

RECENZJA

Rozprawy doktorskiej mgr. inż. Vladimira KOVALIOVA pt.:
„METODA ELIPSOMETRII SPEKTRALNEJ LED Z ORTOGONALNYM
PRZEŁĄCZANIEM STANÓW POLARYZACJI”

1. Podstawa opracowania recenzji

Przedmiotem opinii jest rozprawa doktorska **mgr inż. Vladimira Kavaliova** pt.: „Metoda elipsometrii spektralnej LED z ortogonalnym przełączaniem stanów polaryzacji”; promotor rozprawy: prof. dr. hab. inż. Waldemar Wójcik z Wydziału Elektrotechniki i Informatyki Politechniki Lubelskiej.

Recenzja została opracowana na zlecenie prof. dr. hab. inż. Piotra Kisały, Przewodniczącego Rady Dyscypliny Naukowej *Automatyka, Elektronika i Elektrotechnika* Politechniki Lubelskiej (pismo RDN_AEiE_W_96_20-24 z dnia 01.08.2022 r.) na podstawie dostarczonej rozprawy doktorskiej pod wyżej wymienionym tytułem.

2. Charakterystyka pracy

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Vladimira Kavaliova została opublikowana w postaci monografii w formacie B5. Jest napisana w języku rosyjskim, liczy 146 stron druku wraz z spisem literatury w liczbie 122 pozycji i załącznika. Bibliografia odzwierciedla współczesny stan wiedzy z zakresu przedstawionego w rozprawie systemu informacyjno-pomiarowego dla monitorowania stałych optycznych i grubości cienkich warstw, w których zastosowano zmodyfikowaną metodę elipsometrii spektralnej ze źródłem promieniowania LED, co zmniejsza błąd i zwiększa powtarzalność pomiaru parametrów elipsometrycznych przy jednoczesnej poprawie własności technicznych i ekonomicznych systemu pomiarowego. Dobór literatury jest poprawny i wystarczająco pełny.

Rozprawa podzielona jest na 8 rozdziałów merytorycznych w tym wstęp. Rozdziały od 3. do 8. kończą wnioski. Materiał ilustracyjny przedstawiony w pracy jest czytelny i obejmuje dokonania Vladimira Kovaliova w zakresie opracowania autorskiej metody pomiarowej z wykorzystaniem modelowania matematycznego procesu czterostrefowych statycznych pomiarów elipsometrycznych, analiza wpływu nieuniknionego szumu na błąd

estymacji parametrów elipsometrycznych o skończonej liczbie położenia azymutalnych elementów polaryzacyjnych w torze pomiarowym. Pozwoliło to na określenie granicy dokładności układu pomiarowego. Opracowane przez Autora urządzenia polaryzujące pozwalają na zwiększenie odporności systemu na wpływy zewnętrzne, takie jak drgania i wahania temperatury. Badania teoretyczne potwierdzone zostały badaniami laboratoryjnymi systemu pomiarowego przeznaczonego do monitorowania stałych optycznych i grubości cienkich warstw, których wyniki przedstawione zostały w rozdziale 8 rozprawy.

3. Ocena podjętego tematu

Rozwój technologii struktur cienkowarstwowych ma kluczowe znaczenie w procesie produkcji w sektorze wysokotechnologicznych przedsiębiorstw. Parametry produkowanych urządzeń zależą w prostej linii od parametrów fizycznych wytwarzanych struktur cienkowarstwowych, co pociąga za sobą konieczność ich kontroli. W tych przypadkach wykorzystuje się często optyczne metody i systemy do bezkontaktowych i dokładnych pomiarów grubości i wartości stałych optycznych takich struktur cienkowarstwowych.

Szerokie rozprzestrzenienie znalazła tu analityczna metoda elipsometrii spektralnej. Pozwala ona na przeprowadzenie badań *in situ* w procesie produkcji struktur technologicznych, co pozwala na jej szerokie wykorzystanie w obszarze badań interdyscyplinarnych. Aktualność tematyki pracy przy opracowaniu nowych pomiarowo-informatycznych układów wykorzystujących metodę elipsometrii spektralnej obejmuje rozszerzenie roboczego zakresu, zwiększenie dokładności i powtarzalności pomiarów parametrów elipsometrycznych, a także uproszczenie konstrukcji urządzenia pomiarowego, co z kolei pozwoli na poprawę jego charakterystyk techniczno-ekonomicznych. Dla uzyskania tak sformułowanego celu została opracowana zmodyfikowana metoda eliminująca obracające się elementy polaryzacyjne w układzie pomiarowym.

