Prezentowane układy mogą znaleźć zastosowanie w mikroskopii bliskich oddziaływań realizowanej z dźwigniami piezorezystywnymi, a także w diagnostyce biochemicznej

Wykonane obwody drukowane pozwalają na zastosowanie dźwigni na badaniach prowadzonych w trybie statycznym i zmiennoprądowym. W trybie statycznym możliwa jest kompensacja wstępnego napięcia niezrównoważenia mostka piezorezystywnego. Kompensacja ta prowadzona jest w układzie mikrokontrolera co zapewnia jej precyzję oraz elastyczność.

Zasilanie piezorezystorów może być swobodnie ustalane, co zapewnia uzyskanie odpowied-



**Rysunek 1** 



**Rysunek 2** 

nich czułości pomiarowych i zapewnienie odpowiednich warunków szumowych.

Wykonany system jest konstrukcją modułową. W jego skład wchodzą: układ zasilacza, magistrala, panel przedni, panel tylny, karty rozszerzeń oraz układ przedwzmacniacza. Pozwala to na powielanie zaprojektowanych obwodów drukowanych wraz ze zwiększaniem liczby dźwigni zastosowanych podczas pomiaru.

## Pomiary szumów niskoczęstotliwościowych laserów półprzewodnikowych

M. Jakubiak<sup>1</sup>, K. Orłowska<sup>1</sup>, K. Kwoka<sup>1</sup>, T. Gotszalk<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Zakład Nanometrologii, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, Politechnika Wrocławska, ul. Janiszewskiego 11-17, 50-372 Wrocław

#### Streszczenie

Szumy są bardzo ważnym zagadnieniem w urządzeniach komunikacyjnych oraz pomiarowych. Determinują one minimalny poziom sygnału, który można zmierzyć, oraz zmniejszają rozdzielczość pomiarową. W komunikacji mogą ograniczyć odległość na jaką można przesłać sygnał. Przyczynami występowania szumów w układach mogą być zakłócenia wynikające z zewnętrznych pól elektromagnetycznych, niestabilnych warunków pracy lub wewnętrzne jak np. dyskretna struktura materii.

W poniższej pracy zostaną omówione podstawowe parametry związane z szumami optycznymi oraz przedstawiona konstrukcja wraz z przykładowymi wynikami pomiarów niskoczęstotliwościowych szumów laserów półprzewodnikowych.

### Moduły liniowych i logarytmicznych przetworników I/U stosowanych w mikroskopii SPM

C. Wawrzyniak<sup>1</sup>, P. Kula<sup>1</sup>, M. Rudek<sup>1</sup>, K. Orłowska<sup>1</sup>, M. Babij<sup>1</sup>, T. Piasecki<sup>1</sup>, T. Gotszalk<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Zakład Nanometrologii, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, Politechnika Wrocławska, ul. Janiszewskiego 11-17, 50-372 Wrocław

### Streszczenie

Moduły przetworników prąd-napięcie wykorzystywane są w mikroskopii ze skanującą sondą (ang. Scanning Probe Microscopy). Są one jednymi z ważniejszych podzespołów mikroskopu wykorzystywanego do pomiaru właściwości elektrycznych badanych powierzchni. Przetworniki I/U w mikroskopach sił atomowych powinny charakteryzować się niskim poziomem szumów własnych (ze względu na niewielkie natężenia mierzonych prądów). Ze względu na charakterystykę przetwarzania możemy je podzielić na: przetworniki liniowe i logarytmiczne, ze względu na sposób polaryzacji: z polaryzacją podłoża lub polaryzacją ostrza.

Celem pracy była implementacja trybu pomiarowego mikroskopii sił z sondą przewodzącą (ang. *Conductive Atomic Force Microscopy*, C-AFM) w mikroskopie sił atomowych konstrukcji własnej - ARMScope. Przetworniki I/U zaimplementowano bezpośrednio w głowicy mikroskopu SPM eliminując występowanie długich połączeń między sondą, a układem przetwarzającym, co z kolei ogranicza negatywny wpływ rezystancji doprowadzeni i pojemności pasożytniczych. Wykonane przez autorów moduły znajdują zastosowanie w skaningowym mikroskopie tunelowym (ang. *Scanning Tunneling Microscope*, STM) i AFM:



### Rysunek 1

- moduł liniowy zastosowano w pomiarach z użyciem trybu C-AFM do pomiaru wysokozorientowanego grafitu pyrolitycznego
- moduł logarytmiczny stabilizowany termicznie jest szczególnie przydatny w mikroskopii SSRM (ang. Scanning Spreading Resistance Microscopy). W trybie SSRM mierzony prąd może charakteryzować się dużą dynamiką zmian. Stabilizacja termiczna pozwala wyeliminować dryf prądu zwiększający błąd pomiaru.

Układy scharakteryzowano pod kątem wartości szumów własnych oraz stabilizacji termicznych.

### Sterownik temperatury dla układów typu MEMS

M. Lachawiec<sup>1</sup>, T. Gotszalk<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Zakład Nanometrologii, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, Politechnika Wrocławska, ul. Janiszewskiego 11-17, 50-372 Wrocław

#### Streszczenie

Celem pracy było opracowanie systemu sterownika temperatury dla układu typu MEMS. Głównym zadaniem sterownika miała być możliwość stabilizacji temperatury membrany MEMS na zadanym poziomie. W pracy tej zawarto opis zasady działania całego systemu. W jej ramach zapisano ogólną zasadę działania układu regulacji temperatury. Przedstawiono także samodzielnie wykonane zdjęcie membrany wraz z opisem jej budowy. Wykonaną na potrzeby tej pracy elektronikę omówiono, w krótkim podrozdziale. Część dotyczący badań zawiera najnowsze uzyskane wyniki wraz z ich omówieniem.

Praca nad omawianym sterownikiem prowadzona jest w Zakładzie Nanometrologii Politech-



Rysunek 1 Zdjęcie wykorzystanej membrany MEMS

niki Wrocławskiej. Sterownik temperatury jest wciąż rozwijany o nowe funkcje. Aktualnym celem jest dostosowanie go do innego rodzaju membran, zwiększenie precyzji zadawania temperatury, a także poznanie rozkładu temperatury na całej strukturze MEMS. Nadrzędnym celem całości prac jest opracowanie systemu mikroskalowego stolika temperaturowego.

### Cementy kostne i ich modyfikacje (poprawiające właściwości biologiczne) wykorzystywane w alloplastyce i leczeniu złamań kręgosłupa

<u>A. Laska</u><sup>1</sup>, A. Sobczyk-Guzenda<sup>1</sup>, H. Szymanowski<sup>1</sup>, P. Niedzielski<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Instytut Inżynierii Materiałowej, Politechnika Łódzka, Stefanowskiego 1/15, 90-924 Łódź

#### Streszczenie

Cementy kostne są powszechnie stosowane do mocowania endoprotez stawów, szczególnie stawu biodrowego i kolanowego. Głównym celem ich użycia jest prawidłowe zespojenie sztucznego implantu z tkanką pacjenta (kością) i zapewnienie odpowiednich właściwości mechanicznych. Po raz pierwszy wykorzystano cementy kostny polimerowy (głównym składnikiem był poli(metakrylan metylu)) w 1962 roku podczas alloplastyki stawu biodrowego. Od tamtego czasu mocuje się trzpień i panewkę endoprotezy w wielu przypadkach klinicznych (tzw. proteza cementowa). Dodatkowo, cementy kostne pozwalają rekonstruować drobne fragmentów twarzy i szczęki, dokładnie wypełniając przestrzeń ubytku kostnego [1]. Od lat 90. XX wieku rozwijają się nowoczesne metody leczenia osteoporotycznych złamań kręgosłupa – wertebro- i kyfoplastyka, które bazują na wstrzykiwaniu cementu kostnego do uszkodzonego trzonu kręgu i przywracaniu mu pierwotnych wymiarów [2]. Specjalistyczne zastosowania medyczne ukierunkowane na zastępowanie uszkodzonych elementów lub wspieranie połączenia implant-kość wymuszają spełnianie szereg wymogów przez ten materiał.

