



Gliwice, 2023.06.17

Prof. dr hab. inż. Tadeusz Pustelny  
Katedra Optoelektroniki  
Politechnika Śląska  
e-mail: Tadeusz.Pustelny@polsl.pl

### Recenzja pracy doktorskiej

mgra inż. Tomasza MATUSIAKA pt.:

*"Ceramiczne czujniki wykorzystujące mikrogeneratory plazmy".*

Praca doktorska została wykonana na Wydziale Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów Politechniki Wrocławskiej w Dyscyplinie: Automatyka, Elektronika, Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne.

Promotorem w niniejszym przewodzie doktorskim jest Pan prof. dra hab. inż. Leszek Golonka, zaś promotorem pomocniczym – dr inż. Arkadiusz Dąbrowski.

#### 1. Informacje wstępne

Wyniki swoich analiz literaturowych, analiz i rozważań o charakterze teoretycznym i projektowym a także badań eksperymentalnych Pan mgr Tomasz Matusiak zawarł na 124 stronach maszynopisu. Praca zawiera 120 rysunków, wykresów i zdjęć oraz 9 tabel. (W rzeczywistości ilość rysunków jest znacznie większa, gdyż często pod jednym numerem znajduje się kilka rysunków lub wykresów. Bogata prezentacja graficzna analizowanych zagadnień oraz uzyskanych wyników jest silną stroną rozprawy i ułatwia analizy prezentowanych w niej treści. Praca zawiera wykaz ważniejszych oznaczeń i skrótów, jakich Doktorant używał w rozprawie a również wykaz wartości niektórych używanych stałych fizycznych oraz wykaz zastosowanych równań fizycznych. Autor rozprawy powołuje się w swojej pracy na 99 pozycje literatury, z których korzystał przy jej realizacji. W tej grupie znajdują się obok publikacji naukowych także monografie. Doktorant jest współautorem siedmiu z zawartych w *Bibliografii* publikacji.

## 2. Cel rozprawy

Praca doktorska Pana mgr inż. Tomasza Matusiaka pt. „*Ceramiczne czujniki wykorzystujące mikrogeneratory plazmy*” dotyczy zagadnień związanych z opracowaniem czujników na bazie mikrogeneratorów plazmy do detekcji wybranych pierwiastków chemicznych znajdujących się w różnych środowiskach fizyko-chemicznych. Badania nad wykorzystaniem mikrogeneratorów plazmy wykonanych w technologii niskotemperaturowej ceramiki współwypalanej (w literaturze naukowej problemu technologii tę określa się jako LTCC (Low Temperature Cofired Ceramics) są na Wydziale Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów w Politechnice Wrocławskiej prowadzone od szeregu lat. Badania te zainicjował i przez wiele lat badaniami tymi kierował promotor recenzowanej rozprawy Pan Profesor Leszek Golonka. Pewne wybrane obszary tej tematyki były już przedmiotem rozpraw doktorskich oraz rozprawy habilitacyjnej w Politechnice Wrocławskiej.

Badanie realizowane w ramach recenzowanej rozprawy doktorskiej mgr inż. Tomasza Matusiaka miały na celu zweryfikowanie wpływu konstrukcji i technologii mikrogeneratorskiej plazmy oraz zastosowanych w nim materiałów na czas życia (całkowity czas pracy) układu czujnikowego. Prace eksperymentalne miały dostarczyć wiedzy na temat możliwości wykorzystania technologii grubowarstwowej LTCC a także technologii wysokotemperaturowej ceramiki współwypalanej (HTCC – High Temperature Cofired Ceramics) do wytwarzania układów generujących mikroplazmę metodą wyładowania jarzeniowego.