Struktury cienkowarstwowe mają szerokie zastosowanie szczególnie w procesie budowy urządzeń elektronicznych. Wpływ parametrów fizycznych tych struktur ma istotne znaczenie na jakość produkowanych urządzeń, stąd niezbędna jest ciągła kontrola zarówno grubości, jak i stałych optycznych charakteryzujące te cienkowarstwowe struktury. Istotnym zagadnieniem staje się więc dobór odpowiednich metod pozwalających na pomiary parametrów fizycznych struktur cienkowarstwowych.

Cienkimi warstwami nazywane są struktury o grubości od kilkudziesięciu do kilku tysięcy nanometrów. Ważne miejsce w zastosowaniach znajdują struktury wielowarstwowe, na bazie których można wykonać unikalne ze względu na swoje własności struktury z zadanymi warunkami interakcji na granicy ich interfejsów. Dla wykorzystania tych właściwości niezbędnymi jest zapewnienie możliwości pomiarów parametrów fizycznych tych struktur cienkowarstwowych. Obszar badawczy, którego dotyczy rozprawa doktorska związany jest z opracowaniem metody oraz przyrządu umożliwiających realizację tak postawionego celu.

Rozprawa wpisuje się w obszar badań zmierzających do stworzenia warunków niezbędnych do pomiaru parametrów fizycznych struktur cienkowarstwowych z zapewnieniem odpowiedniej powtarzalności i czułości tych pomiarów oraz uproszczenia konstrukcji układu pomiarowego. Ten cel, realizowany jest poprzez wyeliminowanie elementów ruchomych w opracowywanym systemie pomiarowym.

Należy podkreślić, że cienkie warstwy są szeroko rozpowszechnione we współczesnej nauce i technice dzięki złożonym i ciągle rozwijanim metodom ich wytwarzania oraz unikalnym własnościom, które są wykorzystywane zarówno w badaniach podstawowych, jak i stosowanych. Przy tym należy podkreślić jedną z kluczowych własności struktur cienkowarstwowych, która pozwala na wykorzystanie różnych warunków nanoszenia pokryć dla uzyskania specyficznych ich własności.

Motywy, którymi kierował się Doktorant, przy wyborze zaproponowanych rozwiązań, są wyjaśnione w dysertacji. Wykorzystana w pracy modyfikacja metody pomiarowej, opracowanie modelu matematycznego i algorytmu obliczeniowego, architektury i programu obliczeniowego, badania eksperymentalne oraz wdrożenie rezultatów do praktyki przemysłowej stanowi istotny walor tej rozprawy.

4. Analiza i ocena merytoryczna rozprawy

W rozdziale pierwszym rozprawy, który stanowi wstęp, zawarte zostało wprowadzenie do tematyki podejmowanej w dysertacji. Rozdział ten jest syntetycznym przeglądem literaturowym związanym z podejmowaną problematyką. W szerokim ujęciu zaprezentowano aspekty związane ze strukturami cienkowarstwowymi, ich unikalnymi właściwościami, jakością ich wykonania oraz procesem pomiarowym własności fizycznych tych struktur, jak również metodą i konstrukcją przyrządu pomiarowego zapewniającego odpowiednią powtarzalność pomiarów oraz ich dokładność. Zakres i jakość przeglądu literaturowego świadczą o umiejętnościach Autora do poruszania się w podjętej tematyce.

Rozdział drugi zawiera tezę, cel i zakres pracy. Została tutaj sformułowana następująca teza rozprawy: **zaproponowana metoda elipsometrii spektralnej LED z przełączaniem ortogonalnych stanów polaryzacji pozwala osiągnąć wysokie parametry techniczne, takie jak dokładność w powtarzalności i czułości pomiarów stałych optycznych, połączonych z możliwością znacznego uproszczenia konstrukcji elipsometru spektralnego, w wyniku usunięcia z układu optycznego ruchomych elementów polaryzacyjnych.**

Celem pracy jest redukcja błędów i zwiększenie powtarzalności pomiarów grubości i wartości stałych optycznych struktur cienkowarstwowych w obecności zewnętrznych oddziaływań. Dla realizacji tak postawionego celu w pracy zostały zrealizowane następujące zadania cząstkowe:

- przegląd i analiza współczesnych metod i środków pomiarowych grubości i stałych optycznych struktur cienkowarstwowych,
- opracowanie zmodyfikowanej metody elipsometrii spektralnej,
- opracowanie modelu matematycznego i algorytmu obliczeniowego,
- zaproponowanie architektury i opracowanie algorytmu obliczeniowego,
- przeprowadzenie badań eksperymentalnych,
- wdrożenie rezultatów badań do praktyki przemysłowej.