Cementy kostne można podzielić ze względu na materiały, z których zostały wytworzone na polimerowe, fosforanowo-wapniowe, hydrożelowe i kompozytowe. Najczęściej stosowanymi cementami są te na bazie poli(metakrylanu metylu), który wykazuje się wysoką biozgodnością i odpowiednimi właściwościami mechanicznymi. Odnotowuje się znaczny rozwój kompozytów poprawiających połączenie pomiędzy wprowadzanym w organizm pacjenta cementem a jego tkanką [3, 4]. Szczególne znaczenie zyskują bioaktywne cementy kostne z dodatkiem hydroksyapatytu i bioaktywnego szkła [5, 6].

Praca zawiera przegląd stosowanych cementów kostnych i ich modyfikacji prowadzących do poprawy właściwości biologicznych, użytkowych (np. czas wiązania, lepkość) oraz wytrzymałościowych.

Podziękowania: Praca finansowana ze środków NCBR w ramach projektu o numerze PBS3/B9/45/2015.

- 1. S. Błażewicz, L. Stoch, Biomateriały, EXIT, 179-206, 257-281 (2003).
- S. Aghyarian, et al., Two novel high performing composite PMMA-CaP cements for vertebroplasty: An ex vivo animal study, J. of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials., 50, 209-298 (2015).
- 3. J. Łukaszczyk, Polimerowe i kompozytowe cement kostne oraz materiały pokrewne, cz. I, Polimery, 2, 79-88 (2004).
- J. Łukaszczyk, M. Śmiga-Matuszowicz, Polimerowe i kompozytowe cement kostne oraz materiały pokrewne, cz.II, Polimery, 2, 83-92 (2010).

- M.Puska, et al., Morphological and mechanical characterization of composite bone cement containing polymethylmethacrylate matrix functionalized with trimethoxysilyl and bioactive glass, J. of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials., 59, 11-20 (2016).
- 6. T.G. Tihan, et al., Effect of hydrophilic-hydrophobic balance on biocompatibility of poly(methyl methacrylate) (PMMA) hydroxyapatite (HA) composites, Mat. Chemistry and Physics, 118, 265-269 (2009).



42

### Differential High Resolution Voltage Source used for the scanning tunneling microscopy

S. Ngo-Quang<sup>1</sup>, K. Gajewski<sup>1</sup>, R. Kramek<sup>1</sup>, T. Gotszalk<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Faculty of Microsystem Electronics and Photonics, Wroclaw University of Technology, Wrocław, 50-372, Poland

#### Streszczenie

Electrical drift as well as mechanical drift occurring during sample scanning is one of factors which influences the scanning tunneling microscope (STM) during scanning. It makes that area of interest can move away from the scanned area, or the controller will be unable to maintain the tips-sample distance. In the case of scanning in the Z axis, the easiest way to minimize this effect is to use additional voltage source which can add an offset to the output of proportional-integral-differential controller. High Resolution Voltage Source (HRVS) was primitively created to realize this mission. The fact is that it can be used not only in the STM but also in another devices, where constant DC signal is needed, especially where differential signals may be obligatory.

In this work HRVS prepared for differentia signal biasing was presented. HRVS is ATMega32 based voltage source which has both uniplar and differential biasing capabilities. Here we show design and stability tests of the device.

### Cienkie powłoki Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>:C uzyskane z heksametylodisilazanu za pomocą metody RF PECVD do zastosowań optycznych

K. Oleśko<sup>1</sup>, H. Szymanowski<sup>1</sup>, W. Szymański<sup>1</sup>, M. Gazicki-Lipman<sup>1</sup>, A. Sobczyk-Guzenda<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Instytut Inżynierii Materiałowej, Politechnika Łódzka, Stefanowskiego 1/15, 90-924 Łódź

#### Streszczenie

Azotek krzemu jest materiałem o interesujących właściwościach optycznych. Wysoki współczynnik złamania światła (n) oraz niski współczynnik ekstynkcji (k) sprawia, że materiał ten w postaci cienkich powłok może posiadać zastosowania optyczne. W pracy przedstawiono badania związane z nakładaniem powłok Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>:C z par heksametylodisiloksanu (HMDSN) oraz mieszaniny NH<sub>3</sub> i N<sub>2</sub>. Zbadano wpływ stosunku NH<sub>3</sub>/N<sub>2</sub> na morfologię powłoki, skład i strukturę chemiczną, właściwości optyczne oraz adhezję do podłoża. W tym celu zastosowano takie techniki jak: skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM), spektroskopia fotoelektronów (XPS), spektroskopia w podczerwieni z transformatą Fouriera (FTIR), spektroskopia UV-VIS, zmiennokątowa spektroskopia elipsometryczna oraz badania nanoindentacji. Otrzymane wyniki dowodzą, że powłoki Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>:C posiadają najwyższy współczynnik załamania światła oraz najniższy współczynnik ekstynkcji, jeżeli otrzymywane są w gazowej atmosferze roboczej wytworzonej z 90% amoniaku i 10% azotu. Powłoki te odznaczają się najmniejszej zawartości węgla i najwyższej zawartości azotu. Wszystkie otrzymane powłoki cechowały sie dobra adhezje do podłoża krzemowego.

Praca przedstawia badania wstępne związane opracowanie technologii plazmochemicznego nakładania powłok z gradientem zmian wartości n. Stosując jako mieszaninę reakcyjną tlen, z HMDSN można nałożyć powłokę SiO<sub>2</sub>. Stosując mieszaninę azotu i amoniaku możliwe jest (jak wykazuje praca) uzyskanie Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>. Stosując natomiast mieszaninę azotu/amoniaku i tlenu możliwe będzie nałożenie powłok o współczynniku załamania światła z zakresu 1,9 (dla Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub>) do 1,45 (dla SiO<sub>2</sub>). Szybka zmiana stosunku gazów reakcyjnych pozwoli na nakładanie powłok z gredientem zmian n i tym samym uzyskania optycznych filtrów interferencyjnych.

Praca finansowana jest z grantu przyznanego przez Narodowe Centrum Nauki, Nr 2014/13/B/ST8/04293

### Wpływ obróbki cieplno-chemicznej stopów tytanu TI6AL4V i TI6AL7NB na strukturę i waściwości tribologiczne

<u>B. Pązik</u><sup>1,\*</sup>, J. Grabarczyk<sup>1</sup>, D. Batory<sup>1</sup>, W. Kaczorowski<sup>1</sup>, B. Januszewicz<sup>1</sup>, M. Makówka<sup>1</sup>, P. Niedzielski<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Politechnika Łódzka, Wydział Mechaniczny, Instytut Inżynierii Materiałowej, Stefanowskiego 1/15, 90-924 Łódź

\* bartoszpazik@gmail.com

#### Streszczenie

W pracy zaprezentowano wyniki badań modyfikowanych powierzchniowo stopów tytanu Ti6Al4V i Ti6Al7Nb. Każdy z badanych, medycznych stopów tytanu został poddany trzem rodzajom obróbki cieplno-chemicznej: azotowania, nawęglania oraz utleniania próżniowego. Proces azotowania próżniowego prowadzony był w atmosferze amoniaku (NH<sub>3</sub>) o wysokiej czystości w temperaturach 560, 650 i 850°Cw czasie 3h. Cieśnienie w komorze roboczej wynosiło 30 mbar, przy przepływie gazu 11/min. Atmosferę w procesie nawęglania próżniowego stanowiła mieszanina acetylenu, etylenu i wodoru w stosunku 2:2:1 w temperaturach 850 i 950°Cw czasie 2,5 h. Całkowity przepływ gazów podczas tego procesu wynosił 0,8 l/min. Proces utleniania prowadzony był w kwarcowym piecu rurowym. Próbki nagrzewane były w atmosferze gazu obojętnego do temperatury 900°C. Proces utleniania przebiegał w atmosferze tlenu, dodatkowo wzbudzany wyładowaniem jarzeniowym w obrębie wsadu. Próbki po 6 godzinach procesu studzone były razem z piecem.

Każda z próbek po procesie obróbki cieplno-chemicznej została poddana badaniom mającym na celu określenie wpływu przeprowadzonych modyfikacji na właściwości powierzchniowe. W skład badań wchodziły: badania metalograficzne, badania strukturalne, określenie głębokość modyfikacji, profilu twardości na przekroju poprzecznym, właściwości tribologicznych powierzchni metodą kula-tarcza. W pracy zaprezentowano wyniki dla najbardziej optymalnych parametrów każdej z przeprowadzonych obróbek.

