

Warszawa, 07.01.2026

Dr hab. Mieczysław Pietrzyk
Instytut Fizyki PAN
Al. Lotników 32/46
02-668 Warszawa

Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Aleksandry Przybyła pt. Opracowanie technologii wytwarzania cienkich warstw tlenku glinu wykorzystującej defekty strukturalne dla uzyskania warstw o zadanych właściwościach elektronowych i chemicznych

Rozprawa doktorska mgr inż. Aleksandry Przybyły została wykonana w Instytucie Fizyki – Centrum Naukowo-Dydaktycznym Politechniki Śląskiej pod naukową opieką dr. hab. inż. Macieja Krzywieckiego oraz dr inż. Pauliny Powroźnik. Praca poświęcona jest wytwarzaniu cienkich warstw tlenku glinu metodą zol–żel oraz ich charakterystyce. W badaniach zastosowano szereg technik eksperymentalnych, takich jak XPS, UPS oraz AFM. Uzyskane wyniki eksperymentalne zostały skorelowane z obliczeniami opartymi na teorii funkcjonału gęstości.

Pewne wątpliwości może budzić sam tytuł pracy: „Opracowanie technologii wytwarzania cienkich warstw...”, sugeruje, że Autorka opracowała nową metodę wytwarzania. Tymczasem w rozprawie zastosowano dobrze znaną technologię sol–gel, a przeprowadzone badania dotyczą przede wszystkim optymalizacji procesu wytwarzania cienkich warstw. Tytuł pracy, według mojej opinii, powinien być zgodnie z tym, co zostało wskazane na stronie 16, gdzie Autorka opisuje cele i tezy pracy doktorskiej, np.: „Optymalizacja procesu wytwarzania cienkich warstw ...”.

Rozprawę doktorską można podzielić na dwie części: część wstępną, obejmującą rozdziały 1–3 zawierającą założenia i cele pracy, wstęp teoretyczny i techniki badawcze, oraz część zasadniczą (rozdziały 4–6), zawierającą metodykę badań, wyniki pomiarów oraz ich podsumowanie.

Część wstępna napisana jest językiem klarownym, o przystępnym charakterze, dzięki czemu czyta się ją z łatwością. W niektórych fragmentach pojawiają się jednak powtórzenia treści. Trzykrotnie omawiane są zastosowania tlenku glinu (strony 10, 14 oraz 17). Mimo że przywoływane są różne pozycje literaturowe, sens przekazu pozostaje w zasadzie ten sam. Podobnie dwukrotnie opisano zalety metody sol–gel (strony 14 i 24). Z punktu widzenia rzetelności zasadne byłoby również wskazanie ograniczeń i wad tej metody.

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia 08.01.2026
RDJMa/ 5151/ 2026
nr zał.

Rozdział 1 poświęcony jest założeniom i celom pracy. Na uznanie zasługuje bogaty przegląd literaturowy. Niezrozumiała dla mnie jest trzecia teza pracy doktorskiej sformułowana na stronie 16. Autorka wspomina tam także o „konkretnych zastosowaniach”, jednak w treści rozprawy nie wskazano, jakich zastosowań miałyby to dotyczyć.

Rozdział 2 został nazwany przez Doktorantkę „Wstęp teoretyczny”. W podrozdziale 2.1 opisano właściwości tlenku glinu w jego różnych odmianach. Podrozdział 2.2 dotyczy defektów w kryształach i zawiera ich szczegółową charakterystykę. Na stronie 20 Autorka stwierdza, że kontrolowane wprowadzanie defektów może prowadzić do modyfikacji właściwości materiału, umożliwiając tym samym dostosowanie go do nowych zastosowań. Nasuwa się jednak pytanie: jakich? Autorka wielokrotnie odwołuje się do potencjalnych zastosowań, nie precyzując jednak ich charakteru. Podrozdział 2.3 stanowi bardzo staranny i rzetelny opis metody zolowo-żelowej.

Rozdział 3 poświęcony jest zastosowanym technikom badawczym. Bardzo dobrej jakości rysunki i schematy robią pozytywne wrażenie, a zwięzły opis każdej z metod pozwala czytelnikowi łatwo zorientować się w zakresie prowadzonych badań. W opisie metod badawczych (strony 32 i 33) Autorka zamieściła dwukrotnie ten sam rysunek – rysunki 3.1b oraz 3.3a stanowią niepotrzebne powielenie. Również rysunek 3.2 nie wnosi istotnych nowych informacji i mógłby zostać pominięty.

