



РЕЦЕНЗИЯ

върху дисертационен труд за придобиване на образователна и научна степен „Доктор“ в област на висше образование „Технически науки“, професионално направление 5.2 „Електротехника, електроника и автоматика“, научна специалност “Технология на електронното производство”

Автор на дисертационния труд: маг. инж. Цветозар Дамянов Цанев, катедра „Микроелектроника“, ФЕТТ, Технически университет – София

Тема на дисертационния труд: „Изследване на оксидни и хибридни оксид-полимерни пиезоелектрични елементи с приложение в нано- електромеханични системи (НЕМС)“

Рецензент: доц. д-р инж. Светозар Кръстев Андреев, Технически университет – София

1. Актуалност на разработвания в дисертационния труд проблем в научно и научноприложно отношение. Степен и нива на актуалността на проблема и конкретните задачи, разработени в дисертацията

В последните години много усилия и средства са насочени към търсенето и изследването на алтернативни източници на енергия в световен мащаб с цел намаляване на въглеродните емисии и опазването на климата на планетата. Същевременно, при бързо развиващите се технологии в микроелектрониката, където миниатюризацията е ключов фактор, се провеждат изследвания за осигуряване на автономно захранване на малки устройства, което да подобри тяхната гъвкавост и обхват на приложение.

В дисертацията си маг. инж. Цветозар Цанев представя изследвания именно в тези две направления и това показва високата степен на актуалност на проблема. Работата е насочена към изследване на методи за повишаване добива на пиеzo-електрично напрежение, генерирано от нови безоловни тънкослойни материали, получавани чрез технология съвместима с тази за производство на интегрални схеми. Това определя целта на работата, а за нейното постигане са дефинирани следните задачи – 1. разработване на технология с контролиращи и възпроизведими параметри за отлагане на нанослоеве от тези материали върху различни подложки; 2. – вграждане на атоми в кристалната решетка на пиезоелектричните материали с различни предназначения, целящи усилване на пиезоелектричния добив; 3. – създаване на геометрични форми, концентриращи механичното натоварване отново с цел повишаване на пиеzo-ефекта; 4. - наноструктуриране на безоловните пиезоелектрични оксиди и полимери, за



създаване на множество матрично организирани нанонишкови структури, чието пиезоелектрично напрежение се сумира.

2. Степен на познаване състоянието на проблема и творческа интерпретация на литературния материал

След запознаване със съдържанието на дисертационния труд смятам, че маг. инж. Цветозар Цанев се е запознал в дълбочина с пиезоелектричния ефект, видовете пиезоелектрични елементи в НЕМС, конструктивно-технологичните особености при изграждане на вибрационни МЕМС/НЕМС с приложение като генератори, типовите конструкции на пиезоелектричните генератори, основни материали за изграждането им, математическите зависимости, описващи работата на пиезоелектричните наногенератори, както и технологичните процеси за изграждане на пиезоелектрични слоеве и структури. Литературното проучване в дисертацията описва подробно съвременните изследвания по темата. В библиографията на дисертационния труд присъстват 187 литературни източника, от които 12 интернет адреса, като большинството от тях са издадени след 2010 година.

3. Съответствие на избраната методика на изследване с поставената цел и задачи на дисертационния труд

Методиката на изследване точно и последователно следва формулираните задачи и цели в дисертационния труд. Методиката е добре обоснована и за нейната достоверност може да се съди по постигнатите резултати от изследванията, анализите им и формулирането на заключения.

В дисертацията докторантът показва повишаването на ефективността на генерираното пиезоелектрично напрежение в слоеве от Калиев Ниобат чрез установени технологични процеси, характерни за микроелектрониката, като успешно успява да оптимизира и контролира морфологията и микроструктурата на слоевете. Докторантът предлага и подход за легиране на нанослоеве от Цинков оксид с Галий, като по този начин подобрява проводимостта на материала и съответно добива на пиезоелектричество.