Dużą poprawę właściwości tribologicznych uzyskano dla próbek po procesie nawęglania w temperaturze 950°C, o czym świadczy niski współczynnik tarcia oraz bardzo niski wskaźnik zużycia trących powierzchni. Najgorsze efekty odnotowano dla próbek azotowanych, dla których nie uzyskano poprawy właściwości tribologicznych. Próbki utleniane uzyskały niższy wskaźnik zużycia w porównaniu do materiału niemodyfikowanego o rząd wielkości.

#### Podziękowanie

Praca finansowana przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju w ramach projektu badawczego nr PBS/A5/44/2015 pt.: "Wysokoobciążone węzły tribologiczne do zastosowań biomedycznych" w Programie Badań Stosowanych PBS III

Słowa kluczowe: stopy tytanu, obróbka cieplno-chemiczna, tribologia

### Wpływ parametrów procesu magnetronowego, impulsowego rozpylania na właściwości warstw niklu otrzymywanych w atmosferze Ar+O<sub>2</sub>

W. Posadowski<sup>1</sup>, A. Wiatrowski<sup>1</sup>, G. Kapka<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, Politechnika Wrocławska, Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, Polska

#### Streszczenie

Warstwy niklu i tlenku niklu są stosowane między innymi w cienkowarstwowych układach elektrochromowych, w rezystancyjnych czujnikach gazów, w absorberach kolektorów słonecznych i in. Powłoki niklowe, otrzymywane między innymi technikami PVD, charakteryzują się dobrą odpornością na korozję i zużycie. Na szczególne wyróżnienie zasługuje metoda magnetronowego rozpylania, która umożliwia osadzanie cienkich warstw na duże powierzchnie. Pewnym problemem przy tej metodzie jest otrzymywanie warstw z targetów wykonanych z materiałów magnetycznych, ponieważ warunkiem koniecznym wydajnego procesu rozpylania jest obecność pola magnetycznego nad powierzchnią materiału rozpylanego. Spełnienie tego warunku wymaga między innymi stosowania układów magnetycznych wytwarzających pole o na tyle dużym natężeniu, by magnetyczny materiał targetu nasycał się i nie stanowił blokady dla linii pola magnetycznego nad materiałem rozpylanym.

Celem badań prezentowanych w artykule było określenie możliwości rozpylania targetów niklowych za pomocą magnetronu WMK-100, w szczególności z przeznaczeniem do zastosowania w systemach elektrochromowych.

Badano procesy osadzania cienkich warstw niklu oraz tlenku niklu otrzymywanych metodą impulsowego rozpylania magnetronowego. Warstwy nanoszono przy różnych koncentracjach tlenu w mieszaninie Ar+O<sub>2</sub> za pomocą magnetronu WMK-100. Rozpylano targety Ni (99,9%) o średnicy 100 mm i grubościach d<sub>T</sub>= 3; 5; 6 mm na podłoża szklane (Corning 7059) oddalone od targetu o d<sub>S-T</sub> = 120 mm. Całkowite ciśnienie gazu roboczego podczas procesów rozpylania wynosiło  $4 \times 10^{-3}$  mbar. Warstwy nanoszono przy różnych gęstościach mocy wydzielanych w targecie za pomocą zasilacza impulsowego produkcji firmy DORA. Zasilacz ten oferuje oryginalny sposób "śledzenia" *in situ* procesu rozpylania na podstawie obserwacji tzw. mocy krążącej [1]. Mierzono szybkość sadzania na podstawie pomiarów grubości i czasów rozpylania. Efektywne procesy rozpylania były możliwe nawet przy grubościach targetu d<sub>T</sub>=6 mm, a szybkość osadzania warstw była proporcjonalna do mocy targetu.

### Literatura

1. W.Posadowski, A.Wiatrowski, J.Dora, Z.Radzimski, Thin Solid Films, vol. 516, nr 14, (2008), s. 4478-4482.

### Modelowanie procesu jonizacji w źródle jonów z gorącą wnęką o kształcie stożka

M. Turek<sup>1</sup>, K. Pyszniak<sup>1</sup>, A. Droździel<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Instytut Fizyki, Uniwersytet Marii-Curie Skłodowskiej w Lublinie Pl. M. Curie-Sklodowskiej 1, 20-031 Lublin

#### Streszczenie

Źródła jonów wykorzystujące zjawisko jonizacji powierzchniowej zachodzące w gorących wnękach od ponad 40 lat przyciągają uwagę naukowców i inżynierów zaangażowanych w badania na polach spektroskopii jądrowej, elektromagnetycznej separacji izotopów czy astrofizyki doświadczalnej [1]. Jest to skutkiem ich licznych zalet, do których zaliczyć należy: wysoką wydajność jonizacji, czystość wiązki jonowej i jej niewielki rozrzut energetyczny, niezawodność oraz krótki czas pozostawania cząsteczek w źródle, co ma niebagatelne znaczenie w badaniach nad izotopami o krótkim okresie połowicznego zaniku.

W poprzednich artykułach zaprezentowano numeryczny model procesu jonizacji w źródłach z gorącą wnęką, opierający się na założeniu, że na skutek wielokrotnych zderzeń atomów z gorącymi ściankami wnęki wydajność jonizacji w rozważanym źródle może osiągać wysokie wartości [2, 3]. W prezentowanej pracy proponowany jest nowy typ wnęki, a mianowicie wnęka o kształcie ściętego stożka. Kształt ten w pewnych konfiguracjach może być traktowany jako łatwiejsze do zrealizowania (ze względu na trudność obróbki materiałów takich jak W czy Ta) przybliżenie wnęki półsferycznej, rozważanej w pracy [4].

W pracy zaprezentowano zależności wydajności zjawiska jonizacji od parametrów opisujących kształt wnęki, takich jak jej wysokość oraz promień górnej podstawy (rys. 1). Wyznaczono charakterystyki prądowo-napięciowe dla różnych kształtów wnęki. Zbadano wpływ długości kanału ekstrakcyjnego na uzyskiwane wydajności jonizacji oraz zaprezentowano zależności wydajności jonizacji od promienia otworu ekstrakcyjnego, poszukując jego optymalnej wartości. Prześledzono wpływ rozpadu promieniotwórczego jonizowanego nuklidu na uzyskiwane wydajności dla różnych konfiguracji wnęki.



**Rysunek 1** Zależności wydajności jonizacji we wnęce stożkowej od jej wysokości (h) i promienia górnej podstawy (r)

- 1. V.N. Panteleev, Rev. Sci. Instrum 2004;74:1602
- 2. M. Turek, Vacuum 2014;104,1
- 3. M. Turek et al. Rev. Sci. Instrum. 2012;83:023303
- 4. M. Turek, Acta Phys. Pol. A 2015;128;935

## Antykorozyjne i antybakteryjne właściwości powłok nanoszonych metodą elektroforetyczną oraz powłok kompozytowych zawierających tlenek grafenu i zredukowany tlenek grafenu

 $\underline{A.\ Radon}^1, S.\ Łoński^1, T.\ Warski^1, S.\ Topolska^2, A.\ Małachowska-Jutsz^3, B.\ Ziębowicz^2, M.\ Staszuk^2$ 

 <sup>1</sup> Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Koło naukowe "AtForce"
<sup>2</sup> Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice

<sup>3</sup> Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Środowiska i Energetyki, Katedra Biotechnologii Środowiskowej, ul. M.Strzody 5, 44-100 Gliwice

#### Streszczenie

W wyniku prowadzenia procesu utleniania grafitu najczęściej otrzymywana jest struktura zbliżona budową do grafitu dekorowanego grupami funkcyjnymi. W wyniku eksfoliacji tlenku grafitu na przykład metodami sonikacyjnymi (np. ultradźwiękami) możliwe jest otrzymanie struktur kilkuwarstwowych nazywanych tlenkiem grafenu (GO). W związku z wprowadzaniem tlenu w strukturę następuje tworzenie grup funkcyjnych (np. epoksydowych, karboksylowych czy hydroksylowych) oraz formowanie się regionów hydrofobowych i hydrofilowych. Aktualnie przedstawiono kilka metod produkcji oraz redukcji tlenku grafenu. Do najpopularniejszych metod syntezy GO zalicza się metody chemiczne takie jak: Brodiesa, Hofmanna, Staudenmaiera, Hummersa. W przypadku redukcji stosowane są nie tylko silne reduktory chemiczne takie jak hydrazyna, ale również proces ten prowadzony może być poprzez wygrzewanie tlenku grafenu w atmosferze redukującej (np. wodoru) czy na drodze redukcji elektrochemicznej.

