

Warszawa, 6 stycznia 2018 r.

dr hab. inż. Mateusz Śmietana, prof. PW
Politechnika Warszawska
Wydział Elektroniki i Technik Informacyjnych
Instytut Mikroelektroniki i Optoelektroniki
ul. Koszykowa 75
00-662 Warszawa
Tel. 22 234 6364
Fax. 22 234 6063
e-mail: M.Smietana@elka.pw.edu.pl

DZIEKANAT WYDZIAŁU FIZYKI
WPŁYNĘŁO

2018 -01- 15

R E C E N Z J A

rozprawy doktorskiej pt. „Wieloskładnikowe szkła krzemianowe z wysoką zawartością tlenków metali ciężkich do zastosowań fotonicznych”

autorstwa pana mgr Jarosława Cimka

wykonana na wniosek Dziekana Wydziału Fizyki Uniwersytetu Warszawskiego
z dnia 6.11.2017 r.

1. Zagadnienie naukowe i charakter pracy

Rozprawa wpisuje się w szeroko rozwijany na świecie obszar badawczy związany ze strukturami światłowodowymi wytworzonymi w oparciu o materiały o dużej różnicy właściwości optycznych. Jak pokazują wyniki badań szeroko publikowanych w ciągu ostatnich kilku lat, możliwe jest otrzymywanie włókien światłowodowych zawierających jednocześnie szkła i polimery, ale też i wybrane metale. W połączeniu z rozbudowaną mikrostrukturą włókien takie układy materiałowe pozwalają na uzyskiwanie efektów i zjawisk fizycznych, których obserwacja nie jest możliwa z wykorzystaniem typowych (komercyjnych) struktur światłowodowych. Badania w tym zakresie prowadzone są przez zespoły badawcze dysponujące specjalistycznym zapleczem technologicznym umożliwiającym uzyskiwanie materiałów składowych o wysokiej jakości, doświadczeniem w formowaniu mikrostruktury i łączeniu różnych materiałów, a także stanowiskami do wyciągania włókien światłowodowych. Doświadczeniem technologicznym i unikalnym zapleczem aparaturowym w Polsce niewątpliwie dysponuje Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych (ITME) w Warszawie.

Praca pana mgr Jarosława Cimka wykonana przy współpracy z ITME dotyczy głównie opracowania szkieł borokrzemianowych z wysoką zawartością tlenków alkalicznych i wieloskładnikowych szkieł krzemianowych z wysoką zawartością wybranych tlenków metali ciężkich. Jako warunek konieczny do wspólnego przetwarzania wysokotemperaturowego szkieł, w szczególności na potrzeby otrzymywania włókien światłowodowych, Autor wskazuje dobór składu użytych materiałów, dla których nie będzie występowała krystalizacja podczas

procesu wyciągania światłowodu, oraz których lepkości i współczynniki rozszerzalności termicznej będą możliwie do siebie zbliżone.

Autor rozprawy wyznaczył jej dwa podstawowe cele, którymi było opracowanie i wytworzenie grupy wieloskładnikowych szkieł krzemianowych: (1) o wysokiej różnicy współczynników załamania oraz (2) o oknie transmisyjnym w zakresie długości fali od 0,5 do 4,5 μm . Wymogiem nadrzędnym w stosunku do otrzymanych materiałów była zdolność do ich wspólnego kształtowania wysokotemperaturowego. W ramach realizacji pierwszego celu Autor skupił się na grupie szkieł borokrzemianowych, dla których różnica współczynników załamania może być większa od 0,4 i które mogą być wspólnie przetwarzane termiczne do uzyskania całoszkłanych włókien fotonicznych. Należy zauważyć, że dla włókien fotonicznych z otworami powietrznymi uzyskuje się porównywalną różnicę współczynników załamania, lecz włókna całoszkłane z technologicznego punktu widzenia mogą oferować mniejszą liczbę defektów sieci oraz możliwe jest uzyskanie mniejszych rozmiarów elementów struktury niż dla włókien z otworami powietrznymi. Ponadto, we włóknach całoszkłanych możliwe jest uzyskanie efektów nieliniowych i kształtowanie dyspersji chromatycznej światłowodu w bardzo szerokim zakresie. W ramach realizacji drugiego celu, gdzie oczekiwana była wysoka transmisja w zakresie długości fali do 4,5 μm , Autor z kolei skupił się na grupie wieloskładnikowych szkieł krzemianowych z wysoką zawartością tlenków metali ciężkich.