Новаторски подход, който е предложен в дисертацията и дава положителен резултат, е създаването на пиезоелектрични гъвкави структури на основата на калиев ниобат със структурирана топология, съдържаща концентратори на механично напрежение. По този начин в изследванията си докторантът демонстрира познания в областта на материало-знанието, технологиите в електронното производство и механика.

Друго ново изследване, представено в дисертацията е свързано с възможността за прилагане на нанопорест ААО, като шаблон заnanoструктуриране на пиезоелектрични материали, използвани при слойните генератори. Резултатите показват значително повишаване на стойностите на пиезоелектрично напрежение в сравнение с плътни, неструктурirани



пиеzoелектрични слоеве и структури такива с концентратори на механично напрежение.

4. Кратка аналитична характеристика на естеството и оценка на достоверността на материала, върху който се градят приносите на дисертационния труд

В уводната глава авторът посочва накратко актуалността на проблема, обществена и научна значимост на темата и съвременно състояние на научния проблем. В първа глава е поместен литературния обзор по тематиката. В края на главата са дефинирани нерешените проблеми, въз основа на които е формулирана основната цел на дисертацията и свързаните с постигането ѝ задачи. Във втора, трета и четвърта глава са представени експерименталните изследвания на докторанта, постигнатите резултати и аprobацията им.

Общийят обем на експерименталната част възлиза на 90 страници и показва огромното количество работа, извършена по време на докторантурата.

Следва заключение и формулиране на научно-приложните и приложни приноси на дисертационния труд, както и библиография.

5. Научни и/или научноприложни и приложни приноси на дисертационния труд

Авторът претендира за 6 научно-приложни и 1 приложен приноси в дисертацията. Считам, че те са правилно формулирани. Представени са както следва:

Научно-приложни приноси:

1. Разработена е технология за контролирано получаване на нанопокрития от новосинтезиран пиеzoелектричен материал калиев ниобат ($KNbO_3$) чрез вакуумно разпражване. Изследвано е за първи път поведението на тънкослойни преобразуватели от безоловен материал $KNbO_3$ и е показано, че те могат да работят в режим на алтернативен източник на енергия (наногенератор) като доставят енергия $\sim 7,8 \text{ mW/N}$ ($\sim 780 \mu\text{W/kg}$).

2. Разработена е методика за тестване на пиеzoелектричната реакция на тънкослойни пиеzoелектрични генератори от $KNbO_3$ и е направен теоретичен анализ на поведението им, като на база на теоретичните изчисления и експерименталните данни е получена информация за фундаментални процеси, развиващи се в структурите (например типа на поляризация).

3. Разработена е технология за контролирано получаване на нанопокрития от новосинтезиран пиеzoелектричен материал цинково-галиев оксид (GZO). Получени са нови взаимовръзки между пиеzoелектричните коефициенти, морфологията на слоевете и технологичните условия на получаване на слоевете,



които са използвани при изграждането на сензорна структура от мембрлен тип с подобрена чувствителност от 5 mV/g.mm^2 .

4. За първи път се изследва тънъкослоен пиеzoелектричен генератор, съдържащ кръгови концентратори на механично напрежение. Предложена е топология за структуриране на наноразмерни слоеве в генераторната структура, водеща до повишен добив на електрическа енергия при резонансна честота в нискочестотния диапазон.

5. Разработена е технология за производство на тънкослойни пиеzoелектрични генератори с подобрена ефективност на преобразуване, поради структурираните с концентратори слоеве.

6. Създадена е технология за наноструктуриране на пиеzoелектрични оксиди и полимери под формата на нановлакна чрез матрично-асистирано израстване в нанопорест аноден алуминиев оксид. Реализирани и изследвани са генераторни елементи с повишена ефективност на преобразуване на механични въздействия в електрическа енергия спрямо елементи с неструктурни слоеве или със структурирани концентраторни електроди.