W pracy przedstawiono wyniki badań dotyczących wpływu powłok wykonanych z tlenku grafenu oraz zredukowanego tlenku grafenu na odporność korozyjną oraz własności antybakteryjne stali węglowej. Tlenek grafenu otrzymano poprzez elektrochemiczną eksfoliację i utlenianie grafitu w roztworze kwasu siarkowego. Redukcję otrzymanej utlenionej struktury przeprowadzono przy użyciu wodoru in statu nascendi. Odporność korozyjną oraz właściwości bakteriobójcze powłok z GO i rGO przetestowano dla dwóch rodzajów powłok: powłoki wytworzonej w wyniku elektroforetycznego nanoszenia warstwy GO z wodnego roztworu oraz kompozytowej powłoki akryl/GO i akryl/rGO.

Strukturę zsyntezowanego tlenku grafenu oraz jego obecność na powierzchni stali potwierdzono przy użyciu spektroskopii Ramana. Dodatkowo poprzez analizę otrzymanych widm określono wpływ parametrów prądowych oraz czasu nanoszenia powłoki na jego strukturę. Odporność korozyjną próbek pokrytych tlenkiem grafenu określono z wykorzystaniem metody potencjodynamicznej wyznaczając krzywe polaryzacyjne w środowisku 3% NaCl. Wpływ GO oraz rGO na własności antykorozyjne powłoki akrylowej określono na podstawie analizy zdjęć mikroskopowych. Zauważono pozytywny wpływ nanomateriałów węglowych na propagację korozji w środowisku wodnym zawierającym jony chlorkowe. Zastosowanie GO oraz rGO pozwoliło zminimalizować proces rozprzestrzeniania się korozji poza zarysowany obszar.

Badanie własności antybakteryjnych powłok nanoszonych elektroforetycznie oraz powłok kompozytowych przeprowadzono na bakteriach gram-dodatnich *Bacillus subtilis* (gatunku modelowym dla tej grupy bakterii). Stwierdzono, że powłoki akryl/GO oraz akryl/rGO posiadają najlepsze właściwości bakteriobójcze (powłoka akrylowa oraz powłoki naniesione elektroforetycznie nie wykazały własności bakteriobójczych).

### Wykorzystanie plazmy argonowej w trawieniu kryształów węglanu wapnia na potrzeby badań AFM

M. Moczała<sup>1</sup>, M. Karpińska<sup>2</sup>, M. Poznar<sup>3</sup>, <u>A. Sikora<sup>1,\*</sup></u>

<sup>1</sup> Instytut Elektrotechniki Oddział Technologii i Materiałoznawstwa Elektrotechnicznego we Wrocławiu, ul. M. Skłodowskiej-Curie 55/61, 50-369 Wrocław

<sup>2</sup> Stowarzyszenie Aktywnych Studentów, Koło SEP nr 1 we Wrocławiu, ul. M. Skłodowskiej-Curie 55/61, 50-369 Wrocław

<sup>3</sup> Zakład Biochemii, Wydział Chemii, Politechnika Wrocławska, ul. Gdańska 7/9, 50-344 Wrocław \* sikora@iel.wroc.pl

### Streszczenie

Mikroskopia sił atomowych (AFM) w badaniach wpływu określonego medium na materiał, może być źródłem informacji na temat jego odporności, struktury czy też jednorodności [1, 2, 3]. Technika ta jest szczególnie przydatna w przypadku gdy próbki są mikrometrowych rozmiarów, co uniemożliwia wykorzystanie makroskopowych metod pomiarowych. Tego typu materiałem są np. kryształy węglanu wapnia zawierające różnego rodzaju białka, którego mineralizację przeprowadza się *in vitro* [4] w celu m.in. weryfikacji mechanizmów wzrostu, budowy, właściwości mechanicznych oraz przebiegu degradacji.

W niniejszej pracy zostaną zaprezentowane wstępne wyniki wykorzystania tzw. płaszczyzny plazmowej [5, 6] w badaniach AFM kryształów węglanu wapnia. Kryształy poddawane działaniu plazmy ulegają stopniowemu strawieniu, co pozwala przeprowadzić pomiary właściwości morfologicznych i mechanicznych ich wnętrza, otwierających możliwości badania ich budowy i poznania wynikających z niej cech decydujących o ich funkcjonowaniu w ich naturalnym środowisku.

- Bussiere P.-O, Desnoux E, Collin S, Vial C, Therias S, Gardette J.-L, 2015, Is Carbonyl Index a quantitative probe to monitor polypropylene photodegradation?, Polym. Degrad. Stab., 128, 200–208
- 2. Lochyński P, Sikora A, Szczygieł B, 2016, Surface morphology and passive film composition after pickling and electropolishing, Surf. Eng. DOI: 10.1080/02670844.2016.1238189
- 3. Sikora A, 2017, The improvement of the roughness changes analysis of the non-uniform surfaces investigated by means of atomic force microscopy with precise repetitive scanning area positioning, Measurement Science and Technology, 28 034016
- Wojtas M, Hołubowicz R, Poznar M, Maciejewska M, Ożyhar A, Dobryszycki P, 2015, Calcium Ion Binding Properties and the Effect of Phosphorylation on the Intrinsically Disordered Starmaker Protein, Biochemistry, 54, 6525–6534
- Jasiński M, Goch M, Mizeraczyk J, 2010, Urządzenie mikrofalowe do generacji płaszczyzny plazmowej. Prz. Elektrotechniczny 86, 112–114
- Jasiński M, Mizeraczyk J, 2011, Plasma sheet generated by microwave discharge at atmospheric pressure. IEEE Trans. Plasma Sci. 39, 2136–2137

### Trawienie warstw SiO<sub>2</sub> oraz Si przy wykorzystaniu techniki suchego trawienia wspomaganego plazmą BCl<sub>3</sub>

B. Stonio<sup>1,\*</sup>, N. Kwietniewski<sup>1</sup>, M. Sochacki<sup>1</sup>, J. Szmidt<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Instytut Mikroelektroniki i Optoelektroniki, Politechnika Warszawska, ul. Koszykowa 75, 00-662 Warszawa

\* b.stonio@imio.pw.edu.pl

#### Streszczenie

Podstawowymi materiałami używanymi w technologii półprzewodnikowej są krzem (Si) oraz tlenek krzemu (SiO2). Umiejętność precyzyjnego wykonywania podstawowych procesów technologicznych na tych materiałach jest niezbędna od wytworzenia poprawnie działających przyrządów półprzewodnikowych. Jednym z takich procesów jest trawienie. W zależności od przeznaczenia, wybierane są odpowiednie metody usuwania. Jedną z nich jest suche trawienie wspomagane plazmą BCl3. Proces ten charakteryzuje się dużą anizotropowością oraz szybkością trawienia.

Podczas procesów trawienia tlenku krzemu wykorzystano podłoża krzemowe (typ "p«100>  $\rho$  = 1<sup>-10</sup>  $\Omega$ cm) z naniesioną warstwą SiO<sub>2</sub> metodą PECVD (Plasma-enhanced chemical vapor deposition). Warstwy tlenku krzemu miały grubość około 2  $\mu$ m. W eksperymentach trawienia krzemu posłużono się podłożami po wykonanych wcześniej procesach czyszczenia. Na przygotowanych warstwach zrealizowano proces fotolitografii używając fotorezystu pozytywowego S1813. Następnie przeprowadzono trawienie warstw z wykorzystaniem urządzenia firmy Oxford PlasmaLab 80+. Jako gazy robocze użyto BCl3 oraz argon. Po przeprowadzeniu procesów usuwania warstwy zmyto fotorezyst. Grubość strawionej warstwy została zmierzona przy użyciu profilometru firmy Veeco Dektak 150. Na podstawie wyników sporządzono wykresy wpływu poszczególnych parametrów wejściowych, procesu suchego trawienia warstw wspomaganego plazmą BCl<sub>3</sub>, na szybkość ich usuwania Wyniki powyższych prac posłużą do wykonania procesów trawienia węglika krzemu (4H-SiC) w plazmie chlorowej oraz analizy jego selektywności względem wybranych materiałów maskujących.