Rozdział trzeci poświęcony jest analizie metod i środków technicznych do kontroli wartości stałych optycznych i grubości struktur cienkowarstwowych. Omówione zostały tu zastosowania i technologie wytwarzania struktur cienkowarstwowych z zadanymi charakterystykami optycznymi. Ponadto przeanalizowano metody kontroli wartości stałych optycznych i grubości tych struktur z uzasadnieniem wyboru i pełnej charakterystyki metody elipsometrii spektralnej. Następnie omówiono optyczne konfiguracje występujących elipsometrów oraz wykorzystywane tam źródła światła.

Na podstawie materiału przedstawionego w tym rozdziale zdecydowano się na modyfikacje metody spektralnej elipsometrii ze źródłem światła LED, co zapewnić powinno zmniejszenie błędów i zwiększenie powtarzalności pomiaru parametrów elipsometrycznych z towarzyszącym polepszeniem techniczno-ekonomicznych charakterystyk układu pomiarowego.

Rozdział czwarty poświęcony jest matematycznemu aparatowi formalizacji pomiarów elipsometrycznych i polaryzacji światła. Omówione tu zostały podstawowe równania elipsometrii oraz model odbicia ośrodka izotropowego, polaryzacji fali świetlnej, metody macierzowe Jonesa Millera oraz optyczne elementy polaryzujące (polaryzator, analizator i kompensator). Przedstawiony opis aparatu matematycznego, wykorzystywanego przy budowie elipsometrycznych systemach pomiarowych, pozwolił na opracowanie modelu matematycznego traktu pomiarowego elipsometru z ograniczoną liczbą stanów polaryzacji.

W rozdziale piątym zaprezentowano zmodyfikowaną metodę elipsometrii ze skończoną liczbą stanów polaryzacji. Podstawowym zadaniem, które należało rozwiązać w tym rozdziale, było opracowanie modelu czterostrefowego statycznych pomiarów elipsometrycznych, które optymalizują błąd oceny parametrów elipsometrycznych w obecności dwóch podstawowych źródeł szumu zakłócających pomiary, tj. biały, addytywny szum gaussowski i szum Poissona. Ponieważ szумы te są nieusuwalne, to uzyskane wyniki będą podstawowymi przedziałami dokładności pomiarów przy elipsometrycznych pomiarach statycznych. Przedstawiona ponadto została typowa konfiguracja układu dla pełnej macierzowej polarymetrii Millera składająca się ze źródła światła, polaryzatora, próbki, kompensatora, analizatora i odbiornika. Na podstawie macierzy Millera widać, że pomiary parametrów elipsometrycznych zależą tylko od czterech różnych parametrów, dlatego teoretycznie, cztery pomiary intensywności powinny wystarczyć dla pomiarów macierzy Millera. Opracowany został model statycznej metody elipsometrycznej

z jednym stanem polaryzacji w bloku polaryzatora i cztery stany polaryzacji w bloku zawierającym kompensator i analizator. Następnie przeprowadzona została optymalizacja modeli 1x4 w obecności addytywnego białego szumu gaussowskiego oraz szumu Poissona. W dalszej części opracowany został model statystycznej metody elipsometrycznej z dwoma stanami polaryzacji w bloku polaryzatora i dwoma stanami polaryzacji w bloku kompensatora i analizatora. Przeprowadzona została również optymalizacja modelu 2x2 przy występowaniu białego addytywnego szumu gaussowskiego oraz szumu Poissona.

W rozdziale szóstym przedstawiony został algorytm, który dla zadanej liczby diod LED polega na poszukiwaniu współczynników wagowych, przez które mnoży się prądy sterujące diod LED tak, aby sumaryczny profil wyjściowy przedstawiał sobą możliwie najlepsze przybliżenie do pożądanego. Zaproponowany algorytm różni się od innych i zapewnia efektywną teoretyczną bazę dla realizacji praktycznych z wykorzystaniem szerokopasmowych źródeł LED. Opracowany model został przebadany w warunkach laboratoryjnych.