Приложен принос

Създадена е лабораторна установка за анодиране на алуминий при повищено напрежение за разширяване на диаметъра на нанопорите с поддържане на ниска постоянна температура, спомагащо за регулярността на размера и разпределението на нановлакната в диелектричната матрица.

6. Оценка за степента на личното участие на дисертанта в приносите

Считам, че получените резултати са оригинални и са лично дело на докторанта. Те напълно съответстват на изискванията за дисертационен труд за придобиване на образователната и научна степен „Доктор“.

7. Преценка на публикациите по дисертационния труд: брой, характер на изданията, в които са отпечатани. Отражение в науката – използване и цитиране от други автори, в други лаборатории, страни и пр.

Кандидатът е представил 7 публикации с негово авторско участие. От тях 3 публикации са представени на научни конференции – 1 в България и 2 в чужбина, 4 публикации са в списания като 2 от публикациите са в списания с висок импакт фактор (7,147 и 3,623), една е в списание с импакт ранг. Кандидатът има една самостоятелна публикация, а в други 2 е посочен като първи автор. От направената справка в Scopus забелязах 18 цитирания от чужди автори.

8. Използване на резултатите от дисертационния труд в научната и социалната практика



Резултатите са свързани със задачи в три научноизследователски проекта. Два от тях за фундаментални научни изследвания към ФНИ (ДН 07/13/2016) „Изследване на пиеzoелектричната реакция на слойни микрогенератори върху гъвкави подложки“ и (КП-06-Н27/1/2018) „Фероелектрични оксиди върху силиций за нови сензорни устройства“) и с един проект в помощ на докторанта „Изследване на оксид съдържащи пиеzoелектрични елементи с приложение в наноелектромеханични системи“ № 192ПД0006-03, НИС на ТУ-София. Разработени са две лабораторни упражнения по дисциплините „Наноматериали“ и „Микроелектронни технологии за алтернативни източници на енергия“ за ОКС Магистър на специалности „Електроника“ и „Микротехнологии и наноинженеринг“ във ФЕТ75 на ТУ-София. Темите са съответно „Получаване на нанокомпозитни слоеве от пиеzoелектрични нановлакна в диелектрична матрица“ и „Пиезоелектрични преобразуватели като генератори на електрическа енергия – технология за изготвяне и измерване на основни параметри на преобразувателите“.

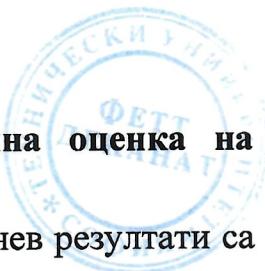
9. Оценка на съответствието на автореферата с изискванията за изготвянето му, както и на адекватността на отразяване на основните положения и приносите на дисертационния труд

Представеният автореферат е в обем от 32 страници. Съдържанието му съответства на съдържанието на дисертационния труд. Авторефератът последователно и точно показва отделните глави от дисертацията. В началото е представена обща характеристика на дисертационния труд, включваща актуалността на решавания проблем. Следват целта и задачите на дисертацията, методологичната основа на труда и претенциите за приноси на кандидата. Авторефератът завършва със списъка на публикациите по труда и анотация на английски език.

Оценката ми за автореферата е, че той отговаря на общоприетите изисквания и отразява вярно съдържанието и приносите на дисертационния труд.

10. Мнения, препоръки и бележки

Представеният ми дисертационен труд на маг. инж. Цветозар Цанев е много добре структуриран, като са спазени изискванията за изготвянето и оформлението му. Целта на дисертацията и свързаните с нея изследователски задачи са ясно формулирани. Добро впечатление прави представянето на резултатите от изследванията в заключения след всяка глава, както и апробацията на постигнатите резултати. Забелязвам, че направените след предварителното обсъждане на дисертацията технически бележки са отстранени.