Motywacją do podjęcia badań nad opracowaniem czujników do detekcji metali ciężkich w środowisku naturalnym oraz środowisku poprodukcyjnym jest fakt, że wiele z metali ciężkich stanowi czynnik rakotwórczy. Metale ciężkie są zaliczane do powszechnych i groźnych zanieczyszczeń naszego środowiska naturalnego. Monitorowanie stężenia tych metali w środowisku i w konsekwencji ograniczanie ich stężeń jest ważnym problemem społecznym ale także problemem metrologicznym. Ważnym zjawiskiem fizycznym wykorzystywanym do detekcji metali ciężkich w środowisku jest emisja promieniowania elektromagnetycznego powstałego w wyniku wytworzenia mikroplazmy w próbce poddanej identyfikacji jej składu chemicznego. Mikroplazma powstaje w rezultacie wyładowania elektrycznego pomiędzy dwoma elektrodami, z których jedną jest elektroda ciekła zawierająca badany analit zaś drugą jest elektroda stała. Głównym problemem mikrogeneratorów plazmy jest krótki czas życia elektrody stałej.



Motywacją do podjęcia badań przez mgra Matusiaka było zwiększenie czasu pracy generatora mikroplazmy (jego żywotności) dla poprawy właściwości metrologicznych systemu oraz ograniczenie kosztów prowadzonej kontroli środowiska w aspekcie detekcji obecności i określania stężeń zawartych w nim metali ciężkich.

Można bez wątplenia uznać, że tematyka podjęta w rozprawie doktorskiej przez mgra Tomasza Matusiaka jest naukowo i technicznie atrakcyjna. Posiada ona również ważne elementy użytkowe. Jest ważna społecznie w aspekcie ochrony ludzkiego zdrowia.

Uważam, że sformułowane przez Doktoranta cele rozprawy postawione są poprawnie i precyzyjnie.

### **3. Zawartość rozprawy doktorskiej**

W rozprawie doktorskiej Pana mgra Tomasza Matusiaka można wyróżnić dwie zasadnicze części, na które składa się 7 rozdziałów pracy.

Pierwszą część (strony: 1- 44) stanowią 3 pierwsze rozdziały rozprawy.

Tę część rozprawy stanowią rozdziały: *1 Wstęp*, *2 Techniki spektroskopowe*, *3 Techniki wytwarzania układów warstwowych*.

W tej części rozprawy (we *Wstępie*) mgr Matusiak omówił zagadnienia teoretyczne i eksperymentalne związane z czujnikami opartymi na generatorach mikroplazmy, wykonanymi z użyciem technologii LTCC, technologii grubowarstweej oraz technologii HTCC. Przeprowadzone analizy mają umożliwić opracowanie sensora do detekcji metali ciężkich w roztworach wodnych, który pozwoli na pracę w zakresie czasowym istotnie dłuższym od dotychczasowych czujników. (Doktorant uważa, że satysfakcjonującym czasem pracy układu do detekcji metali ciężkich byłby okres ok. 2 godzin.).

W następnych rozdziałach (rozdziały *2 i 3*) został omówiony, na bazie analizy literatury naukowej problemu oraz z uwzględnieniem doświadczeń grupy badawczej Politechniki Wrocławskiej, obecny stan techniki, dotyczący laboratoryjnych układów pomiarowych do detekcji wybranych metali ciężkich metodą generacji mikroplazmy z wykorzystaniem techniki (technologii) LTCC. W opinii Recenzenta rozprawy przegląd literatury dotyczącej aktualnego stanu analizowanych zagadnień został wykonany starannie i kompetentnie, uwzględniając cele rozprawy doktorskiej.

Na drugą część (strony: 45-115) składają się rozdziały *4, 5, 6* oraz *7*. Tę część rozprawy stanowią rozdziały: *4 Wpływ konstrukcji na wytrzymałość czujnika*, *5 Wpływ materiałów na czas życia elektrod*, *6 Integracja czujnika*, *7 Podsumowanie* (Rozprawa zawiera nienumerowaną część *Bibliografia*.)

Rozdział 4 zawiera wyniki własnych analiz Doktoranta w tematyce wzbudzania promieniowania elektromagnetycznego w roztworach wodnych zawierających wybrane metale ciężkie w trzech różnych typach układów. Doktorant badał wpływ rozmiarów geometrycznych generatora oraz wpływ różnego typu elektrod na sposób generowania plazmy. W oparciu o wyniki badań własnych Doktorant zaproponował własną metodę wytwarzania elementu czujnikowego, wykonanego w technologii HTCC. Rozdział 4 zawiera bogaty materiał własnych badań eksperymentalnych. Wyniki tych badań są bogato prezentowane w formie wykresów, tabel oraz schematów poglądowych. Z przeprowadzonych badań Doktorant wyciąga wnioski co do właściwości użytkowych opracowanych i przetestowanych konfiguracji pomiarowych.

