

Warszawa, 25 kwietnia 2024 r.

Prof. dr hab. Jerzy Wróbel

Instytut Fizyki Polskiej Akademii Nauk
Al. Lotników 32/46
02-668 Warszawa

Wojskowa Akademia Techniczna
Gen. Sylwestra Kaliskiego 2
00-908 Warszawa

Recenzja osiągnięcia naukowego oraz ocena działalności badawczej w postępowaniu habilitacyjnym dr Bruno Camargo

Osiągnięcie naukowe

Autor przedstawił do oceny osiągnięcie naukowe w postaci cyklu publikacji dotyczących *badania wpływu domieszkowania i zaburzeń strukturalnych na właściwości elektronowe grafitu*. Cykl składa się z ośmiu publikacji, z których w pięciu habilitant jest pierwszym autorem. Tematyka przedstawionych artykułów odpowiada tytułowi cyklu, a zawarte w nim wyniki można zaliczyć w przeważającej większości do osiągnięć kandydata. Nie dotyczy to w pełni jedynie prac [5] i [7], gdzie wnioskodawca był odpowiedzialny za pomiary oporu elektrycznego oraz współuczestniczył w interpretacji niektórych wyników. Prace składające się na osiągnięcie naukowe były łącznie cytowane 15 razy (Google Scholar), przy czym dwie z nich ([2] i [4]) ukazały się w czasopiśmie *Carbon* o wysokim współczynniku wpływu (tzw. *impact factor*) $IF_{2024} = 10.9$. Oznacza to, że wybrana tematyka cyklu publikacji jest ważna dla badań w dziedzinie fizyki ciała stałego. W szczególności dotyczy to nie tylko własności grafitu ale ma również znaczenie dla badania struktur grafenowych i tzw. dwu-wymiarowych materiałów Wan der Walsa (*two-dimensional vdW materials*).

Habilitant za cel badań naukowych, których wyniki są przedmiotem oceny, uważa zrozumienie jak przewidzieć i regulować właściwości elektryczne i magnetyczne grafitu w obecności silnego nieporządku strukturalnego. Zdaniem wnioskodawcy, cel ten można osiągnąć studiując cztery zasadnicze tematy, które w dokumencie *Podsumowanie osiągnięć zawodowych* zostały sformułowane w formie pytań. Aby zatem ocenić dorobek habilitanta, należy pójść drogą którą zaproponował i przeanalizować w jakim stopniu przedstawiony cykl artykułów naukowych rozwiązuje tak sformułowane problemy.

Pierwsze pytanie brzmi, w jaki sposób ocenić jakość próbek grafitu, nawet tych wykonanych tą samą metodą lub uzyskanych z tego samego źródła. Między innymi temu problemowi poświęcone są prace [2, 5-8], w których poszukuje się parametru będącego miernikiem jakości materiału, przy czym zasadnicze znaczenie mają wyniki pracy [8]. W konkluzjach tej publikacji stwierdzono, że w tłumieniu oscylacji kwantowych, a co za tym idzie w istotnej redukcji ruchliwości nośników, ważną rolę odgrywa chropowatość powierzchni a także morfologia podłoża. Jest tak również dla próbek, w których dyfrakcja rentgenowska wykazuje niewielką mozaikowość. Wynik ten jest w jakimś sensie spodziewany na podstawie wcześniejszych badań grafenu, praca [8] pokazuje jednak, że pośladowanie warstwy jest istotne również dla syntetycznego grafitu. Nadal jednak nie wiemy, jak jednoznacznie ocenić jakość danego fragmentu materiału. Skoro sam habilitant przyznaje, że 'brak spójnych i prostych metod oceny jakości próbek nie pozwala obecnie na właściwie porównanie dwóch różnych kryształów', to trudno wymieniony cykl prac uznać za odpowiedź na pytanie postawione na początku.

Kolejnym problemem, którym zajmował się wnioskodawca, jest kontrola koncentracji nośników ładunku w graficie objętościowym, co ma kluczowe znaczenie dla ewentualnych zastosowań. Wyniki badań przedstawiono w pracach [5, 7], gdzie stosowano implantację jonów As i Mn wzdłuż osi c kryształu oraz w pracy [6] gdzie implantowano jony Ga prostopadle do kierunku c (tzn. wzdłuż płaszczyzn 'grafenowych'). Wyniki starannie przeprowadzonych eksperymentów i analiz okazały się jednak mało zachęcające. W obu przypadkach implantacja nie doprowadziła do spodziewanej zmiany koncentracji, ale wręcz przeciwnie, spowodowała niepożądane 'efekty uboczne' w postaci wprowadzenia nieporządku [5,7] czy 'amorfizacji' próbki [6]. Wyniki tej ostatniej pracy uważam jednak za istotne, ponieważ pomiary elektryczne przeprowadzono nie na warstwach objętościowych ale na mezoskopowych nanorurkach (o przekroju $0.5 \times 5 \mu\text{m}$), w których oś c była prostopadła do najdłuższego wymiaru ($20 \mu\text{m}$). Wykonanie