11. Заключение с ясна положителна или отрицателна оценка на дисертационния труд

Считам, че получените от маг. инж. Цветозар Дамянов Цанев резултати са оригинални и напълно съответстват на изискванията за дисертационен труд за придобиване на образователната и научна степен „Доктор“. Разработките в дисертацията са описани компетентно и в необходимата пълнота, изводите и заключенията са много добре построени и аргументирани. Докторантът е покрил минималните изисквания на ТУ-София.

Това ми дава основание да препоръчам на уважаемото жури да присъди на маг. инж. Цветозар Дамянов Цанев образователната и научна степен „Доктор“ в областта на висше образование „Технически науки“, професионално направление 5.2 „Електротехника, електроника и автоматика“, научна специалност “Технология на електронното производство”.

Дата : 09.01.2024 г.
гр. София

РЕЦЕНЗЕНТ : (n)

(доц. д-р инж. Светозар Андреев)





R E V I E W

on a dissertation for the acquisition
of the educational and scientific degree of "Doctor of philosophy PhD" in
professional field 5.2 "Electrical Engineering, Electronics, Automation,"
scientific specialty "Technology of Electronic Manufacturing".

Author of the dissertation: MSc. Eng. Tsvetozar Damyanov Tsanev

Department of Microelectronics, FETT, Technical University of Sofia

Title of the dissertation: "Study of oxide and hybrid oxide-polymer
piezoelectric elements for application in nanoelectromechanical systems (NEMS)"

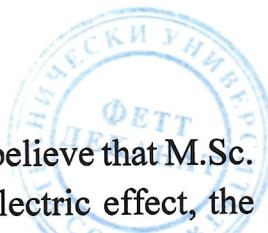
Reviewer: assoc. prof. Svetozar Krastev Andreev, Technical University of
Sofia

1. Relevance of the problem developed in the dissertation work in scientific and scientific applied terms. Degree and levels of relevance of the problem and specific tasks developed in the dissertation

In recent years, many efforts and funds have been directed to the search and research of alternative sources of energy on a global scale with the aim of reducing carbon emissions and protecting the planet's climate. At the same time, with the rapidly developing technologies in microelectronics, where miniaturization is a key factor, research is being conducted to provide autonomous power to small devices to improve their flexibility and scope of application.

In his dissertation, M.Sc. Eng. Tsvetozar Tsanev presents research in these two directions, and this shows the high degree of relevance of the problem. The work is aimed at researching methods for increasing the yield of piezo-electric voltage generated by new lead-free thin-film materials obtained by a technology compatible with that of integrated circuit production. This determines the goal of the work, and for its achievement the following tasks are defined - 1. development of a technology with controllable and reproducible parameters for depositing nanolayers of these materials on different substrates; 2. – embedding of atoms in the crystal lattice of piezoelectric materials with different purposes, aimed at increasing the piezoelectric yield; 3. – creation of geometric shapes, concentrating the mechanical load again in order to increase the piezo-effect; 4. - nanostructuring of the lead-free piezoelectric oxides and polymers, to create multiple matrix-organized nanowire structures whose piezoelectric voltage is summed.

2. Degree of understanding of the problem's state-of-the-art and creative interpretation of the references



After familiarizing myself with the content of the dissertation, I believe that M.Sc. Eng. Tsvetozar Tsanev has become deeply familiar with the piezoelectric effect, the types of piezoelectric elements in NEMS, the structural and technological features in the construction of vibrating MEMS/NEMS with application as generators, the typical constructions of piezoelectric generators, basic materials for their construction, mathematical dependencies, describing the operation of piezoelectric nanogenerators, as well as the technological processes for fabricating piezoelectric layers and structures. The literature review in the dissertation details the current research on the topic. The bibliography of the dissertation contains 187 literary sources, 12 of which are Internet addresses, and most of them were published after 2010.

3. Correspondence of the chosen research methodology with the goal and tasks of the dissertation work

The research methodology precisely and consistently follows the formulated tasks and objectives in the dissertation work. The methodology is well-founded and its credibility can be judged by the achieved results of the studies, their analyzes and the formulation of conclusions.