### Wytwarzanie pojedynczych warstw siarczku molibdenu MoS<sub>2</sub> metodą CVD

<u>B. Stonio</u><sup>1,\*</sup>, A. Taube<sup>1,2</sup>, A. Łapińska<sup>2</sup>, M. Świniarski<sup>2</sup>, J. Judek<sup>2</sup>, P. Firek<sup>1</sup>, J. Szmidt<sup>1</sup>, M. Zdrojek<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Instytut Mikroelektroniki i Optoelektroniki, Politechnika Warszawska, ul. Koszykowa 75, 00-662 Warszawa.

<sup>2</sup> Wydział Fizyki, Politechnika Warszawska, ul. Koszykowa 75, 00-662, Warszawa \* b.stonio@imio.pw.edu.pl

**Streszczenie** Ze względu na swoje unikatowe właściwości elektryczne, optyczne i mechaniczne chalkogenidki metali przejściowych są obok grafenu najintensywniej badanymi kryształami dwuwymiarowymi. Chalkogenidki to związki zbudowane z atomów metali oraz atomów siarki, selenu bądź telluru. Kryształy chalkogenidków zbudowane są z pojedynczych warstw związanych ze sobą słabymi wiązaniami van der Waalsa. Obecność słabych wiązań van der Waalsa powoduje, że można otrzymywać pojedyncze warstwy tych materiałów, których ilość wpływa na właściwości elektronowe i optyczne materiału. W przypadku chalkogenidków półprzewodnikowych determinuje to strukturę pasmową i właściwości elektronowe. Dla przykładu, kryształ objętościowy siarczku molibdenu ma skośną przerwę energetyczną o szerokości ok. 1.3eV, natomiast pojedyncza warstwa MoS<sub>2</sub> ma prostą przerwę energetyczną o szerokości ok. 1.8eV. Obecność prostej przerwy energetycznej warunkuje możliwość zastosowania materiału w optoelektronice np. jako obszar aktywny tranzystorów czy fotodetektorów. Pojedyncze warstwy siarczku molibdenu można otrzymać poprzez wzrost metodą chemicznego osadzania z fazy gazowej (CVD, chemical vapour deposition). W przeciwieństwie do metody mechanicznej eksfoliacji, metodą CVD można wykonać warstwy o znacznie większej powierzchni o równie doskonałych parametrach optycznych i elektrycznych.

Warstwy siarczku molibdenu zostały wykonane metodą CVD na wysokodomieszkowanym podłożu krzemowym wraz z utlenioną warstwą tlenku krzemu o grubości 275 nm. Do wzrostu, jako prekursorów zastosowano tlenek molibdenu MoO<sub>3</sub> oraz siarkę. Nad łódką z tlenkiem molibdenu umieszczono podłoża. Podczas procesu, siarka umieszczona w strefie pieca o temperaturze ok. 200 °Csublimuje i jest transportowana przez gaz nośny (argon) do miejsca umieszczenia MoO<sub>3</sub> i podłoży. Temperatura w strefie wzrostu wynosiła 700 °C. W temperaturze tej MoO<sub>3</sub> sublimując reaguje z siarką tworząc warstwę MoS<sub>2</sub> na podłożu. Czas trwania procesu wynosił 20 minut. Wykonane warstwy MoS<sub>2</sub> poddano charakteryzacji metodami mikroskopii optycznej oraz sił atomowych (AFM). W celu dodatkowej identyfikacji pojedynczych warstw MoS<sub>2</sub> wykonano pomiary metodą spektroskopii Ramana przy wzbudzeniu  $\lambda = 514$  nm

W ramach pracy opanowano warunki wzrostu pojedynczych warstw MoS2 metodą CVD. Potwierdzono otrzymanie pojedynczych warstw MoS<sub>2</sub> za pomocą pomiarów mikroskopem AFM i przy użyciu spektroskopii Ramana. Rozmiary otrzymanych płatków pozwalają na wykonanie przyrządów elektronicznych i optoelektronicznych na bazie pojedynczych warstw siarczku molibdenu. Prace nad tym zagadnieniem są w toku.

**Podziękowania:** Praca naukowa częściowo finansowana w ramach programu Diamentowy Grant Ministerstwa Nauki Szkolnictwa Wyższego (0025/DIA/2013/42).

### Wytwarzanie powłok węglowych domieszkowanych krzemem i srebrem modyfikowaną metodą RF PACVD z wykorzystaniem układu dwóch niezależnych elektrod RF.

L. Świątek1, A. Olejnik1, J. Grabarczyk1, D. Bociąga1

<sup>1</sup> Politechnika Łódzka, Wydział Mechaniczny, Instytut Inżynierii Materiałowej, Stefanowskiego 1/15, 90-924 Łódź

#### Streszczenie

Badania nad wykorzystaniem powłok węglowych w medycynie prowadzone są od kilkunastu lat, ciesząc się przy tym ogromnym zainteresowaniem i powodzeniem. Niezwykle ciekawym zastosowaniem diamentopodobnych powłok jest ich wykorzystanie na powierzchni implantów medycznych. Światowa literatura prezentuje wyniki badań, udowadniających zaskakująco pozytywne odpowiedzi tkanek, w wyniku kontaktu z implantem pokrytym warstwą węglową. Implanty posiadające na swojej powierzchni powłokę DLC cechują się znacznie lepszą biozgodnością oraz hemokompatybilnością, zachowując przy tym pożądane właściwości mechaniczne [1, 2].

Wraz z rozwijającymi się technikami wytwarzania implantów medycznych oraz różnorodnością prowadzonych w tym kierunku badań, poszukiwane są pierwiastki, które wprowadzane w postaci domieszek do powłok węglowych zmienią ich charakter. Liczne doniesienia literaturowe potwierdzają, iż powłoki węglowe domieszkowane krzemem cechują się niskim poziomem naprężeń wewnętrznych [3, 4], podwyższoną stabilnością termiczna [3], przy jednoczesnym zachowaniu bardzo dobrych właściwości mechanicznych [4, 5], trybologicznych [5] oraz dobrą odpornością korozyjną [5]. Wielu autorów prezentuje wyniki, które świadczą, iż dodatek krzemu, w stężeniu nie większym niż 5% powoduje wzrost twardości oraz modułu Young'a powłok węglowych, a także pozwala na obniżenie ich naprężeń [6]. Ponadto, wykazano, że powłoki DLC-Si charakteryzują się bardzo dobrymi właściwościami biologicznymi [6].

Kolejnym szeroko opisanym pierwiastkiem stosowanym jako domieszka powłok węglowych jest srebro. Powodem dużej popularności Ag jest fakt, iż wykazuje ono właściwości antybakteryjne [7, 8], które mogą pozwolić na zahamowanie tworzenia się biofilmu bakteryjnego na powierzchni implantu, a tym samym zmniejszyć ryzyko zapalenia po implantacji.

Autorzy pracy wykorzystali jako technikę bazową - metodę RF PACVD (Radio Frequency Plasma Activated Chemical Vapour Deposition) i stworzyli jej modyfikację, pozwalającą na wprowadzenie dwóch pierwiastków do powłoki węglowej podczas jednego procesu technologicznego. W celu wprowadzenia do powłok węglowych domieszki krzemu zastosowano ciekły prekursor – heksametylodisiloksan, wprowadzany do powłoki w postaci oparów. W celu wprowadzenia domieszki Ag komora reaktora plazmo-chemicznego została przebudowana i domontowano układ zawierający drugą elektrodę częstotliwości radiowej wraz z odrębnym układem dopasowania. Poprzez zastosowanie odpowiednich parametrów tj. ciśnienia, potencjału autopolaryzacji elektrody, czasu procesu oraz temperatury podłoża przeprowadzono szereg prób, które potwierdziły teoretyczne założenia metody i pozwoliły wytworzyć powłoki domieszkowane na próbkach metalicznych.