takich mezoskopowych struktur wraz z kontaktami elektrycznymi, za pomocą połączenia trawienia jonowego i wielopoziomowej litografii elektronowej, uważam za duże osiągnięcie habilitanta.

Ten sukces technologiczny zaowocował wykonaniem kolejnych próbek, które umożliwiły kontrolę koncentracji ładunków za pomocą bramki elektrostatycznych (tzw. *back-gate*) i możliwość zbadania kolejnego problemu postawionego przez autora wniosku. Dotyczył on analizy indukowanych polem magnetycznym przejść fazowych wywołanych oddziaływaniem elektron-elektron [4,2]. Osiągnięciem pracy [4] jest wykonanie metodami litograficznymi mezoskopowej próbki w konfiguracji hallowskiej o wymiarach ok. $5 \times 10 \mu\text{m}$ i grubości 35 nm, na powierzchni warstw BN/SiO₂/Si, gdzie krzem (Si) jest typu *n* i pełni rolę bramki elektrostatycznej a oś *c* jest prostopadła do podłoża. Badano magnetoopór tak wykonanych struktur, który w silnych polach magnetycznych, w warunkach tzw. *quantum limit*, wykazuje zwykle silny wzrost, wiązany w literaturze z powstawaniem fali gęstości ładunku wzdłuż osi *c*.

W pracy [4] pokazano, że pole przy którym następuje wzrost oporu (przejście fazowe) zależy od napięcia bramki a co za tym idzie od koncentracji nośników. Okazało się jednak, że grubość warstwy zubożonej, wynosi ok. 2 nm, a jest za mało aby sformowała się fala gęstości ładunku. W związku z tym autorzy zasugerowali, że elektronowe przejście fazowe zachodzi również w płaszczyźnie próbki. Ta kontrowersyjna teza nabiera być może nowego znaczenia w świetle ostatnio odkrytego kryształu Wignera w podwójnej warstwie grafenowej (Nature, Vol 628, 11 April 2024). Badania elektronowych przejść fazowych w wykonanych litograficznie strukturach mezoskopowych były kontynuowane przez habilitanta, przy wykorzystaniu kilkumikronowych pasków grafitowych, samo-domieszkowanych za pomocą obróbki mechaniczno-termicznej. Wyniki opublikowano w pracy [2].

Opanowanie technologii wykonywania mezoskopowych próbek grafitowych, przy różnej orientacji osi *c*, umożliwiło zajęcie się czwartym tematem wymienionym przez habilitanta, tzn. wykorzystaniem cech grafitu w produkcji optycznych i spintronicznych struktur hybrydowych. Poświęcona temu tematowi jest praca [1], w której zbadano odbicie światła widzialnego i rozpraszanie Ramana na powierzchni mikrolamelki grafitu o wymiarach ok. $3 \times 10 \mu\text{m}$, w której oś *c* była skierowana wzdłuż krótszego boku i leżała równoległe do podłoża. Pokazano, że tego typu mikrostruktura może służyć jako lokalny mikro-polaryzator światła odbitego. Jak przyznają autorzy, nie jest to może wynik nieoczekiwany, ale praca jest cenna, bo pokazuje jakość powierzchni zorientowanej w poprzek warstw grafenowych, którą można uzyskać za pomocą trawienia jonowego w

skaningowych układach typu *dual-beam*.

Najwyraźniej, w pracy [1] zostały wykorzystane te same lub podobne próbki, które badano w pracy [6], ponieważ zamieszczone zdjęcie pokazuje obecność kontaktów prądowych i napięciowych na końcach lamelki. Szkoda jednak, że nie wykorzystano tych struktur również w pracy [3], która jest poświęcona badaniu efektu bliskości (*proximity effect*) w warstwach grafitu. Do eksperymentów wykorzystano bowiem komercyjne, makroskopowe próbki grafitu pyrolitycznego, na powierzchni których nałożono nadprzewodzące kontakty prądowe, wykonane ze stopu In/Pb (temperatura krytyczna $T_c \approx 6$ K). Kontakty napięciowe natomiast, wykonano z metalu normalnego (Ag). Główny wynik badań polegał na obserwacji niewielkiego ($\approx 5 \mu\Omega$) spadku oporu próbki dla $T \approx T_c$. Nie może on być jednak wiązany z typowym efektem bliskości ponieważ długość koherencji jest znacznie mniejsza niż odległość między kontaktami (≈ 1 mm).