W Rozdziale 5 zostały przedstawione przez mgra Matusiaka wyniki badań eksperymentalnych poświęconych wpływowi oddziaływania wyładowania jarzeniowego na właściwości użytkowe (na proces zużywania się) elektrod grubowarstwowych wykonanych, z materiałów komercyjnych oraz elektrod opracowanych i wykonanych przez Autora w ramach niniejszej rozprawy. Otrzymane wyniki są ważne dla przyszłego opracowania czujnika o optymalnych właściwościach użytkowych i metrologicznych.

W Rozdziale 6 Doktorant podjął się integracji układu czujnikowego wykonanego w technologii LTCC (tzw. układu kropłowego) z układem optycznej detekcji spektralnej oraz z układem zasilającym. Wnioski wynikające z przeprowadzonych badań opracowanych układów czujnikowych będą wykorzystane w opracowanych w przyszłości urządzeniach do badania obecności i stężenia metali ciężkich w środowisku. Zostało przeprowadzone porównanie czułości i zakresów detekcji opracowanych przez Doktoranta systemów czujnikowych z wynikami prezentowanymi w światowej literaturze problemu. Porównanie jest korzystne dla Doktoranta – opracowane przez Niego systemy czujnikowe są o jeden rząd wielkości czulsze od systemów prezentowanych w literaturze. Opracowane przez mgra Matusiaka urządzenia zostały sprawdzone w warunkach rzeczywistych – zostały z powodzeniem wykorzystane do detekcji wybranych metali ciężkich w wodach rzeki Odry.

Część badawczą rozprawy zamyka *Bibliografia* stanowiąca wykaz literatury naukowej, z której Doktorant korzystał w trakcie jej realizacji. Jak już wspomniano, w wykazie literatury jest 99 pozycji. Są tam przede wszystkim pozycje relatywnie nowe (z bieżącego stulecia) w tym pozycje z okresu ostatnich lat. Wykaz literatury świadczy o dobrej znajomości materiału naukowego, technicznego oraz konstrukcyjnego dotyczącego analizowanych w rozprawie zagadnień.



#### 4. Ocena rozprawy doktorskiej

W tym miejscu chciałbym raz jeszcze podkreślić, że rozprawa doktorska Pana mgra inż. Tomasza Matusiaka jest ukierunkowana zarówno na rozwiązanie problemów naukowo-technicznych jak również, że ma ona istotny charakter użyteczny.

Jako własny wkład Doktoranta w rozwój metrologii i diagnostyki środowiska naturalnego ale także rozwój elektroniki i optoelektroniki może uznać:

- opracowanie oryginalnego systemu czujnikowego do detekcji i pomiaru zawartości wybranych metali ciężkich w środowisku ciekłym z wykorzystaniem metod spektroskopowych;
- analizę wpływu konstrukcji mikrogeneratora plazmy na „czas życia” czujnika do detekcji metali ciężkich w środowisku wodnym; przeprowadzenie szerokich badań eksperymentalnych różnych układów czujnikowych;
- analizę wpływu materiałów użytych do konstrukcji mikrogeneratorów plazmy na „czas życia” czujnika; przeprowadzenie badań eksperymentalnych czujników z elektrodami na bazie materiałów komercyjnych oraz oryginalnych elektrod wykonanych przez Doktoranta;
- zaprojektowanie urządzenia do detekcji metali ciężkich na bazie mikrogeneratora plazmy dla zastosowań laboratoryjnych; badania eksperymentalne właściwości metrologicznych modeli opracowanych urządzeń;

Należy podkreślić, że dla osiągnięcia postawionych celów Doktorant zaproponował w kilku przypadkach oryginalne, własne rozwiązania.