Praca finansowana przez Narodowe Centrum Badań i rozwojów w ramach projektów: Lider "Modified Biomaterials - Medicine future" (Modyfikowane biomateriały przyszłością medycyny) - umowa Nr LIDER/040/707/L-4/12/NCBR oraz CarLa "Carbon coatings doped with Ag/Si for biomedical applications" (Powłoki węglowe domieszkowane Ag/Si do zastosowań biomedycznych) - umowa Nr M-ERA.NET/2012/02/2014

- R. Hauert, K. Thorwarth, G. Thorwarth, An overview on diamond-like carbon coatings in medical applications, Surface & Coatings Technology 233 (2013) 119-130
- R. Hauert, A review of modified DLC coatings for biological applications, Diamond & Related Materials, 12 (2003) 583-589
- S.S. Camargo, A.L.B. Neto, R.A. Santos, F.L. Freire, R. Carius, F. Finger, Improved hightemperature stability of Si incorporated a-C : H films, Diamond and Related Materials &(8) (1998) 1155-1162.
- A. Soum-Glaude, G. Rambaud, S.E. Grillo, L. Thomas, Investigation of the tribological behavior and its relationship to the microstructure and mechanical properties of a-SiC:H films elaborated by low frequency plasma assisted chemical vapor deposition, Thin Solid Films 519 (2010) 1266-1271.
- H.G. Kim, S.H. Ahn, J.G. Kim, S.J. Park, K.R Lee, Effect of Si-incorporation on wearcorrosion properties of diamond-like carbon films, Thin Solid Films 482 (2005) 299-304.
- K.-R Lee, M.-G. Kim, S.-J. Cho, K.Y. Eun, T.-Y. Seong, Structural dependence of mechanical properties of Si incorporated diamond-like carbon films deposition by RF plasmaassisted chemical vapour deposition, Thin Solid Films 308-309 (1997) 263-267
- D. Bociaga, D. Batory, W. Szymanski, A. Olejnik, K. Jastrzebski, W. Jakubowski, Silverdoped nanocomposite carbon coatings (Ag-DLC) for biomedical applications — physiochemical and biological evaluation, Appl. Surf. Sci. 355 (2015) 388–397.
- S.S. Camargo, A.L.B. Neto, R.A. Santos, F.L. Freire, R. Carius, F. Finger, Improved high-temperature stability of Si incorporated a-C: H films, Diam. Relat. Mater. (8) (1998) 1155–1162.

### High power impulse magnetron sputtering of Sn / In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite target

A. Wiatrowski<sup>1</sup>, M. Winnicki<sup>2</sup>

 <sup>1</sup> Faculty of Microsystem Electronics and Photonics, Wroclaw University of Science and Technology, Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wroclaw, Poland
<sup>2</sup> Faculty of Mechanical Engineering, Wroclaw University of Science and Technology, Lukasiewicza 5, 50-371 Wroclaw, Poland

#### Streszczenie

A thick film (about 500  $\mu$ m) of Sn / In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (25%, 75% of volume) composite was sprayed onto a copper plate (5 mm thick) using Cold Spraying technique. In this way a hybrid-type target was prepared for a deposition of ITO thin films using High Power Impulse Magnetron Sputtering (Hi-PIMS) technique.

During the experiments the WMK-50 planar magnetron source was used, equipped with above mentioned hybrid-type target with no earlier erosion zone. The magnetic field induction over the race-track region (component parallel to the target surface) was about 85 mT. With respect to the Gencoa Ltd classification of balanced/unbalanced magnetrons the magnetron source used during the experiments was the group VI device i.e. extremely unbalanced.

The sputtering processes were conducted in argon atmosphere at  $6 - 9 \times 10_{-3}$  mbar (the base pressure of vacuum chamber was  $1 \times 10^{-5}$  mbar). The magnetron cathode was driven by the self-designed HiPIMS power supply. This power supply consisted of high voltage supply, tank capacitor and a set of high power switches. The tank capacitor was charged by the high voltage supply and then discharged by the magnetron cathode, with the repetition time of 3 s.

The tank capacitor and the inductances of wires connecting it with magnetron source formed a LC resonant circuit. Because of that, each sputtering pulse (duration of about 20  $\mu$ s, peak current of about 1000 A) was followed by the inverse pulse (duration of about 25  $\mu$ s, peak current of about 300 A), both having sinusoidal shape. A simple electrical equivalent circuit of HiPIMS power supply and magnetron discharge was simulated using PSpice based TINA software distributed by Texas Instruments. The model consisted of: tank capacitor, two connecting wires, contacts of high power switches, equivalent of current probe and equivalent of magnetron discharge. The satisfactory convergence of simulated and measured waveforms of the discharge current and voltage was obtained if the magnetron discharge was modelled as nonlinear. One should keep in mind that the drift current E ×B of argon magnetron discharge can be as high as 4–9 times the cathode current, and the magnetic field generated by this current counteracts the magnetic field present above the target surface. In other words, the high value of the discharge peak current made the unbalanced magnetron source to be temporarily even more unbalanced, thus conditions of electrons avalanche were temporarily degraded.

Acknowledgements This work was supported by the State Committee for Scientific Research, Poland, under statutory grant 0401/0169/16 at Wrocław University of Science and Technology in 2016/2017.

### Wytwarzanie, morfologia i własności optyczne cienkich warstw ZnO i ich zastosowanie w barwnikowych ogniwach słonecznych

T. Tański <sup>1,2</sup>, W. Matysiak <sup>1</sup>, M. Zaborowska <sup>1</sup>

 Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice, Polska
Centrum Nanotechnologii, Politechnika Śląska, ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice, Polska

Streszczenie W ostatnim czasie można zaobserwować, że cienkie warstwy tlenku cynku zyskują coraz bardziej na popularności, w szczególności w takich aplikacjach jak sensory toksycznych zwiazków gazowych, materiały fotokatalityczne oraz elementy do budowy objętościowych i barwnikowych ogniw fotowoltaicznych. Ze wzgledu na dużo lepsze własności fizyczne tlenku cynku ZnO w porównaniu do własności fizycznych dwutlenku tytanu (TiO<sub>2</sub>), przy użyciu którego obecnie wykonuje się ogniwa fotowoltaiczne, do których należą m.in. przerwa energetyczna rzędu 3,22 eV (Rys. 1a), energia wzbudzania ekscytonów równa 60 meV czy ruchliwość elektronów 155 cm<sup>2</sup>  $V^{-1}$  s<sup>-1</sup> w porównaniu do wartości 10<sup>-5</sup> cm<sup>2</sup> V<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> charakteryzującej TiO<sub>2</sub>, podejmowane są próby wytworzenia ogniw barwnikowych o elektrodach zbudowanych z cienkich warstw i/lub nanostruktur, takich jak nanodrutów, nanowłókien czy nanoprętów tlenku cynku [1, 2, 3, 4, 5]. Głównym parametrem określającym sprawność działania fotoogniwa jest wydajność przekształcania energii promieniowania słonecznego na energię elektryczną, która jest ściśle związana z topografią powierzchni warstwy pełniącej rolę elektrody. Mnogość metod wytwarzania cienkich warstw pozwala na optymalizację procesów produkcji powłok półprzewodnikowych, charakteryzujących się określona chropowatościa, a także wystarczająco dużą powierzchnia właściwa pozwalająca na adsorpcję barwnika odpowiedzialnego za pochłanianie energii promieniowania świetlnego o określonej długości fali. W pracy wytworzono cienkie półprzewodnikowe warstwy tlenku cynku metodą



**Rysunek 1** Zależności ( $\alpha h\nu$ )<sup>2</sup> w funkcji energii kwantu promieniowania wraz z dopasowanymi prostymi otrzymanymi dla analizy UV-Vis (absorbancja w funkcji długości fali), której miejsce zerowe odpowiada wartości szerokości przerw energetycznych cienkiej warstwy ZnO bez fazy wzmacniającej; b) obraz SEM nanocząstek ZnO wraz z ich obrazem dyfrakcyjnym otrzymanym przy zastosowaniu mikroskopu TEM świadczącym o nanokrystalicznej strukturze zastosowanego proszku tlenku cynku.