Autorzy sugerują, że przejście nadprzewodzące w kontaktach prądowych (In/Pb) niejako ujawnia równoległy kanał 'niekoherentnego' nadprzewodnictwa w warstwie grafitowej, związanego ze słabo związanymi 'jeziorkami' ładunków elektrycznych. Recenzent nie jest przekonany, że ta śmiała teza jest prawdziwa, ponieważ nie znalazł w pracy badań temperaturowych dotyczących charakterystyki prądowo-napięciowej ($I - V$) kontaktów elektrycznych, która może decydować o rozplywie prądu w całej objętości próbki. Niemniej jednak, praca swoją tematyką wpisuje się dobrze w aktualny temat badania nadprzewodnictwa struktur grafitowych i grafenowych.

Podsumowując, habilitantowi udało się uzyskać wyniki badań, które zmierzają do rozstrzygnięcia problemów, które uznał za zasadnicze dla przedstawionego cyklu prac. Wnioskodawca wykazał się znajomością literatury przedmiotu i jak się wydaje, wykształcił własny oryginalny pogląd na własności warstw grafitowych co jest nieodzowne przy interpretacji danych pomiarowych. Dane te zostały uzyskane przy użyciu różnych metod badawczych a nie tylko na podstawie pomiarów transportu elektrycznego, co należy uznać za osiągnięcie eksperymentalne. Pewne zastrzeżenia budzi jednak zastosowanie wyłącznie standardowych metod analizy danych dotyczących magnetooporu i efektu Halla.

Na przykład, oscylacje kwantowe Shubnikowa - de Haasa analizowano przy użyciu klasycznego modelu Lifshitz-Kosevicha, ewentualnie z modyfikacjami związanymi z rozszczeniem spinowym. Jak wiadomo model ten bardzo dobrze opisuje oscylacje magnetooporu w półprzewodnikach ze sferyczną powierzchnią Fermiego (np CdMnTe). Zastosowanie go jednak do grafitu, który jest półmetalem

o złożonej strukturze pasmowej, wymaga nieco obszerniejszego komentarza niż ten zawarty w pracy [4].

Podobny zarzut można sformułować w stosunku do przeprowadzonych analiz transportu klasycznego. Do opisu zależności stałej Halla od pola magnetycznego stosowano podręcznikowy model transportu dwu-nośnikowego, dobrze opisujący pasma paraboliczne. Szkoda, że nie przeprowadzono tzw. analizy widma ruchliwości (*mobility spectrum analysis — MSA*), którą zaproponował J.W. McClure właśnie w kontekście obliczonej przez siebie struktury pasmowej grafitu. Zdaniem recenzenta metoda MSA pozwoliłaby na przykład wzmocnić argumenty dotyczące obecności nowej grupy dwu-wymiarowych nośników ładunku w paskach grafitowych, poddanych obróbce mechaniczno-termicznej, zawarte w pracy [2].

Powyższe uwagi nie obniżają jednak w sposób zasadniczy rangi uzyskanych wyników, które niewątpliwie mają znaczenie dla dalszych badań warstw grafitowych. Uwzględnienie jednak realnej struktury pasmowej w analizie danych eksperymentalnych wzmocniło by niewątpliwie wagę przedstawionych hipotez. Dlatego za najważniejsze osiągnięcie naukowe uważam wykorzystanie w części badań, grafitowych struktur mezoskopowych o różnej orientacji osi c w stosunku do podłoża, których wykonanie wymaga znacznych umiejętności i niełatwej do osiągnięcia kultury technologicznej, koniecznej podczas prac w czystych pomieszczeniach laboratoryjnych.

Osiągnięcie zawodowe wnioskodawcy, polegające na badaniu transportu elektronowego w wykonanych przez niego strukturach mezoskopowych, rzuca nowe światło na problemy związane z oddziaływaniami elektron-elektron, takimi jak nadprzewodnictwo czy indukowane polem magnetycznym kwantowe przejścia fazowe. Ponadto, opanowanie technologii wytwarzania kontaktów elektrycznych i bramek elektrostatycznych do mikrostruktur na bazie grafitu, jest ważnym krokiem na drodze zastosowania warstw grafenowych w optoelektronice.