Czytając rozprawę ma się pozytywne wrażenie, że Doktorant posiada wartościowe kompetencje i wiedzę w zakresie metrologii elektronicznej i optoelektronicznej, ale również wiedzę w zakresie inżynierii materiałowej i automatyki.

Można bez wątplenia uznać, że postawione w Rozdziale 1 cele pracy zostały w wyniku jej realizacji przez Doktoranta osiągnięte.

Jako Recenzent pracy doktorskiej Pana mgra inż. Tomasza Matusiaka uważam, że niniejsza rozprawa prezentuje wartościowy poziom naukowy w *Dyscyplinie „Automatyka, Elektronika i Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne”*. Na szczególne podkreślenie zasługuje fakt, że rozprawa, obok wartości naukowej i technicznej oraz technologicznej, posiada także bardzo istotną wartość praktyczną.

## 5. Uwagi krytyczne

Z obowiązku Recenzenta pragnę zgłosić swoje uwagi i zastrzeżenia.

Praca doktorska mgr inż. Tomasza Matusiaka napisana jest w sposób przemyślany. Układ pracy jest starannie dobrany. Usterki edycyjne a także tzw. literówki w pracy zdarzają się relatywnie rzadko. Autor na początku pracy w pozycji „*Spis akronimów*” podaje skróty większości wielkości a także stosowanych pojęć, których używa w pracy. Ułatwia to lekturę pracy i analizę zawartych w niej treści.

Doktorant przy redakcji pracy nie ustrzegł się stosowania skrótów myślowych i określeń żargonowych, oraz określeń nieprecyzyjnych, na przykład:

- na stronie 3 Doktorant pisze: „*Plazmę definiujemy jako objętość materii o bardzo wysokim stanie energetycznym, w której pojawiło się przewodnictwo elektryczne*”. To na pewno nie jest definicja pojęcia „plazmy”.

- na tej samej stronie 3 znajdujemy tekst: „... *a rola interakcji między plazmą a powierzchnią staje się bardzo istotna, zwłaszcza dla niezawodności materiałów*”;

- na stronie 11: „*Dla atomu będącego w stanie gazu lub pary, ...*”;

- na stronie 12: „*średnie czasy życia poziomów...*” ;

- na stronie 13: „*współczynnik elektronów wtórnych dla danego materiału elektrody*”;

- na stronie 18: „*Wybrano prace, które generowały plazmę ...*”;

Podobnych, nieprecyzyjnych określeń można w pracy znaleźć więcej, zwłaszcza w Rozdziale 2.

Na stronie 12 Doktorant przytacza wyrażenie, oznaczone numerem 6), które na pewno nie jest „napięciem” – wyrażenie zawiera również inne błędy, np. argumenty logarytmów są wielkościami mianowanymi. Proszę w trakcie publicznej obrony wyjaśnić sens fizyczny wyrażenia 6) i zawartych w nim składników. Proszę również o wyjaśnienie wzoru 7).

Proszę o informację dotyczącą dokładności wyznaczanych stężeń z wykorzystaniem mikrogeneratorów plazmy opracowanymi w ramach realizacji rozprawy.

Czy są produkowane komercyjnie urządzenia do detekcji metali ciężkich i wyznaczania ich koncentracji w środowisku gazowym o charakterze urządzeń przenośnych (mobilnych)? Jaka jest ich cena?

Doktorant na samym początku maszynopisu rozprawy składa serdeczne podziękowania: Promotorowi, Promotorowi pomocniczemu oraz pracownikom Katedry Mikrosystemów oraz Katedry Chemii Analitycznej i Metrologii Chemicznej Politechniki Wrocławskiej. Praca zawiera wyniki badań eksperymentalnych, uzyskane z



wykorzystaniem spektrometru, mikroskopu optycznego, skaningowego mikroskopu elektronowego. Czy wyniki te Doktorant uzyskał sam prowadząc badania, czy zostały one wykonane przez inne osoby? Proszę aby w trakcie publicznej obrony przedstawił szczegółowo z kim współpracował i w jakim zakresie. Problem współpracy zawsze był dla mnie problemem istotnym. I to dlatego, że wartościowe prace naukowe z zakresu badań eksperymentalnych muszą wiązać się ze współpracą. Z reguły wykonywane są w zespołach badawczych. I nie ma w mojej opinii, w tym nic nagannego. Współpraca naukowa zawsze jest wartością – jest również wartością w przypadku realizacji rozprawy doktorskiej. Naganne może być w działalności naukowej unikanie informacji o współpracy, która ma charakter naukowy.