Podsumowując, rozdziały wstępne są interesujące i starannie opracowane. Większość zgłoszonych uwag ma charakter edytorski, a na postawione pytania mam nadzieję, że Autorka udzieli odpowiedzi podczas obrony rozprawy doktorskiej.

Rozdział 4 poświęcony jest metodyce badań, w której Autorka opisuje sposób przygotowania próbek oraz przedstawia techniczne aspekty zastosowanych metod badawczych. Moją uwagę zwróciła informacja, że zole były osadzane na waflach krzemowych o orientacjach krystalograficznych (111) oraz (100). W pracy nie wyjaśniono, czy i w jaki sposób kierunek krystalograficzny podłoża ma znaczenie dla mechanizmu osadzania cienkich warstw, ani czy aspekt ten był przedmiotem świadomej analizy.

Wybór próbki referencyjnej opisany w podrozdziale 5.2 może rodzić pewne pytania. Warstwę referencyjną otrzymano poprzez naparowanie glinu metodą PVD na podłożu krzemowym, a następnie – po wyjęciu próbki z komory – jej powierzchnia w sposób naturalny uległa utlenieniu, ponieważ glin jest metalem silnie reaktywnym i łatwo utlenia się w kontakcie z powietrzem. To właśnie ta warstwa utlenionego glinu została przyjęta jako warstwa referencyjna. Choć sam pomysł jest interesujący i praktyczny, przedstawiona interpretacja wyników wymaga, w mojej ocenie, doprecyzowania.

Autorka pisze na stronie 63 (cyt.): „Warstwa referencyjna, jako materiał stabilny chemicznie i dobrze scharakteryzowany, posłuży do porównań właściwości fizykochemicznych oraz oceny procesów wytwarzania warstw zolowo-żelowych”. Zdanie to jest nieco niefortunne. Niektóre aspekty dotyczące warstwy referencyjnej nie zostały w pracy w pełni wyjaśnione. Nie wiadomo, czy tlenek obecny na interfejsie Si/Al to SiO_2 , czy też powstał w wyniku utlenienia glinu w trakcie procesu. Skuteczną metodą rozpoznania, czy mamy do czynienia z ultraczystą powierzchnią krzemu, jest obserwacja rekonstrukcji powierzchni z układu 1×1 do 7×7 . Nawet bardzo niewielka ilość tlenu niszczy strukturę 7×7 i powoduje przejście powierzchni do rekonstrukcji 1×1 , charakterystycznej dla powierzchni utlenionej. Uzyskanie i obserwacja rekonstrukcji 7×7 wymaga jednak warunków ultrawysokiej próżni oraz bardzo wysokiej temperatury, przekraczającej 1000°C . Autorka nie o tym nie wspomina więc prawdopodobnie takie badania nie były wykonywane i stąd te wątpliwości.

Nie podano także żadnych informacji dotyczących grubości warstwy referencyjnej. Można jedynie domyślać się, że warstwa ta kończy się w miejscu, w którym obserwowane jest przesunięcie przedstawione na rysunku 5.7 po 20 minutach trawienia. Głębiej najprawdopodobniej występuje już słabo utleniony glin. W pracy wskazano, że referencyjna warstwa Al_2O_3 mogłaby być użyta do porównań; w prezentowanej rozprawie porównań tych jednak nie uwzględniono.

W badaniach z wykorzystaniem spektroskopii fotoelektronowej Doktorantka analizuje widma XPS w funkcji czasu trawienia jonowego. Niezrozumiałe jest dla mnie, dlaczego tak dużą wagę przywiązuje do obecności węgla, który stanowi jedynie zanieczyszczenie powierzchni. Trudno również uzasadnić rozkładanie widma węgla na poszczególne komponenty. O ile rysunek 5.6a jest potrzebny i czytelny, o tyle rysunek 5.6b budzi wątpliwości co do zasadności jego zamieszczenia. Węgiel jest zanieczyszczeniem, którego celem jest usunięcie, a nie szczegółowa analiza typów wiązań.

Pozostałe, kluczowe rozdziały zostały opracowane i zinterpretowane poprawnie. W pierwszej kolejności Autorka bada wpływ temperatury wygrzewania na tworzenie defektów. Jest to bardzo interesujący i istotny rozdział, w którym wykazano, że temperatura wygrzewania wpływa na topografię powierzchni, liczbę defektów chemicznych oraz położenie krawędzi pasma walencyjnego. Nie do końca zrozumiała jest szczegółowa analiza procesu usuwania zanieczyszczeń węglowych. Doktorantka opisuje możliwe źródła zanieczyszczenia węglem, przedstawia zastosowaną procedurę czyszczenia oraz wskazuje, że pięciominutowy proces czyszczenia pozwala na usunięcie od 33 do 66% węgla. Nie jest jednak jasne, jaki jest cel tak rozbudowanej analizy ani w jaki sposób przedstawione wyniki wpływają na dalsze wnioski pracy.