Rozdział siódmy poświęcony jest informacyjno-pomiarowemu układowi kontroli stałych optycznych i grubości cienkich warstw. Sformułowane zostały wymagania stawiane układowi, które można przedstawić w następujący sposób:

- układ ma mieć modułową strukturę, z możliwością przeprowadzenia badań zarówno *ex situ* w warunkach laboratoryjnych, jak i *in situ*.
- roboczy zakres spektralny obejmuje UV-VIS-NIR, niezbędny dla szerokiej klasy materiałów z możliwością jego rozszerzenia.
- w zakresie toru pomiarowego występują tylko stabilne elementy polaryzacyjne z eliminacją wibracji i zależności od temperatury.

W rozdziale tym przedstawiono: odpowiadające powyższym wymaganiom elementy użyte w układzie pomiarowym elipsometru, schemat układu kontroli parametrów struktur cienkowarstwowych, przyrząd pomiarowy jako zautomatyzowane robocze miejsce oraz niezbędną dokumentację. Blok promieniowania zawiera wbudowany monochromator zapewniający spektrum promieniowania diod LED (17 diod) 250-1000 nm, dobranych z dostępnej bazy elementowej, przedstawionej w tabeli 7.1, przy pomocy metody przedstawionej w tym rozdziale. Schemat elektroniczny układu pomiarowego został rozdzielony na dwie funkcjonalne części: blok interfejsu i blok zasilania. Ich płytki drukowane zostały zaprojektowane w programie OrCAD. Rezultaty uzyskane w rozdziałach 5 i 6, w postaci modeli matematycznych i odpowiednich algorytmów, są podstawą opracowanego programu.

W rozdziale ósmym przedstawione zostały badania i ich rezultaty dotyczące pomiarów wartości stałych optycznych i grubości struktur cienkowarstwowych z wykorzystaniem zaprojektowanego i wykonanego fizycznie układu pomiarowego. Omówiona została dokładnie metodyka kontroli parametrów fizycznych tych struktur. Przeprowadzona została ocena metrologiczna wykonanego układu pomiarowego, kalibracja wykonanego układu

pomiarowego z wykorzystaniem etalonu płytki krzemowej, praktyczna realizacja pomiarów z wykorzystaniem nanostruktur typu Si/SiO₂/Ti/FeNiCo/Ti oraz Bi₂Te_{3-x}Se_x. Należy tu stwierdzić, że badania eksperymentalne potwierdzają przydatność tego układu dla kontroli grubości stałych optycznych struktur cienkowarstwowych z dokładnością zgodną z wyznaczoną teoretycznie.

5. Uwagi szczegółowe

Teza, jak również cel pracy zostały sformułowany w sposób prawidłowy i rzetelny. Praca w sposób spójny realizowana jest według nakreślonego celu, co prowadzi do udowodnienia postawionej tezy. Przyjęta metodyka postępowania jest logiczna, prowadzona jest bowiem od zdefiniowania potrzeb i wymogów poprzez analizy, aż po fizyczną aplikację, zaprojektowaną w popularnych narzędziach informatycznych, a projektowaną w warunkach laboratoryjnych przed jej wdrożeniem przemysłowym.

Praca ma charakter teoretyczno-aplikacyjny. Wskazuje kierunki i obszary dalszych poszukiwań badawczych.

Analizowane zagadnienia obejmują opracowanie modeli teoretycznych, będących podstawą do prac konstrukcyjnych. Następnie, prototyp urządzenia pomiarowego został przetestowany w warunkach laboratoryjnych. Dla tego urządzenia wyznaczone zostały jego parametry metrologiczne. Po zakończeniu tego etapu, wykonany system informacyjno-pomiarowy został wdrożony do praktyki przemysłowej. Taką ścieżkę realizacji rozprawy doktorskiej można uznać za modelową.

Za dokonania własne Doktoranta uważam:

- umiejętność kompleksowego przeprowadzenia rozległego eksperymentu badawczego od analiz teoretycznych, przez badania symulacyjne, do syntezy algorytmu pomiarowego wykorzystującego skonstruowany układ pomiarowy, który został przetestowany w warunkach laboratoryjnych, a następnie wdrożony w przemyśle;
- wybór modyfikacji metody pomiarowej, w której dla uzyskania wysokiej dokładności i powtarzalności zostały wyeliminowane z toru pomiarowego ruchome elementy polaryzacyjne;
- wykorzystanie, dla zapewnienia odpowiednio szerokiego spektrum promieniowania, zbioru 17 diod LED;
- fizyczne wykonanie przyrządu pomiarowego o założonych parametrach metrologicznych;
- wdrożenie opracowanego autorskiego rozwiązania do praktyki przemysłowej.