Poza realizacją celów podstawowych, w rozprawie uwzględniono opis warunków technologicznych otrzymywania szkieł borokrzemianowych do wspólnego przetwarzania termicznego z wybranymi komercyjnie dostępnymi szklami ołowiowo-krzemianowymi oraz otrzymywania pary szkieł borokrzemianowych o niskiej różnicy współczynników załamania. Niezależnie Autor uwzględnił też w rozprawie opracowanie szkła do wytwarzania soczewek z użyciem metody wyciskania na gorąco.

Rozprawa poświęcona jest przede wszystkim zagadnieniom technologicznym związanym z wytworzeniem spełniających oczekiwania szkieł, zmierzeniu ich właściwości, a następnie demonstracji możliwości zastosowań uzyskanych układów materiałowych w ramach szeregu struktur światłowodowych wraz z pomiarami ich wybranych właściwości. Wytworzone materiały zostały scharakteryzowane pod względem właściwości optycznych (nieliniowy współczynnik załamania, dyspersja materiałowa) i termicznych (współczynnik rozszerzalności termicznej, temperatury charakterystyczne, lepkość).

Rozprawa jest wielowątkowa i ma charakter doświadczalny z uwzględnieniem rozbudowanego wstępu teoretycznego do analizowanego zagadnienia.

2. Analiza źródeł literaturowych i wypływające z niej wnioski

Autor powołuje się w rozprawie na niespełna 160 pozycji literaturowych, w znacznej mierze opublikowanych w ostatnim dziesięcioleciu, szczególnie z zakresu problematyki badań i zastosowań fotonicznych różnych szkieł. Powołania na wspomniane pozycje są zasadne biorąc pod uwagę charakter pracy i świadczą o swobodnym poruszaniu się przez

Autora w obszarze tematycznym rozprawy. Wnioski sformułowane w wyniku przedstawionego przeglądu literatury są przekonujące. Autor przede wszystkim zauważa potrzebę doskonalenia technologii wytwarzania wieloskładnikowych szkielek krzemianowych, szczególnie mając na uwadze takie zastosowania jak generacja supercontinuum, czy uzyskiwanie nanostrukturyzowanych mikrosoczewek.

3. Rozwiązanie postawionych zagadnień, użyte metody i przyjęte założenia

Mając na uwadze cel rozprawy, dobór metod badawczych jest prawidłowy i wystarczający do jego realizacji. Po etapie technologicznym skutkującym uzyskaniem grupy szkielek, Autor wytypował szeroką gamę metod ich charakteryzacji. Spośród dostępnych metod, Autor świadomie wybiera te, które pozwalają na uzyskanie zestawu informacji krytycznych z punktu widzenia realizacji celu rozprawy. W ramach pracy wykonano pomiar współczynnika załamania (refraktometr Abbe'go i interferometr Michelsona) i nieliniowego współczynnika załamania (metoda *z-scan*), dyspersji chromatycznej (interferometr Michelsona), transmitancji (spektrofotometr), lepkości (mikroskop grzewczy Leitz'a), a także liniowego współczynnika rozszerzalności termicznej, temperatury transformacji i dylatometrycznej temperatury mięknięcia (wszystkie dylatometr).

Użycie zarówno metod badawczych jak i założeń co do możliwości uzyskania wyników uważam za w pełni uzasadnione.

4. Oryginalność rozprawy, samodzielny i oryginalny dorobek doktoranta, pozycja rozprawy w stosunku do stanu wiedzy

W rozprawie analizie poddano szeroki zakres wieloskładnikowych szkielek krzemianowych dedykowanych konkretnym aplikacjom takim jak światłowody fotoniczne, nanostrukturyzowane mikrosoczewki gradientowe, czy soczewki wytwarzane w metodzie wyciskania na gorąco do zastosowań w zintegrowanych układach detektorów gazowych. Należy zauważyć, że możliwości zastosowania wytworzonych szkielek zostały potwierdzone eksperymentalnie. Dla większości opracowanych układów szkielek zademonstrowano po kilka takich zastosowań wraz z ich podstawową charakterystyką.