W kolejnym podrozdziale Doktorantka analizuje rolę ziaren w generowaniu defektów w warunkach zmiennej częstotliwości obrotowej, co stanowi interesujący fragment badań. Jednak w tym podrozdziale pojawiają się pewne niejasności merytoryczne. Nie jest jednoznacznie uzasadnione, dlaczego Autorka

w tym miejscu analizuje warstwę SiO_2 , podczas gdy zagadnienie to nie było poruszane w poprzednim rozdziale. Ponadto stwierdzenie dotyczące charakterystyki warstwy SiO_2 wymaga doprecyzowania. Autorka używa określenia „warstwa natywna” w odniesieniu do warstwy o grubości około 100 nm. Warstwa natywna, powstająca w wyniku naturalnego utlenienia krzemu, ma grubość około 10 nm. Uzyskanie warstwy SiO_2 o grubości rzędu 100 nm jest możliwe wyłącznie poprzez kontrolowany proces technologiczny, polegający na utlenianiu krzemu w wysokiej temperaturze. Jeśli taki proces został zastosowany – co można wywnioskować z treści pracy – jest to poprawne, jednak wówczas warstwa nie powinna być określana jako „natywna”. Autorka stwierdza również, że grubość około 100 nm jest zgodna z literaturą, jednak nie przytacza żadnych źródeł bibliograficznych.

Ostatnie zagadnienie poruszone w pracy dotyczy wpływu zawartości wody w zolu na powstawanie defektów strukturalnych w wytwarzanych warstwach. W tym rozdziale Autorka wykazuje, że ilość wody w zolu stanowi istotny parametr mający bezpośredni wpływ na generowanie wakansów tlenowych. Jest to bardzo dobrze opisany rozdział rozprawy doktorskiej.

W pracy można by w szerszym zakresie przedstawić możliwe zastosowania wytwarzanych warstw. Autorka wielokrotnie wspomina o konkretnych zastosowaniach (np. na stronie 16), szkoda, że nie precyzuje, na czym dokładnie miałyby one polegać. Co prawda w podsumowaniu pojawiają się informacje o możliwych zastosowaniach jako powłok antykorozyjnych oraz w elektronice hybrydowej w połączeniu z ftalocyjaninami, jednak pozostaje pytanie, czy „czyste” warstwy, które Doktorantka wytwarzała i badała, mają samodzielnie jakiekolwiek praktyczne zastosowanie.

Wyniki przedstawione w rozprawie doktorskiej zostały opublikowane w dwóch artykułach naukowych, a dwa kolejne są w przygotowaniu, co należy ocenić pozytywnie. Ponadto Doktorantka jest współautorką czterech innych publikacji oraz brała udział w konferencjach naukowych. Na uwagę zasługuje także przyznanie stypendium dla najlepszych doktorantów w roku akademickim 2023/2024.

Podsumowanie

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Aleksandry Przybyły, zatytułowana **„Opracowanie technologii wytwarzania cienkich warstw tlenku glinu wykorzystującej defekty strukturalne dla uzyskania warstw o zadanych właściwościach elektronowych i chemicznych”**, prezentuje bardzo dobrą wiedzę zarówno teoretyczną, jak i praktyczną. Doktorantka wykonała bardzo dużą liczbę procesów technologicznych, napotykając przy tym liczne trudności, które potrafiła skutecznie przezwyciężyć; zostały one opisane w Dodatku A. Dodatek ten uwypukla również, że praca technologa jest wymagająca i czasochłonna, a jej prawidłowe wykonanie wymaga nie tylko precyzji, lecz także dużej cierpliwości i wytrwałości. Według mojej oceny rozprawa stanowi oryginalne

rozwiązanie postawionego problemu naukowego. Autorka określiła cele badawcze, które zostały zrealizowane. Doktorantka wykazała, że zastosowanie technologii zol-żel umożliwia opracowanie w pełni sterowalnych i powtarzalnych procesów technologicznych wytwarzania cienkich warstw tlenku glinu, pozwalających na kontrolę ich właściwości strukturalnych i funkcjonalnych. Przedstawiona rozprawa doktorska świadczy o opanowaniu przez Doktorantkę warsztatu badawczego oraz o dojrzałości w interpretacji wyników badań i ich dyskusji.

Podsumowując stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska spełnia wymagania ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki określonej w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce i wnioskuję o jej dopuszczenie do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora.