

Prof. dr hab. inż. Witold Gulbiński
Politechnika Koszalińska
Wydział Technologii i Edukacji
Katedra Fizyki Technicznej i Nanotechnologii
ul. Śniadeckich 2
75-453 Koszalin
witold.gulbinski@tu.koszalin.pl

Koszalin, 10.11.2018 r.

Adres prywatny:



Recenzja

w postępowaniu habilitacyjnym dr inż. Anny Sobczyk-Guzendy,
wszczętym w dniu 28 maja 2018 roku, w dziedzinie nauk technicznych,
w dyscyplinie: inżynieria materiałowa

Recenzja obejmuje ocenę całokształtu dorobku naukowego, w tym osiągnięcia naukowego w postaci cyklu dziesięciu powiązanych tematycznie publikacji pod wspólnym tytułem: „*Wielofunkcyjne powłoki na bazie tlenku tytanu (IV) wytwarzane metodą plazmochemicznego osadzania z fazy gazowej*”, w postępowaniu habilitacyjnym dr inż. Anny Sobczyk-Guzendy, w dziedzinie: nauki techniczne, w dyscyplinie: inżynieria materiałowa. Podstawą formalną do opracowania opinii było pismo Sekretarza Komisji Habilitacyjnej działającej na Wydziale Mechanicznym Politechniki Łódzkiej, dr hab. inż. Bogusława Pisarka, z dnia 2 października 2018 roku, przesłane w związku z decyzją Centralnej Komisji ds. Stopni i Tytułów Naukowych o powołaniu mnie na recenzenta w postępowaniu habilitacyjnym Anny Sobczyk-Guzendy.

Recenzja opracowana została na podstawie dostarczonego mi wniosku Habilitantki o przeprowadzenie postępowania habilitacyjnego w dziedzinie nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa, skierowanego do Centralnej Komisji ds. Stopni i Tytułów Naukowych. Do wniosku dołączono:

1. Odpis dyplomu doktora nauk technicznych
2. Autoreferat w języku polskim
3. Autoreferat w języku angielskim
4. Kopie publikacji stanowiących osiągnięcie naukowe
5. Oświadczenia współautorów publikacji stanowiących osiągnięcie naukowe
6. Wykaz opublikowanych prac naukowych lub twórczych prac zawodowych oraz informacja o osiągnięciach dydaktycznych, współpracy z instytucjami naukowymi i działalności popularyzującej naukę
7. Wykaz komunikatów i streszczeń konferencyjnych
8. Płytę CD zawierającą elektroniczną wersję wniosku, publikacji i załączników.

1. Ocena całokształtu dorobku naukowego kandydatki

Dr inż. Anna Sobczyk-Guzenda jest absolwentką Wydziału Chemii Spożywczej i Biotechnologii Politechnika Łódzka, gdzie w roku 2002 uzyskała tytuł magistra inżyniera na kierunku Technologia Chemiczna.

Stopień doktora nauk technicznych w dyscyplinie: inżynieria materiałowa uzyskała w roku 2007 na Wydziale Mechanicznym Politechniki Łódzkiej, w wyniku obrony rozprawy doktorskiej zatytułowanej: "Cienkie warstwy dwutlenku tytanu (TiO_2) o właściwościach fotokatalitycznych".

Aktualnie zatrudniona jest na stanowisku adiunkta w Instytucie Inżynierii Materiałowej, Wydziału Mechanicznego Politechniki Łódzkiej.

Jej działalność naukowa, w okresie po uzyskaniu stopnia doktora, obejmowała szerokie spektrum zagadnień, z pośród których warto wymienić:

- badania nad poprawą adhezji powłok poli-para-kyslicynu i jego pochodnych do podłoży różnego typu,
- badania nad wytwarzaniem kompozytów nieorganicznych na podstawie geopolimerów wzmocnionych włóknami szklanymi, węglowymi, bazaltowymi oraz badania zmian zwilżalności podbudowy metalicznej stosowanej w protetyce,
- plazmochemiczną modyfikację napełniaczy takich jak sadza, nanorurki, fulereny, krzemionka stosowanych do produkcji gumy,
- badania nad zastosowaniem plazmy niskotemperaturowej do modyfikacji powierzchniowej polimerów naturalnych i sproszkowanego TiO_2 , jako napełniaczy do matrycy polimerowej (polichloroku winylu, polistyrenu) w celu otrzymania kompozytowych materiałów foto-biodegradowalnych,
- badania nad wytwarzaniem elastycznego tranzystora w którym rolę dielektryka pełni cienka powłoka poli-para-kyslicynu,

Skupiała się ona wokół zagadnień związanych z wytwarzaniem metodami plazmowo-chemicznymi i badaniami struktury oraz wybranych właściwości cienkich warstw czystego i domieszkowanego tlenku tytanu (IV).