Moim zdaniem za najbardziej oryginalne elementy rozprawy należy uznać przede wszystkim:

- Opracowanie układu wieloskładnikowych szkielek krzemianowych o różnicy współczynników załamania $\Delta n_D = 0,414$ (układ szkło ołowiowo-bismutowo-galowo-krzemianowe PBG81 i szkło borokrzemianowe z wysoką zawartością tlenków alkalicznych UV-710). Układ szkielek tego typu i o tak wysokiej różnicy współczynników załamania nie był dotychczas notowany w literaturze;
- Zredukowanie koncentracji grup wodorotlenowych, a co za tym idzie absorpcji, w wieloskładnikowym szkiele krzemianowym z wysoką zawartością tlenków metali

ciężkich. Poprawę uzyskano w wyniku modyfikacji przebiegu procesu syntezy wspomnianych szkielek.

Jako bardzo cenne z praktycznego punktu widzenia należy uznać także przeprowadzone w pracy analizy nieliniowego współczynnika załamania dla bardzo dużej grupy szkielek, w tym otrzymanych w ramach realizacji pracy i z uwzględnieniem wpływu warunków technologicznych panujących podczas ich wytwarzania, a także innych szkielek, w tym fosforanowych i tellurowych.

O oryginalności pracy pośrednio świadczy też fakt, że mgr Jarosław Cimek jest współautorem 10 publikacji dotyczących zakresu tematycznego rozprawy, które w znaczącej większości zostały opublikowane w wysokokonotowanych czasopismach z listy JCR. Na podkreślenie zasługuje też fakt, że Autor rozprawy jest pierwszym spośród współautorów w 4 z tych pozycji.

5. Umiejętność poprawnego i przekonującego przedstawienia uzyskanych wyników (zwięzłość, jasność, poprawność redakcyjna rozprawy)

Praca jest dość obszerna (ponad 150 stron), napisana w języku polskim i obejmuje bardzo szeroki zakres tematyczny. Rozprawa składa się z 8 rozdziałów. Rozdziały 1, 2 i 3 mają charakter rozbudowanego wstępu teoretycznego i przeglądu literaturowego oraz obejmują podstawowe informacje dotyczące szkielek do zastosowań fotonicznych, w tym ich syntezy i pomiaru właściwości. Rozdziały 4 do 7 obejmują z kolei wyniki oryginalnych badań Autora. W ramach Rozdziału 4 przeanalizowano wpływ składników szkielek bizmutowo-ołowiowo-krzemianowego oraz wybranych dodatków na przebieg procesu ich syntezy i właściwości otrzymanych szkielek. Rozdział 5 obejmuje przede wszystkim opis procesu projektowania wybranych szkielek borokrzemianowych z wysoką zawartością tlenków alkalicznych oraz wieloskładnikowych szkielek krzemianowych z wysoką zawartością tlenków metali ciężkich, tak aby możliwe było wspólne przetwarzanie termiczne uzyskanych materiałów. W ramach Rozdziału 6 przedstawiono wyniki pomiarów nieliniowego współczynnika załamania otrzymanych szkielek wieloskładnikowych i porównanie uzyskanych wyników z danymi literaturowymi. Rozdział 7 poświęcono otrzymywaniu z wybranych szkielek soczewek refrakcyjnych i dyfrakcyjnych z użyciem techniki wyciskania na gorąco. Rozdział 8 obejmuje podsumowanie wyników badań i wynikające z nich wnioski, w szczególności w odniesieniu do danych literaturowych.

Układ pracy jest złożony i wielowątkowy, co niewątpliwie wynika z jej szerokiego zakresu tematycznego, ale też utrudnia przyswojenie treści rozprawy jako całości. Wyniki przedstawione są w sposób ogólnie jasny i akceptowalny redakcyjnie. Po lekturze pracy czytelnik na pewno doceni rozbudowany wstęp teoretyczny dotyczący technologii szkielek i aktualny przegląd literatury z zakresu omawianej tematyki. Niewątpliwie fragmenty pracy mogły jednak zostać uproszczone lub przedstawione w zredukowanej formie. Mam wrażenie, że niektóre treści, np. dotyczące uzyskiwania soczewek wyciskanych na gorąco,

pozostają poza podstawowym nurtem pracy i mimo niewątpliwego zaangażowania Autora rozprawy w tą tematykę, mogły zostać silnie zredukowane. Szkła użyte w ramach opisanego eksperymentu nie są bezpośrednim wynikiem prac przeprowadzonych przez Autora i opisanych w Rozdziałach 4 i 5. Jeśli chodzi o układ treści to czytelnik oczekiwałby, że opis układu pomiarowego i metodyki pomiaru nieliniowego współczynnika załamania, zostanie umieszczony jak dla innych użytych metod badawczych w ramach Rozdziału 3, a nie wraz z wynikami badań (Rozdział 6). Ponadto, w rozprawie można spotkać się wielokrotnie z powtórzeniami treści np. kryteria doboru szkielec do wspólnej obróbki termicznej (str. 21 i 78).

Dość nietypowym podejściem edycyjnym jest prezentacja wybranych wyników w ramach wstępu teoretycznego (np. Rys. 7, 16, 22, 29). Podejście to świadczy w moim odczuciu o praktycznym podejściu do każdego z elementów rozprawy, nie tylko ściśle w obszarze badań realizowanych na jej potrzeby.

Autor przyjął jako zasadę sporządzanie krótkich podsumowań każdego z rozdziałów rozprawy. Ze względu na złożoność i wielowątkowość pracy podejście to należy szczególnie docenić.

6. Słabe strony rozprawy i jej główne wady

Za niewątpliwym mankamentem rozprawy można uznać jej stronę edycyjną. W tekście można znaleźć bardzo wiele literówek i błędów interpunkcyjnych. Niedociągnięcia edycyjne niestety często utrudniają przyswojenie treści rozprawy. Jako przykłady można podać:

- Brak zróżnicowania stylu głównego tekstu rozprawy i podpisów pod rysunkami;
- Brak znaku separacji między podawanymi wartościami i jednostkami;
- Brak wyjaśnienia w podpisie rysunku użytych w nim symboli (Rys. 19);
- Brak rozwinięcia niektórych skrótów np. LPG (str. 78).

Ponadto należy zauważyć, że rozprawa w dużej mierze dotyczy zagadnień technicznych, gdzie często wprowadzane są zwyczajowe lub potoczne sformułowania językowe. Autor niestety nie ustrzegł się wykorzystania takich sformułowań w rozprawie, jak również szeregu innych nieprecyzyjnych lub wręcz niezrozumiałych określeń. Jako przykłady można podać:

- Wielokrotne użycie określenia „materiał o złożonych właściwościach” (str. 8, 13), które nie jest zrozumiałe, nawet przy doprecyzowaniu, że chodzi o właściwości termiczne czy optyczne;
- Termin „właściwości termiczne” często używany w pracy początkowo bez zdefiniowania konkretnych parametrów, których dotyczy. Podobnie jeśli chodzi o użyty termin „fryta”, którego definicja pojawia się w pracy po jego wielokrotnym wykorzystaniu;
- Brak spójności nazewnictwa dla szkła wysokokrzemionkowego, które w pracy określane jest także jako szkło kwarcowe, czy *fused silica*, nawet w ramach jednego paragrafu (str. 24). Podobna uwaga dotyczy szkła bizmutowo-ołowiowo-krzemianowego, które później jest określane jako ołowiowo-bizmutowo-krzemianowe (str. 62);

- Nieprecyzyjne, niezrozumiałe lub niepoprawne językowo stwierdzenia jak choćby: „temperatura mięknięcia, która najczęściej oscyluje w okolicach” (str. 26), „poszerzenie impulsu o wysokim natężeniu w dziedzinie częstotliwości na skutek efektów nieliniowych” (str. 23), „rozległe właściwości” (str. 32), „rozrzut w końcowych właściwościach” (str. 34), „zasypywanie zestawu” (str. 35), „zawierania w masie” (str. 59).

W pracy można także znaleźć kilka innych nieścisłości, jak choćby:

- Podawanie wartości współczynnika załamania bez określenia długości fali, dla której został zmierzony (str. 28);
- Zbyt szeroki zakres różnicy współczynników załamania ujętych na Rys. 61, przez co niemożliwe jest odczytanie szczegółowych danych liczbowych;
- Niespójny sposób umieszczania legend na rysunkach nawet w obrębie jednej strony (str. 95);
- Niespójność języków opisu rysunków sporządzonych na potrzeby pracy (angielski – np. Rys. 56, 66 i 67; polski - większość);
- Określenie absorbcja (str. 111) i poprawne absorpcja (str. 116) dotyczy tego samego zjawiska;
- Niejasny dla czytelnika cel umieszczenia Rys. 10.

Mimo powyższych błędów edycyjnych uważam rozprawę za bardzo wartościową. Od strony merytorycznej jedynie dwa elementy mogłyby stanowić cenne uzupełnienie rozprawy tj.:

1. Wnikliwy czytelnik zapewne oczekiwałby większej systematyczności w doborze składu szkieł wybranych na potrzeby każdego z eksperymentów. Wskazane byłoby użycie którejś z dobrze opracowanych i często stosowanych w pracach technologicznych metod redukcji ilości eksperymentów, jak choćby metody tablic ortogonalnych Taguchi’ego;
2. Większość z wytworzonych struktur światłowodowych bazujących na opracowanych szklach miało znaleźć zastosowanie w układach generacji supercontinuum. Bardzo wartościowym uzupełnieniem pracy mogłyby być więc badania długoterminowej stabilności wytworzonych układów szkieł, w szczególności przy dużych gęstościach mocy wymaganych do uzyskania efektów nieliniowych.

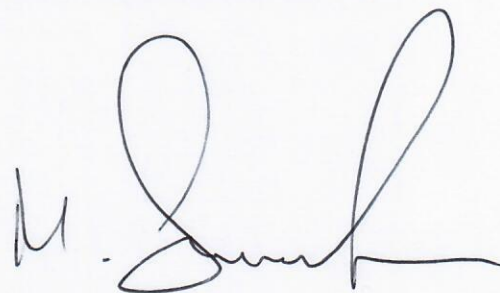
Brak powyższych elementów nie zakłóca jednak ogólnie bardzo pozytywnego odbioru pracy.

7. Przydatność rozprawy i podsumowanie

Rozprawę można z pewnością określić jako kompletną. Obejmuje ona całościowy ciąg naukowo-badawczy od gruntownego wstępu teoretycznego, poprzez szereg eksperymentów przeprowadzonych w sposób świadomy i biorąc pod uwagę szerokie spektrum parametrów metod, usprawnienia i modyfikacje użytych metod oraz wnikliwą analizę uzyskanych

wyników i ich podsumowanie. Uwagę zwracają szczególnie elementy pracy, gdzie Autor demonstruje dojrzałe zastosowania opracowanych szkiele. Uzyskane wyniki należą uznać za bardzo przydatne i stanowiące podstawę do dalszych prac nad rozwojem wieloskładnikowych szkiele krzemianowych na potrzeby szerokiego zakresu zastosowań.

Podsumowując stwierdzam, że rozprawa ma charakter eksperymentalny i obejmuje oryginalne rozwiązanie problemu naukowego. Autor wykazał ponad wszelką wątpliwość niezbędną wiedzę teoretyczną dotyczącą dyscypliny naukowej oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. W związku z powyższym, rozprawa doktorska mgr Jarosława Cimka pt. „Wieloskładnikowe szkiele krzemianowe z wysoką zawartością tlenków metali ciężkich do zastosowań fotonicznych” odpowiada warunkom określonym w art. 13 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytułach w zakresie sztuki (Dz. U. Nr 65/2003 poz. 595 z późniejszymi zmianami) i wnoszę o dopuszczenie mgr Jarosława Cimka do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

A handwritten signature in dark ink, appearing to read 'M. Cimka', with a large, stylized loop at the end.