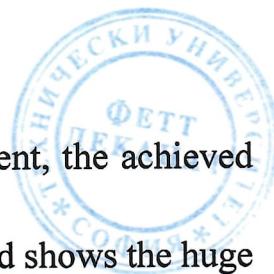
In the dissertation, the author shows the increase in the efficiency of the generated piezoelectric voltage in layers of Potassium Niobate through established technological processes characteristic of microelectronics, successfully managing to optimize and control the morphology and microstructure of the layers. The PhD student also proposes an approach for alloying zinc oxide nanolayers with gallium, thereby improving the conductivity of the material and, accordingly, the yield of piezoelectricity.

An innovative approach, which was proposed in the dissertation and gave a positive result, is the creation of piezoelectric flexible structures based on potassium niobate with a structured topology containing mechanical stress concentrators. In this way, in his research, the doctoral student demonstrates knowledge in the field of materials science, technologies in electronic production and mechanics.

Another new research presented in the dissertation is related to the possibility of applying nanoporous AAO as a template for nanostructuring of piezoelectric materials used in layered generators. The results show a significant increase in piezoelectric stress values compared to dense, unstructured piezoelectric layers and structures with mechanical stress concentrators.

4. A brief analytical description of the nature and assessment of the credibility of the material on which the contributions of the dissertation are based

In the introductory chapter, the author briefly states the topicality of the problem, social and scientific significance of the topic, and the current state of the scientific problem. The first chapter contains the literature review on the subject. At the end of the chapter, the unsolved problems are defined, on the basis of which the main goal of the dissertation and the tasks related to its achievement are formulated. In the second,



third and fourth chapters, the experimental studies of the PhD student, the achieved results and their approval are presented.

The total volume of the experimental part counts to 90 pages and shows the huge amount of work done during the doctoral studies.

This is followed by a conclusion and formulation of the scientific-applied and applied contributions of the dissertation, as well as a bibliography.

5. Scientific and/or applied contributions of the dissertation

The author claims 6 scientific-applied and 1 applied contributions in the dissertation. I believe they are correctly worded. They are presented as follows:

Scientific-applied contributions:

1. A technology has been developed for controllable preparation of nanocoatings from newly synthesized piezoelectric material potassium niobate (KNbO₃) by vacuum sputtering. The behavior of lead-free KNbO₃ thin-film converters has been investigated for the first time and shown to be able to operate in an alternative energy source (nanogenerator) mode, delivering energy ~7.8 mW/N (~780 μW/kg).

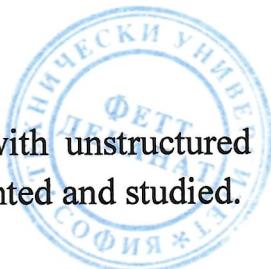
2. A methodology was developed for testing the piezoelectric response of thin-film piezoelectric generators made of KNbO₃ and a theoretical analysis of their behavior was made, and based on theoretical calculations and experimental data, information was obtained about fundamental processes developing in the structures (for example, the type of polarization).

3. A technology has been developed for the controllable preparation of nanocoatings from the newly synthesized piezoelectric material zinc-gallium oxide (GZO). New interrelationships between piezoelectric coefficients, layer morphology and technological conditions of layer preparation were obtained, which were used in the construction of a membrane-type sensor structure with an improved sensitivity of 5 mV/g.mm².

4. For the first time, a thin-film piezoelectric generator containing circular mechanical stress concentrators is investigated. A topology is proposed for structuring nanoscale layers in the generator structure, leading to increased electrical energy yield at resonant frequency in the low frequency range.

5. A technology has been developed for the production of thin-film piezoelectric generators with improved conversion efficiency due to the concentrator-structured layers.

6. A technology was created for nanostructuring of piezoelectric oxides and polymers in the form of nanofibers by matrix-assisted growth in nanoporous anodic aluminum oxide. Generator elements with increased efficiency of conversion of



mechanical effects into electrical energy compared to elements with unstructured layers or with structured concentrator electrodes have been implemented and studied.