Wysoką aktywność naukową Habilitantki w okresie po uzyskaniu stopnia doktora potwierdza jej zaangażowanie w roli kierownika jednego projektu krajowego finansowanego przez NCN oraz w roli głównego wykonawcy i wykonawcy dwunastu projektów badawczych finansowanych przez NCBiR lub NCN. Okres ten wykorzystwała efektywnie dla realizacji formułowanych przez siebie celów badawczych, angażując się naukowo w prace dotyczące wytwarzania techniką PACVD cienkich warstw tlenkowych do zastosowań fotokatalitycznych. Badła ich strukturę, skład chemiczny i fazowy, właściwości optyczne, katalityczne, mechaniczne oraz antybakteryjne.

Na dorobek naukowy Habilitantki, powstały po uzyskaniu stopnia doktora, składa się 21 publikacji indeksowanych w bazie JCR oraz 19 publikacji i monografii nieodnotowanych w tym zbiorze. Warto zaznaczyć, że w zbiorze 10 prac przedstawionych do oceny jako osiągnięcie naukowe zatytułowane: „*Wielofunkcyjne powłoki na bazie tlenku tytanu (IV) wytwarzane metodą plazmochemicznego osadzania z fazy gazowej*”, jest ona pierwszym autorem 8 artykułów. Znakomita większość tych prac (8 z 10) ukazała się w czasopiśmie z listy JCR o wysokim wskaźniku oddziaływania (Impact Factor - IF). Jej wkład w powstanie tych publikacji waha się w granicach od 85 do 40%.

Sumaryczny Impact Factor publikacji Habilitantki to 50,010, a liczba cytowań jej prac (bez autocytowań) wynosi 230. Indeks Hirsh'a (wg bazy SCOPUS) jest równy 9.

Podsumowując przeprowadzoną analizę dorobku naukowego należy stwierdzić, że jakość i parametry bibliometryczne dorobku zgromadzonego przez Habilitantkę po uzyskaniu stopnia doktora są na dobrym poziomie.

Jej działalność naukowa została wielokrotnie wyróżniona. Otrzymała dwie nagrody Rektora Politechniki Łódzkiej za osiągnięcia naukowe oraz prestiżową Zespołową Nagrodę Badawczą Siemens za pracę pt. Nowe biokompatybilne warstwy Si-DLC na implanty kostne – pionierskie wdrożenie przemysłowe.

Dr inż. Anna Sobczyk-Guzenda doskonalila swój warsztat badawczy przebywając w roku 2014 na 8-miesięcznym stażu naukowym w Institute for Nanomaterials, Advanced Technologies and Innovation, Technical University of Liberec, Czechy.

Ocenę dorobku naukowego należy uzupełnić o charakterystykę aktywności Habilitantki w zakresie wymiany informacji naukowej oraz działalności dydaktycznej.

W latach 2008-2018 uczestniczyła aktywnie w 27 międzynarodowych i krajowych konferencjach naukowych prezentując aktualne wyniki swoich prac badawczych. Angażowała się również w organizację dwóch krajowych konferencji naukowych. Pełniła rolę recenzenta na zaproszenie redakcji renomowanych czasopism naukowych koncernów wydawniczych Elsevier i Springer.

W ramach swojej działalności dydaktycznej dr inż. Anna Sobczyk-Guzenda uczestniczy w kształceniu studentów prowadząc wykłady, ćwiczenia laboratoryjne, seminaria oraz ćwiczenia projektowe na studiach stacjonarnych i niestacjonarnych prowadzonych przez Politechnikę Łódzką.

Była do chwili obecnej promotorem 12 prac dyplomowych. Aktualnie pełni również funkcję opiekuna naukowego i promotora pomocniczego w dwóch przewodach doktorskich.

Habilitantka angażuje się w działalność organizacyjną Wydziału Mechanicznego PŁ. W latach 2015-2016 była członkiem Komisji Dydaktycznej kierunku Inżynieria Materiałowa.

W podsumowaniu analizy dorobku naukowego oraz działalności dydaktycznej i organizacyjnej Habilitantki stwierdzam, że pozytywnie oceniam jej aktywność w tym zakresie.

2. Ocena osiągnięcia naukowego

Jako osiągnięcie naukowe Habilitantka przedstawiła cykl powiązanych tematycznie publikacji zatytułowany: „*Wielofunkcyjne powłoki na bazie tlenku tytanu (IV) wytwarzane metodą plazmochemicznego osadzania z fazy gazowej*”

Celem naukowym podjętych przez nią prac było: „*otrzymanie, metodą plazmochemicznego osadzania z fazy gazowej w polu wysokiej częstotliwości, cienkich powłok ditlenku tytanu, zarówno niemodyfikowanych jak i modyfikowanych metalami oraz/lub niemetalami, z zamiarem ich wykorzystania w charakterze powłok samoczyszczących i bakteriobójczych, a także w zastosowaniach optycznych.*”

Osiągnięciu celu naukowego posłużyło sformułowanie przez Habilitantkę pięciu zadań badawczych:

1. *Wytworzenie, z użyciem prekursora organicznego, bakteriobójczych powłok TiO_2 na podłożach krzemowych i szklanych oraz zbadanie ich składu fazowego, właściwości optycznych, fotowilżalności przed i po wygrzewaniu w temperaturze 500°C .*
2. *Porównanie składu fazowego, właściwości mechanicznych, bakteriobójczych i samoczyszczących powłok TiO_2 otrzymanych na podłożach metalicznych metodą plazmo-chemiczną oraz metodą zol-żel.*

3. Dobór optymalnych parametrów nanoszenia powłok TiO_2 o wysokim współczynniku załamania światła w celu jego wykorzystania jako materiału do budowy wielowarstwowych filtrów optycznych.
4. Dobór parametrów wytwarzania modyfikowanych powłok TiO_2 pozwalających na precyzyjne wprowadzanie poszczególnych dodatków, zarówno metalicznych jak i niemetalicznych. Ocena wpływu rodzaju tych dodatków oraz ich ilości na strukturę chemiczną, skład fazowy, topografię powierzchni, właściwości optyczne, fotozwilżalność, bakteriobójczość oraz fotoaktywność w świetle widzialnym powłok TiO_2 wytwarzanych na podłożach krzemowych i szklanych.
5. Określenie wpływu rodzaju i ilości wprowadzanego metalu na strukturę chemiczną, skład fazowy, topografię powierzchni, właściwości mechaniczne, bakteriobójczość i foto-zwilżalność powłok TiO_2 nałożonych na podłoża metaliczne.

Wyniki prac przeprowadzonych zgodnie z przyjętym planem badań opublikowane zostały w większości w renomowanych periodykach naukowych, co potwierdza rzetelność i jakość naukową uzyskanych wyników, które zostały poddane szerokiej weryfikacji środowiska naukowego w kraju i za granicą.

Lektura tych publikacji pokazuje znaczny nakład pracy Habilitantki, włożonej w zaplanowanie i przeprowadzenie badań, a w tym wytworzenie cienkich warstw czystego i domieszkowanego tlenku tytanu oraz badania struktury, składu chemicznego i fazowego oraz wybranych właściwości mechanicznych i optycznych.

Przedstawione wyniki badań stanowią obszerny materiał doświadczalny uzupełniający aktualny stan wiedzy o relacjach między warunkami nanoszenia techniką PACVD, a wybranymi właściwościami cienkich warstw TiO_2 .

Szczegółowa analiza przedstawionego autoreferatu oraz dołączonych publikacji skłania równocześnie do sformułowania szeregu uwag o charakterze formalnym, a także merytorycznym, które przedstawię poniżej. Uwagi te posłużą sformułowaniu wniosków końcowych niniejszej recenzji. Zostaną one przedstawione kolejno, w porządku zgodnym z układem treści autoreferatu.

Pierwsze trzy z prac Habilitantki, składających się na przedstawione do recenzji osiągnięcie naukowe, dotyczą wytwarzania z wykorzystaniem techniki RF PECVD, badań struktury, składu chemicznego i fazowego oraz wybranych właściwości mechanicznych i optycznych cienkich warstw TiO_2 . Warstwy te badane były również pod kątem ich właściwości antybakteryjnych oraz aktywowanej optycznie zwilżalności.