Jak wynika z przedstawionych wyników zasadniczym problemem szczegółowym, który był do rozwiązania w rozprawie był problem degradacji elektrody przy wytwarzaniu plazmy. Czy przy realizacji swojej rozprawy Doktorant kontaktował się producentem elektrod Zakładem Elektrod Węglowych w Raciborzu (od 2017 roku Zakład ten wchodzi w skład koncernu TRITON jako COBEX Polska sp z o.o.)? Zakład w Raciborzu ma ogromne ponad 150-cio letnie doświadczenie w produkcji elektrod do wytwarzania łuku elektrycznego.

Powyższe uwagi nie mają wpływu, na moją jednoznacznie pozytywną opinię o recenzowanej rozprawie doktorskiej Pana mgr inż. Tomasza Matusiaka.

Pan mgr inż. Tomasz Matusiak jest, wg. bibliometrycznej bazy SCOPUS, współautorem 8 prac naukowych: 4 prace zostały opublikowane w czasopismach o międzynarodowej cyrkulacji (*Journal of Analytical Atomic Spectroscopy*, *Sensor Review*, *Materials*, *Circuit Woeld*), 2 prace w czasopiśmie krajowym *Przegląd Elektrotechniczny* (w wersji anglojęzycznej) oraz 2 to publikacje pokonferencyjne, wydane w *Proceedings* konferencji o zasięgu międzynarodowym. Prace z współautorstwem Doktoranta były cytowane 18 razy, a tzw. indeks Hirsha tych prac wynosi:  $ih = 3$ .

Nie zauważyłem aby efekty realizacji rozprawy były patentowane.

Jeśli uwzględni się, że Pan Tomasz Matusiak stara się o stopień doktora nauk technicznych (a w pracach brał udział jako jeszcze magister) to można uznać, że jest to dorobek zasługujący na zauważenie i szacunek.

### **Konkluzja końcowa**

Jako recenzent, pragnę wyraźnie podkreślić, że pozytywnie oceniam poziom naukowy rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Tomasza Matusiaka.

Praca doktorska zawiera oryginalne wyniki analiz i badań naukowych i technicznych, o ważnym użytecznym znaczeniu. Cele rozprawy zostały osiągnięte.

Biorąc pod uwagę jednoznacznie pozytywną ocenę rozprawy doktorskiej mgra inż. Tomasza Matusiaka pt.:

*"Ceramiczne czujniki wykorzystujące mikrogeneratory plazmy "*

**stwierdzam, że**

w świetle obowiązującej *Ustawy - Prawo o Szkolnictwie Wyższym i Nauce z 20.07.2018r* (a także w świetle aktów wcześniejszych, w tym: „*Ustawą o Stopniach Naukowych i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule w Zakresie Sztuki*”, z dnia 14 marca 2003 roku wraz z *Rozporządzeniem Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 22 września 2011 roku. oraz Rozporządzenie Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19 stycznia 2018)*

**recenzowana rozprawa spełnia wymogi stawiane rozprawom doktorskim w Dyscyplinie Automatyka, Elektronika, Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne.**

Pozytywna ocena pracy doktorskiej stanowi, w mojej opinii podstawę do ubiegania się mgra inż. Tomasza Matusiaka o stopień doktora nauk technicznych w Dyscyplinie Automatyka, Elektronika, Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne.

Wnoszę do Rady Dyscypliny Automatyka, Elektronika, Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne Politechniki Wrocławskiej o dopuszczenie mgra inż. Tomasza Matusiaka do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Z wyrazami szacunku



Gliwice, 2023.06.17