Applied contribution

A laboratory setup was established for aluminum anodization under elevated voltage to expand the diameter of the nanopores while maintaining a low constant temperature, aiding in the regularity of the size and distribution of the nanofibers in the dielectric matrix.

6. Assessment of the degree of personal involvement of the dissertation student in the contributions

I believe that the obtained results are original and are the personal work of the doctoral student. They fully correspond to the requirements for a dissertation work for the acquisition of the educational and scientific degree "PhD".

7. Assessment of dissertation publications: number, nature of editions in which they are printed. Reflection in science – use and citation by other authors, in other laboratories, countries, etc.

The candidate has submitted 7 publications with his authorship. Of these, 3 publications were presented at scientific conferences - 1 in Bulgaria and 2 abroad, 4 publications were in journals, 2 of the publications were in journals with a high impact factor (7.147 and 3.623), one was in a journal with an impact rank. The candidate has one independent publication and is listed as first author in 2 others. From the Scopus search, I noticed 18 citations from foreign authors.

8. Using the results of the dissertation work in scientific and social practice

The results are related to tasks in three research projects. Two of them for fundamental scientific research at the National Institute of Scientific Research (ДН 07/13/2016) "Investigation of the piezoelectric response of layered microgenerators on flexible substrates" and (КП-06-Н27/1/2018) "Ferroelectric oxides on silicon for new sensor devices ") and with one project in support of the doctoral student "Research of oxide containing piezoelectric elements with application in nanoelectromechanical systems" No. 192ПД0006-03, NIS of TU-Sofia. Two laboratory exercises were developed in the disciplines "Nanomaterials" and "Microelectronic technologies for alternative energy sources" for the OKS Master's degree in "Electronics" and "Microtechnologies and Nanoengineering" at the Technical University of TU-Sofia. The topics are, respectively, "Obtaining nanocomposite layers of piezoelectric nanofibers in a dielectric matrix" and "Piezoelectric transducers as generators of electrical energy - technology for preparation and measurement of basic parameters of the transducers".



9. Assessment of the compliance of the abstract with the requirements for its preparation, as well as the adequacy of reflecting the main points and contributions of the dissertation work

The presented abstract is 32 pages long. Its content corresponds to the content of the dissertation work. The abstract consistently and precisely shows the individual chapters of the dissertation. At the beginning, a general description of the dissertation is presented, including the topicality of the solved problem. The aim and tasks of the dissertation, the methodological basis of the work and the candidate's claims for contributions follow. The abstract ends with the list of publications on the work and an annotation in English.

My assessment of the abstract is that it meets the generally accepted requirements and accurately reflects the content and contributions of the dissertation work.

10. Opinions, recommendations and notes

The presented thesis of mag. Eng. Tsvetozar Tsanev is very well structured, and the requirements for its preparation and layout are met. The purpose of the dissertation and the related research tasks are clearly stated. A good impression is made by the presentation of the research results in conclusions after each chapter, as well as the approbation of the achieved results. I notice that the technical remarks made after the preliminary discussion of the dissertation have been removed.

11. Conclusion with a clear positive or negative evaluation of the dissertation work

I believe that the received from mag. Eng. Tsvetozar Damyanov Tsanev's results are original and fully correspond to the requirements for a dissertation work for obtaining the educational and scientific degree "Doctor". The developments in the dissertation are described competently and in the necessary completeness, the conclusions and conclusions are very well constructed and argued. met the minimum requirements of TU-Sofia.

This gives me reason to recommend to the esteemed jury that they award M.Sc. Eng. Tsvetozar Damyanov Tsanev, the educational and scientific degree "Doctor" in the field of higher education "Technical Sciences", professional direction 5.2 "Electrical engineering, electronics and automation", scientific specialty "Technology of electronic production".

Date : 09.01.2024 г.

Sofia

Reviewer :

(n)

(assoc. prof. Svetozar Andreev)