Ogólnie rzecz biorąc, przedstawione w tych pracach wyniki oraz ich interpretacja nie budzą istotnych zastrzeżeń. Nie mniej jednak, chcę zwrócić uwagę pewną niezręczność interpretacyjną, szczególnie widoczną w pracy: J. Kowalski, A. Sobczyk-Guzenda, H. Szymanowski, M. Gazicki-Lipman, 2009, *Optical properties and morphology of PECVD deposited titanium dioxide films, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 37, no 2, 298-3012.

W mojej opinii, autorzy błędnie wiążą tu wybrane właściwości optyczne (współczynnik załamania światła) wytworzonych przez nich warstw TiO_2 bezpośrednio z parametrami procesu (temperatura dozownika prekursora, moc wyładowania plazmowego RF), które są w oczywisty sposób specyficzne dla użytego układu technologicznego. Tak przedstawione wyniki są bezużyteczne dla innych badaczy, którzy chcieliby powtórzyć eksperyment.

Wiadomo, że właściwości optyczne i inne wytworzonych warstw zależne są od ich struktury oraz składu chemicznego i fazowego. Parametry procesu nanoszenia, jako specyficzne dla użytej aparatury, mogą być optymalizowane dla uzyskania powłok o zadanej strukturze i składzie, a w konsekwencji pożądanymi właściwościami, np.

optycznych. Tak więc znacznie istotniejszym poznawczo jest wskazanie jaką strukturę oraz skład chemiczny i fazowy powinny mieć badane powłoki TiO_2 aby ich właściwości (np. współczynnik załamania światła) osiągnęły pożądaną wartość.

Inna moja uwaga dotyczy pracy: J. Kowalski, H. Szymanowski, A. Sobczyk-Guzenda, M. Gazicki-Lipman, 2009, *A stack multilayer high reflectance optical filter produced on polyester substrate with the PECVD technique*, *Bulletin of the Polish Academy of Sciences-Technical Science*, vol. 57, no 2, 171-176., gdzie w niezrozumiały sposób podano proporcje strumieni tlenu i heksametylodisiloksanu (HMDSO) w procesie nanoszenia powłok SiO_2 przeznaczonych do interferencyjnego wielowarstwowego filtra $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$.

Kolejna uwaga odnosi się do prezentowanych w większości prac Habilitantki wyników badań składu chemicznego powłok metodą EDS. Jak wiadomo, dokładność tej metody i wiarygodność wyników analizy dla pierwiastków lekkich (tlen) jest ograniczona. Stąd też nie budzą zaufania, uzyskane metodą EDS, wyniki analizy chemicznej powłoki TiO_2 podane z dokładnością do 0,01% atomowego – Tabela 2 w pracy: *Thin Solid Films* 589 (2015) 605–612.

W tej samej pracy znalazł się Rys. 7 ilustrujący zależność szerokości optycznej przerwy energetycznej od zawartości żelaza w powłokach TiO_2 . Zastanawiające jest, że recenzenci tego szanującego się czasopisma nie wychwycili dość podstawowego błędu w sposobie opisu osi odciętych, który zasadniczo zmienia kształt krzywej.

W pracach opisanych publikacjami 1-3 pewne wątpliwości budzi wybór temperatury podłoża podczas nanoszenia powłok TiO_2 . Autorka nie wyjaśnia powodów dla których temperatura podłoża utrzymywana jest na niskim poziomie poprzez wykorzystanie jego chłodzenia wodą z lodem. Dość łatwo przewidzieć, że powłoki naniesione w takich warunkach będą miały charakter amorficzny i wymagać będą dalszej obróbki termicznej, np. wygrzewania, które autorka stosuje w drugim etapie procesu.

Otwartym pozostaje pytanie czy właściwym byłoby podwyższenie temperatury podłoża celem zainicjowania krystalizacji powłok i podwyższenia ich adhezji.

Podsumowując ocenę tej pierwszej grupy prac podkreślić należy, że pomimo sformułowanych powyżej uwag, wnoszą one istotny wkład do stanu wiedzy o nanoszeniu metodą RF PECVD powłok TiO_2 . Istotnym osiągnięciem jest również udział Habilitantki w opracowaniu wielowarstwowego filtra interferencyjnego optycznego $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, z wykorzystaniem niskotemperaturowego nanoszenia metodą RF PECVD warstw tlenkowych na podłoża polimerowe.

Druga grupa prac, składających się na przedstawione do oceny osiągnięcie naukowe, dotyczy wytwarzania powłok TiO_2 domieszkowanych metalami (Fe, Cu) oraz niemetalem (F) celem zmodyfikowania położenia krawędzi absorpcji optycznej oraz pochodnych właściwości warstw takich jak foto-zwilżalność czy cechy bakteriobójcze.