zol-żel i spin coating, stosując roztwory dwuwodnego octanu cynku (Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> x 2 H<sub>2</sub>O) na bazie etanolu i kwasu octowego zawierające monokrystaliczne nanocząstki ZnO (Rys. 1b) o stężeniu odpowiednio 0 i 10% (wg.) względem końcowego stężenia wytworzonych roztworów. W celu zbadania wpływu zmiennej temperatury procesu kalcynacji wynoszącej odpowiednio 500 i 600 °Cwykonano badanie morfologii, struktury oraz własności optycznych otrzymanych cienkich



**Rysunek 2** Obraz AFM topografii powierzchni półprzewodnikowych kompozytowych warstw ZnO zawierające fazę wzmacniającą w postaci nanocząstek ZnO.

warstw tlenku cynku. Analiza topografii powierzchni cienkich warstw ZnO, wykonana przy użyciu mikroskopu sił atomowych (AFM) (Rys. 2a, b), wykazała wzrost chropowatości powierzchni badanych powłok, spowodowany dodatkiem nanocząstek ZnO w otrzymanych warstwach półprzewodnika. Spektroskopia w podczerwieni (FTIR) została wykonana w celu określenia oddziaływań międzyatomowych w strukturze chemicznej cienkich warstw ZnO, a otrzymane piki w zakresie liczby falowej 400 - 500 cm<sup>-1</sup> potwierdziły obecność rozciągających wiązań Zn – O. Możliwe wykorzystanie wytworzonych cienkich warstw tlenku cynku, w zastosowaniach do budowy elektrod w barwnikowych ogniwach słonecznych, zbadano wykorzystując spektroskopię UV-Vis w oparciu o widma absorbancji w funkcji długości fali promieniowania elektromagnetycznego zarejestrowane dla wytworzonych powłok. Przeprowadzone analizy własności optycznych badanych warstw ZnO wykazały spadek zarówno stopnia absorpcji w zakresie długości fal bliskiego ultrafioletu, jak i wartości szerokości przerw energetycznych spowodowane zastosowaniem wyższej temperatury podczas procesu kalcynacji. Uzyskane wyniki świadczą o wzroście konduktywności półprzewodnikowej warstwy ZnO, co z powodzeniem może zostać wykorzystane do produkcji elektrod o bardziej efektywnym transporcie elektronowym w barwnikowych ogniwach fotowoltaicznych.

- Liu X, Fang J, Liu Y, Lin T, Progress in nanostructured photoanodes for dye-sensitized solar cells, Front. Mater. Sci. 2016;10(3);225–237, DOI: 10.1007/s11706-016-0341-0
- Kim JH, Kim KP, Kim DH, Hwang DK, Electrospun ZnO Nanofibers as a Photoelectrode in Dye-Sensitized Solar Cells, J Nanosci Nanotechnol. 2015;15(3):2346-50, DOI: 10.1166/jnn.2015.10256
- Zhang W, Zhu R, Liu X, Liu B, Ramakrishna S, Facile construction of nanofibrous ZnO photoelectrode for dye-sensitized solar cell applications, Appl. Phys. Lett. 2009;95, DOI: 10.1063/1.3193661
- Kim I-D, Hong J-M, Lee BH, Kim DY, Jeon E-K, Choi D-K, Yang D-J, Dye-sensitized solar cells using network structure of electrospun ZnO nanofiber mats, Appl. Phys. Lett. 2007;91, DOI: 10.1063/1.2799581
- Hongsith K, Hongsith N, Wongratanaphisan D, Gardchareon A, Surachet Phadungdhitidhada S, Choopun S, Efficiency Enhancement of ZnO Dye-sensitized Solar Cells by Modifying Photoelectrode and Counterelectrode, Energy Procedia, 2015;79;360-365, DOI: doi:10.1016/j.egypro.2015.11.503

## Wytwarzanie powłok na włóknach tkaniny przy zastosowaniu magnetronu z uziemioną katodą

R. Chodun<sup>1</sup>, B. Wicher<sup>1</sup>, Ł. Skowroński<sup>2</sup>, K. Nowakowska-Langier<sup>3</sup>, S. Okrasa<sup>1</sup>, K. Zdunek<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Wydział Inżynierii Materiałowej, Politechnika Warszawska
<sup>2</sup> Instytut Matematyki i Fizyki, Uniwersytet Technologiczno-Przyrodniczy w Bydgoszczy
<sup>3</sup> Narodowe Centrum Badań Jądrowych, Otwock-Świerk

#### Streszczenie

Wytwarzanie powłok na włóknach tkanin umożliwia funkcjonalizację ich właściwości, np. poprzez zmianę reakcji na promieniowanie elektromagnetyczne w zakresie podczerwieni. W badaniach zastosowano, jako źródło plazmy magnetron z uziemioną katodą oraz dodatnio spolaryzowaną anodą. Anoda umieszczona była w odległości ok. 8 cm od powierzchni targetu tytanowego. Na anodzie wykonanej w postaci pierścienia umieszczona była tkanina szklana. W rezultacie procesu rozpylania magnetronowego targetu tytanowego prowadzonego w argonie lub mieszaninie argonu i azotu wytwarzane były na tkaninie powłoki odpowiednio Ti lub TiN. Badania SEM wy-



#### **Rysunek 1**

kazały, że na skutek zastosowania magnetronu pracującego w opisanym wyżej modzie na tkaninie uzyskana została powłoka pokrywającą dookolnie jej włókna. Powłoka została wytworzona zarówno na stronie eksponowanej na plazmę wyładowania jarzeniowego (lewe, rys. 1(a)), jak na stronie zacienionej (prawe, rys. 1(b)). Badania optyczne w podczerwieni wykazały drastyczną zmianę transmitancji i reflektancji tkaniny pokrytej powłoką i niepokrywanej (rys. 2).

Zastosowanie magnetronu pracującego w modzie standardowym (uziemiona anoda, katoda na potencjale ujemnym) umożliwiło jedynie jednostronne wytworzenie powłok.

Wydaje się, że dookolne pokrywanie tkaniny, zaobserwowane dla magnetronu z uziemioną katodą wiązań należy z dyfuzją ambipolarną w obszarze anodowego spadku potencjału, modyfikującą tory cząstek plazmy w tym obszarze.

Badania zostały wykonane w ramach projektu NCN 2013/09/B/ST8/02418



Rysunek 2

### Mikroskopia sił atomowych jako narzędzie do oceny jakości warstw ZrO<sub>2</sub> nałożonych metodą ALD na powierzchnię tytanu wykorzystywanego w stomatologii

B. Ziębowicz<sup>1</sup>, A. Ziębowicz<sup>2</sup>, M. Makelson<sup>3</sup>, A. Łanuszewska<sup>3</sup>

 <sup>1</sup> Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice
<sup>2</sup> Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Biomedycznej, Katedra Biomateriałów i Inżynierii

Wyrobów Medycznych, ul. Generała Charlesa de Gaulle'a 72, 41-800 Zabrze

<sup>3</sup> Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Koło naukowe Nanotechnologii i Materiałów Funkcjonalnych

### Streszczenie

Wśród rozwiązań materiałowych i technologicznych używanych w protetyce stomatologicznej do nakładania powłok duża rolę odgrywa metoda ALD (Atomic Layer Deposition), która to jest wariantem metod CVD i polega na naprzemiennym podawaniu gazowych reagentów (zwanych prekursorami) do komory reakcyjnej. ALD jest metodą nakładania powłok pozwalającą na bardzo dokładne odwzorowanie topografii podłoża oraz kontrolę grubości powłoki z dokładnością do pojedynczej warstwy atomowej. Ze względu na niemal idealną dokładność w odwzorowaniu powierzchni, metoda ALD nadaje się do pokrywania powierzchni o bardzo skomplikowanym kształcie.

Tlenek cyrkonu ZrO2 należy do ceramiki białej - tlenkowej. Najczęściej wykorzystywany jest



Rysunek 1 Przykładowy obraz AFM próbki tytanowej z nałożoną warstwą ZrO2.

jako materiał biomedyczny, między innymi ze względu na jego znakomitą kombinację własności mechanicznych i odporności korozyjnej. Głównym zastosowaniem tlenku cyrkonu w stomatologii jest wytwarzanie koron i podbudów mostów, łączników oraz wkładów koronowo-korzeniowych. Tlenek cyrkonu wykorzystuje się także jako warstwa ochronna np. na tytanie i stopach tytanu również stosowanym w stomatologii.