Działalność badawcza

Działalność naukowa dr Bruno Camargo nie ograniczała się badań makro- i mikrostruktur wykonanych z grafitu. Po uzyskaniu doktoratu był współautorem 24 prac, których tematyka obejmowała również nadprzewodnictwo metali, własności magnetyczne i strukturalne grafenu, wysokotemperaturowych nadprzewodników a nawet zastosowania nanocząstek i organicznych molekuł w biochemii i medycynie. Całkowita liczba cytowań wszystkich prac, łącznie z tymi opublikowanymi przed doktoratem, wynosi 91, natomiast tzw. indeks Hirscha habilitanta jest

równy 6 (stan na 2023 r.). Są to statystyki na dostatecznym poziomie, wystarczającym do ubiegania się o tytułu doktora habilitowanego nauk fizycznych. Warto odnotować różnorodność tematyki, której dotyczy omawiana działalność naukowa, a także różnorodność metod eksperymentalnych wykorzystanych w badaniach.

Bardzo pozytywnie należy ocenić udział kandydata w projektach badawczych. Dr Bruno Camargo był *głównym badaczem* w pięciu grantach przyznanych przez polskie i zagraniczne agencje finansujące oraz pełnił funkcję *badacza* w pięciu innych projektach. Świadczy to o umiejętności formułowania własnych celów naukowych oraz o dużym doświadczeniu w pracy zespołowej. Warte podkreślenia jest też jego bogate doświadczenie w prowadzeniu wykładów oraz ćwiczeń laboratoryjnych. Najwyraźniej habilitant lubi i potrafi uczyć. Jak należy sadzić, jego zaangażowanie w dydaktykę będzie doceniane wśród studentów i doktorantów, co rokuje dobrze dalszej pracy badawczej dr Camargo na Uniwersytecie Warszawskim.

Również na bardzo wysoką ocenę zasługują doświadczenia kandydata, jeśli chodzi o pracę w zagranicznych ośrodkach badawczych, która stanowi istotny czynnik w rozwoju indywidualnym, poszerzając perspektywy naukowe. Rzeczywiście tak było w przypadku dr Camargo, który nie licząc czteroletniej pracy w Instytucie Fizyki PAN na stanowisku adiunkta, odbył dwa ponadroczne staże podoktorskie. Pierwszy, w latach 2014-2015, na Wydziale Fizyki Uniwersytetu w Lipsku (Niemcy) i drugi, w latach 2015-2016, w Krajowym Laboratorium Wysokich Pól Magnetycznych LNCMI w Tuluzie (Francja).

Niewątpliwie staże te miały dla dr Camargo znaczenie formujące — ukształtowały go jako naukowca zajmującego się badaniami eksperymentalnymi w dziedzinie fizyki materii skondensowanej. To dzięki pobytom w Lipsku i Tuluzie dr Camargo zdobył doświadczenie w pomiarach elektrycznych i magnetycznych nanostruktur, układów warstwowych oraz próbek niskooporowych, a przede wszystkim opanował procedury i techniki trawienia jonowego oraz wielopoziomowej litografii elektronowej. Właśnie we współpracy z tymi ośrodkami powstały najważniejsze publikacje cyklu, będące przedmiotem oceny.

Podsumowanie

Wybraną tematykę cyklu publikacji uważam za ważną dla badań w dziedzinie fizyki grafitu i warstw grafenowych. Uzyskane wyniki, szczególnie dotyczące mikrostruktur wykonanych przy użyciu metod litograficznych, należy uznać za

duże osiągnięcie naukowe. Przedstawione dane doświadczalne budzą zaufanie i świadczą o tym, że habilitant opanował różnorodne metody badawcze. Statystyki dotyczące całej działalności naukowej są na poziomie dostatecznym do uzyskania tytułu doktora habilitowanego. Na szczególne podkreślenie zasługuje duże doświadczenie kandydata w dziedzinie dydaktyki.

Podsumowując stwierdzam, że dr Bruno Camargo jest aktywnym pracownikiem naukowym, który jako fizyk eksperymentator dysponuje obszerną wiedzą o procedurach technologicznych w dziedzinie nanolitografii i metodach badań transportu elektrycznego w niskich temperaturach i silnych polach magnetycznych. Umiejętności te zdobył dzięki zagranicznym stażom po-doktorskim, które odbył w wiodących ośrodkach naukowych. **W związku z tym uważam, że dorobek naukowy kandydata spełnia kryteria zwyczajowe i formalne wymagane przez odnośne ustawy oraz wnioskuję o dopuszczenie dr Bruno Camargo do dalszych etapów postępowania habilitacyjnego.**

Jerzy Wróbel