Niewątpliwie w grupie tej na wyróżnienie zasługują artykuły opublikowane przez Habilitantkę w renomowanym periodyku: *Ceramics International* 43 (2017) 3993–4004 oraz *Ceramics International* 43 (2017) 4005–4014.

Obie prace zawierają istotne poznawczo wyniki badań struktury oraz charakteru oddziaływań chemicznych jonów żelaza ze strukturą tlenku tytanu, uzyskane metodami XPS oraz FTIR. Pewien niedosyt pozostawia brak fizycznej interpretacji wpływu obecności jonów żelaza, miedzi lub fluoru na właściwości optyczne TiO_2 , a w tym na właściwości fotokatalityczne oraz indukowane światłem zmiany zwilżalności.

Podsumowaniem autoreferatu jest lista wskazanych przez Habilitantkę jedenastu osiągnięć szczegółowych. Wykaz ten w większości trafnie oddaje zakres uzyskanych wyników. Równocześnie, nie do końca zgadzam się z Habilitantką w odniesieniu do punktów 1, 6, 7, 8 oraz 10.

Ad. 1. Autorka nie określiła precyzyjnie kryteriów optymalizacji parametrów nanoszenia powłok.

Ad. 6. Stwierdzenie to ma charakter oczywisty. Powszechnie wiadomo bowiem, że temperatura podłoża w trakcie procesów nanoszenia cienkich warstw ma znaczący wpływ na ich strukturę i skład fazowy.

Ad. 7. Tak zwany „stopień krystaliczności powłok TiO_2 ” zależny jest od wielu parametrów procesu nanoszenia. W związku z powyższym, uchwycenie wpływu domieszkowania metalami na krystalizację depozytu wymaga precyzyjnego wskazania i ustalenia tych parametrów.

Ad. 8. Sformułowanie jest niejasne.

Ad.10. Twierdzenie zawarte w tym punkcie prowokuje pytanie o fizyczne przyczyny obserwowanego zjawiska.

Sformułowania wymaga również techniczna uwaga dotycząca braku dbałości o zaokrąglenia, podawanych w większości opublikowanych prac Autorki, wartości wyników badań i ich niepewności pomiarowych. Stwarza to niepotrzebnie wrażenie wyższej niż rzeczywista dokładności przeprowadzonych pomiarów.

Ponadto, w trakcie lektury autoreferatu napotykamy, przy określaniu wartości, sformułowania typu: ...*rzędu 100-200W* itd. Nie trzeba tu przypominać, że zwrotu ten zarezerwowany jest dla określenia rzędu wielkości, tj. $10^{\pm N}$, $N=1,2,3...$

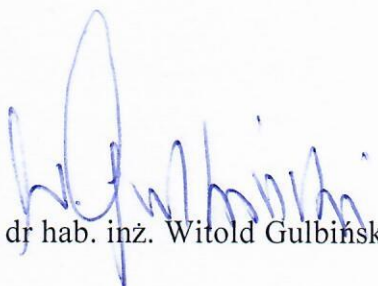
Wskazując na wartościowe elementy ocenianego osiągnięcia naukowego należy podkreślić, że dr inż. Anna Sobczyk-Guzenda z powodzeniem zaplanowała, formułując cele badawcze, oraz przeprowadziła prace technologiczne i badawcze, które doprowadziły do wytworzenia metodą RF PECVD i scharakteryzowania szerokiej gamy czystych i domieszkowanych powłok TiO_2 .

Podsumowanie

Biorąc pod uwagę całość przedstawionej powyżej oceny dorobku naukowego, a w tym osiągnięcia naukowego w postaci cyklu dziesięciu powiązanych tematycznie publikacji pod wspólnym tytułem: „*Wielofunkcyjne powłoki na bazie tlenku tytanu (IV) wytwarzane metodą plazmochemicznego osadzania z fazy gazowej*” stwierdzam, że dr inż. Anna Sobczyk-Guzenda spełnia wymagania stawiane osobom ubiegającym się o stopień doktora habilitowanego, zawarte w Ustawie z dnia 14 marca 2003 roku oraz Rozporządzeniu Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 11 września 2011 roku (Dz. U. 196, poz. 1165).

Na tej podstawie wnoszę o dopuszczenie jej do dalszych etapów postępowania habilitacyjnego.

Koszalin, 10.11.2018


prof. dr hab. inż. Witold Gulbiński