Tytan z punktu widzenia stomatologii jest metalem o bardzo korzystnych własnościach. Jest nie toksyczny i w niewielkim stopniu przenika do tkanek. Wykazuje dobrą biozgodność i wysoką wytrzymałość przy stosunkowo niskiej gęstości. Nie ulega korozji, a w wyniku utleniania pokrywa się warstwą pasywna. Łatwo porasta kością na skutek osteogenezy kontaktowej. Warstwa ZrO<sub>2</sub> na elementach tytanowych zmienia charakter powierzchni materiału z hydrofilowej na hydrofobowa,

co ma duże znaczenie w ograniczeniu namnożenia się komórek.

Do prawidłowej oceny powłoki naniesionej metoda ALD zostały wykonane badania grubości powłoki, kąta zwilżania oraz badania jakości ich powierzchni przy użyciu mikroskopu AFM. Wyniki badań uzyskane na mikroskopie AFM stanowią ważne uzupełnienie prowadzonych do tej pory badań nad materiałami stomatologicznymi. Na rysunku 1 przedstawiono przykładowy obraz AFM badanych próbek.
### Badanie powłok na materiałach stomatologicznych przy użyciu mikroskopii sił atomowych

B. Ziębowicz<sup>1</sup>, A. Ziębowicz<sup>2</sup>, M. Pawełczyk<sup>3</sup>, A. Łanuszewska<sup>3</sup>

 <sup>1</sup> Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18A, 44-100 Gliwice
<sup>2</sup> Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Biomedycznej, Katedra Biomateriałów i Inżynierii Wyrobów Medycznych, ul. Generała Charlesa de Gaulle'a 72, 41-800 Zabrze

<sup>3</sup> Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Koło naukowe Nanotechnologii i Materiałów Funkcjonalnych

### Streszczenie

Wraz ze wzrostem wieku społeczeństwa rośnie zapotrzebowanie na usługi stomatologiczne. Jednoczenie ze wzrostem zamożności społeczeństwa wymagania stawiane materiałom stomatologicznym są coraz wyższe. Podstawowe własności, które są stawiane materiałom biomedycznym, w tym stomatologicznym to m.in. biozgodność, zadawalające własności wytrzymałościowe oraz łatwość obróbki. Poza tym materiał stomatologiczny musi spełniać wymagania estetyki i wygody pacjenta. Materiały stomatologiczne pracują w środowisku jamy ustnej, które wpływa negatywnie na ich strukturę i własności, ulegają zużyciu mechanicznemu, jak i podlegają procesom korozyjnym. W celu polepszenia własności tych materiałów nakłada się na nie powłoki ochronne. Główne powłoki nakładane na materiały stomatologiczne to tlenek cyrkonu, azotek tytanu, tlenek tytanu, tlenek aluminium lub węglik krzemu. Charakteryzują się one wysoką odpornością na ścieranie, niską przewodnością cieplną, wysoką odpornością na pękanie oraz biokompatybilnością. Wśród materiałów wykorzystywanych na powłoki szczególną rolę odgrywa tlenek cyrkonu.

W niniejszej pracy, nałożono warstwę ZrO<sub>2</sub> metodą ALD w modzie termicznym, na tytanie 4 klasy jakości. Jego powierzchnia została przygotowana poprzez szlifowanie papierem ściernym o różnej ziarnistości (320-500), a następnie polerowanie na macie filcowej zwilżoną zawiesiną diamentową. Grubość nałożonej warstwy ZrO<sub>2</sub> wynosiła 108,38 nm. W celu analizy morfologii powstałych warstw oraz zmierzenia chropowatości użyto mikroskopu sił atomowych (AFM). Następnie został wykonany pomiar kąta zwilżania, który miał na celu określenie czy badana powłoka ma charakter hydrofilowy lub hydrofobowy. Wykonano także rentgenowską analizę fazową jakościową tytanu z nałożoną powłoką ZrO<sub>2</sub>.

Wyniki badań pokazują wiele możliwości zastosowania powłok tlenku cyrkonu w stomatologii oraz wskazują na konieczność dalszych badań, zarówno nad modyfikacją powierzchni implantu jak i nad dalszymi możliwościami projektowania powłok. Oprócz tlenku cyrkonu warto rozważyć także inne materiały ceramiczne, takie, jak tlenki aluminium i tytanu, oraz różne metody pokrywania implantów, na przykład niskotemperaturowe techniki PVD oraz pasywację powierzchni rodzimej. Dalszy rozwój technologii nakładania warstw jest jednym z przyszłościowych kierunków rozwoju inżynierii materiałowej.

## Spis autorów

Świątek L., 53 Świniarski M., 52 Żuk J., 14 Łanuszewska A., 60, 62 Łapińska A., 52 Łoński S., 49 Ďurák M., 34 Błaszczyk M., 35 Babij M., 26, 36, 39 Balcer A., 30 Batory D., 3, 45 Bociąga D., 53 Bogdanowicz R., 7, 30 Boharewicz B., 18 Ceynowa P., 9, 30, 31 Chodun R., 58 Czykiel Ł., 32 Droździel A., 47 Durko M., 35 Firek P., 17, 52 Gajewski K., 26, 36, 43 Gazicki-Lipman M., 44 Gierałtowska S., 15 Godlewski M., 15 Gotszalk T., 24, 32, 36, 38-40, 43 Grabarczyk J., 45, 53 Gramala M., 32, 36 Iwanicka Z., 35 Jóźwiak G., 27

Jakubiak M., 32, 38 Jakubowski W., 3 Janus P., 24 Januszewicz B., 45 Judek J., 52 Kaczorowski W., 45 Kaestner M., 4 Kapka G., 46 Karpińska M., 50 Kiczkowiak T., 10 Kijaszek W., 19 Kopyciński P., 14 Kramek R., 43 Kula P., 39 Kunicki P., 24, 36 Kwietniewski N., 15, 51 Kwoka K., 38 Lachawiec M., 40 Laska A., 41 Lochvński P., 35 Louda P., 34 Małachowska-Jutsz A., 49 Majstrzyk W., 24, 36 Makówka M., 45 Makelson M., 60 Matysiak W., 56 Mitura K., 9 Mitura S., 9, 10, 30, 31 Moczała M., 18, 50 Ngo-Quang S., 43 Niedzielski P., 41, 45 Nowakowska-Langier K., 58

# SPIS AUTORÓW

Sochacki M., 15, 51 Staszuk M., 49 Stonio B., 17, 51, 52 Szczypiński M., 9, 10, 12, 31 Szczypiński M. M., 9, 12, 31 Szmidt J., 15, 17, 51, 52 Szymański W., 44 Szymanowski H., 3, 41, 44 Tański T., 56 Taube A., 15, 52 Topolska S., 49 Turek M., 47 Veklych A., 17 Waśkiewicz M., 17 Wachnicki Ł., 15 Warski T., 49 Wawrzyniak C., 39

Wachnicki Ł., 15 Warski T., 49 Wawrzyniak C., 39 Werbowy A., 15 Wiatrowski A., 46, 55 Wicher B., 58 Wijata T., 34 Winnicki M., 55

Zaborowska M., 56 Zdrojek M., 52 Zdunek K., 58 Ziębowicz A., 60, 62 Ziębowicz B., 49, 60, 62 Zinka W., 30 Znamirowski Z., 19

Okrasa S., 58 Oleśko K., 44 Olejnik A., 53 Oleszkiewicz W., 19 Orłowska K., 38, 39 Ossowski T., 7 Owczarek S., 3 Pązik B., 45 Pawełczyk M., 62 Piacacki T. 22, 30

Piasecki T., 22, 39 Piaskowska A., 34 Pietruszka R., 14 Pisarska-Krawczyk M., 10 Pośpiech M., 10 Posadowski W., 46 Poznar M., 50 Prucnal S., 14 Pyszniak K., 14, 47 Pytliński R., 10

Radoń A., 49 Rangelow I. W., 4 Reszka K., 9, 12, 31 Rudek M., 24, 36, 39 Rydzkowski T., 31 Rydzykowski T., 9

Sierakowski A., 24 Sikora A., 18, 35, 50 Skowroński Ł., 58 Sobaszek M., 30 Sobczyk-Guzenda A., 3, 41, 44

### 64