Autor wykazuje dobrą znajomość problemów, których dotyczy recenzowana rozprawa, choć nie ustrzegł się drobnych błędów lub fragmentów budzących pewne wątpliwości. Do tych drugich, które Doktorant powinien wyjaśnić, zaliczam:

- w zaproponowanym modelu matematycznym czterostrefowych, statycznych pomiarów elipsometrycznych rozpatruje się przypadek pomiaru fizycznych własności izotropowych wzorców z symetryczną macierzą Millera. Występuje jednak szeroka klasa zadań, które wymagają pełnej, 16-elementowej macierzy Millera anizotropowych struktur z wyraźnymi efektami depolaryzacyjnymi;
- nie rozpatruje się wpływu niejednorodności współczynnika załamania warstw po ich grubości, nie mierzone charakterystyki spektralne i stałe optyczne;
- analiza metrologiczna układu pomiarowego jest niepełna, brak teoretycznych lub eksperymentalnych potwierdzeń wpływu na pomiary następujących czynników: odbicie wielokrotnych w optycznym układzie elipsometru, szerokości spektralnej wykorzystywanego źródła promieniowania, pasożytniczych efektów kanału optycznego, błędów zadania kąta padania, itp.;
- nie jest określony błąd, wywołany różnymi stałymi optycznymi warstw pokryć, związanymi z osobliwościami technologicznego procesu ich nanoszenia wpływających na stechiometrię warstw i na ich charakterystyki optyczne;
- proponuje się wykorzystanie wbudowanego monochromatora, zaprojektowanego według układu Czernego-Turnera z elementem w postaci siatki dyfrakcyjnej, jednocześnie wpływ tego urządzenia na intensywność i quasischromatyczność sondowania promienia, które może wpływać na błędy pomiaru grubości warstwy, nie jest rozpatrywany;
- przedstawiony układ optyczny przyrządu pomiarowego ma dużą liczbę elementów optycznych, rozłożonych między elementami polaryzacyjnymi i wzorcami, co może doprowadzić do niskiej długoczasowej stabilności pomiarów.

Uwagi te nie wpływają na całościowy odbiór pracy, który uważam za pozytywny.

6. Podsumowanie i konkluzja

Zapoznając się szczegółowo z przedstawioną do oceny rozprawą doktorską, stwierdzam, że:

- Autor dokonał trafnego wyboru tematyki swojej pracy;
- Formalny układ pracy jest prawidłowy;
- Przedstawiona w rozdziale drugim **teza rozprawy została udowodniona** poprzez:
 - zaprezentowanie koncepcji układu pomiarowego wykorzystującego autorskie modyfikacje analizowanego elipsometru,
 - jego projekt i wykonanie fizyczne,
 - weryfikację laboratoryjną układu pomiarowego,
 - wdrożenie przemysłowe.
- **Cel rozprawy został osiągnięty** w zakresie sformułowanym przez Doktoranta;
- Tematyka pracy jest aktualna i dobrze nawiązuje zarówno do wiedzy teoretycznej, jak i praktyki;

- Wykazana została potrzeba przyszłych badań zmierzających do dalszych modyfikacji układu pomiarowego.

Z powyższego wynika, że Doktorant – mgr inż. Vladimir Kovaliov posiada kompetencje do samodzielnego prowadzenia badań naukowych i cechuje się znacznym zasobem wiedzy w dyscyplinie naukowej automatyka, elektronika i elektrotechnika, w której mieszczą się zagadnienia objęte rozprawą.

W moim przekonaniu, Doktorant wykazał się umiejętnościami formułowania problemu badawczego, jego samodzielnym rozwiązaniem i zbadaniem przydatności, potwierdzając zasadność przyjętej teorii i narzędzi w jej realizacji oraz umiejętność wyciągania wniosków.

Zamierzony cel pracy został osiągnięty, a teza udowodniona.

Reasumując, uważam, że rozprawa doktorska mgra inż. Vladimira Kovaliova pt. „Metoda elipsometrii spektralnej LED z ortogonalnym przełączaniem stanów polaryzacji” (promotor prof. dr hab. inż. Waldemar Wójcik) spełnia z nadmiarem wymagania Ustawy o tytule i stopniach naukowych i wnoszę do Rady Dyscypliny Naukowej Automatyka, Elektronika i Elektrotechnika Politechniki Lubelskiej o dopuszczenie Doktoranta mgra inż. Vladimira Kovaliova do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Mironow Suf