



RECENZJA

pracy doktorskiej mgr Izabeli Zabłockiej

zatytułowanej: „Kompozyty mezoporowatej krzemionki i polimerów przewodzących”

przygotowanej w Zakładzie Chemii Materiałów Uniwersytetu w Białymstoku,

pod kierunkiem

prof. dr. hab. Krzysztofa Winklera

oraz promotora pomocniczego – dr Moniki Wysockiej-Żołopy

Przesłana do recenzji praca doktorska Pani Izabeli Zabłockiej pt. „Kompozyty mezoporowatej krzemionki i polimerów przewodzących” została wykonana w Zakładzie Chemii Materiałów Wydziału Chemii Uniwersytetu w Białymstoku, pod kierunkiem promotora Pana prof. dr. hab. Krzysztofa Winklera oraz promotora pomocniczego - Pani dr Moniki Wysockiej-Żołopy. Badania prowadzone w ramach pracy doktorskiej mieszczą się w obszarze badań interdyscyplinarnych realizowanych na Wydziale Chemii Uniwersytetu w Białymstoku.

Podjęta. tematyka rozprawy doktorskiej uważam za bardzo interesującą i trafną w kontekście aplikacyjności podjętych badań. Mezoporowate materiały, na osnowie krzemionkowej, różnych typów już od kilku dekad znajdują zainteresowanie w wielu dziedzinach naukowych (zarówno badawczych, jak i aplikacyjnych), takich jak procesy adsorpcji, kataliza heterogeniczna, czy systemy (nośniki do) kontrolowanego dostarczania leków (DDS). Unikatowe właściwości nanocząstek krzemionkowych powodują, że materiały te od początku lat dziewięćdziesiątych XX wieku są ciągle badane i rozwijane.

Celem przedłożonej pracy było opracowanie metodyki syntezy kompozytów zawierających mezoporowate krzemionki typu MCM-41 oraz MCM-48 oraz polimery przewodzące takie jak: polipirol i polimer C₆₀Pd, a następnie zbadanie ich wybranych właściwości strukturalnych, teksturalnych, morfologicznych oraz elektrochemicznych. W szczególności Doktorantka

skoncentrowała się na syntezie kompozytu z materiałem polimerowym osadzonym z założenia jedynie lub przede wszystkim w porach krzemionki. Ze względu na fakt, że materiały kompozytowe to takie utworzone co najmniej dwóch komponentów (faz) o różnych właściwościach w taki sposób, że mają właściwości lepsze i/lub właściwości nowe (dodatkowe) w stosunku do komponentów wziętych osobno problemem zasadniczym przy projektowaniu i wytwarzaniu kompozytów jest otrzymywanie materiałów o pożądanych właściwościach z jednoczesnym eliminowaniem wad komponentów. W tym miejscu mam pytanie o dobór komponentów: czy przewidywano wykorzystaniu uzyskiwanych właściwości tzw. sumarycznych (addytywnych) czy wynikowych (synergicznych)?

Oceniana dysertacja stanowi zwarte opracowanie napisane w języku polskim, podzielone na kilka części i liczące 184 strony. Pracę otwiera jednostronicowy wstęp, po nim zamieszczono cel pracy, by następnie zawrzeć część literaturową, w której przedstawione zostały informacje na temat aktualnego stanu wiedzy z zakresu badanej tematyki, scharakteryzowano problem badawczy, który został obrany jako nadrzędny cel badań (62 strony). Następnie omówiono krótko najważniejsze zadania czy opracowania metodyki badań (część eksperymentalna, 4 strony, rozdział 4.1), a następnie przedstawiono wynik badań (73 strony, rozdziały 4.2-4.7). Całość spina podsumowanie (4 strony) oraz streszczenia w języku polskim i angielskim. Do tego należy dodać inne rozdziały uzupełniające główne: bibliografię (260 pozycji) oraz wykaz symboli i indeksów bardzo poprawnie i pomocniczo pogrupowanych w kolejne podrozdziały. Opracowanie zawiera również wykaz dorobku naukowego Doktorantki (4 prace naukowe). Dokumentacja więc jest kompletna i nie budzi zastrzeżeń pod względem formalnym.

Po tym liczbowym zestawieniu, warto opisać merytoryczny zakres pracy. Po wstępie, w sposób przejrzysty przedstawiono cel pracy wraz z zadaniami badawczymi. W części teoretycznej zaprezentowano charakterystykę głównych materiałów mezoporowatych z uwzględnieniem dotychczasowych badań na temat syntezy kompozytów z polimerami przewodzącymi. Najwięcej uwagi poświęcono krzemionkom z grupy uporządkowanych materiałów mezoporowatych (OMS). Warty podkreślenia jest zebrany materiał – w szczególności w sposób wyczerpujący opisano podział materiałów ze względu na wielkość porów, w tym związane z tym pojęciem sposoby charakterystyki materiałów metodami adsorpcyjnymi. W sposób obiektywny przedstawiono podział materiałów porowatych, w tym krytyczne porównanie w stosunku do nomenklatury IUPAC. Autorka starała się także przybliżyć różne metody syntezy, w tym wpływ różnych czynników na strukturę powstającego produktu. Zestawiono także przykładowe kompozyty polimerów i mezoporowatych krzemionek znane w literaturze (Tab. 3) oraz dokładniej opisano grupę kompozytów krzemionki i koordynacyjnego polimeru fulleronowego – C₆₀Pd, nie opisanych wcześniej kompozytów w literaturze. Na koniec przedstawiono metody pomiarów stosowane w przedłożonej do oceny pracy.

Właściwa część pracy dotyczy w pierwszej części syntezy mezoporowatych krzemionek. W wyniku tego otrzymano cząstki o średnicy od 400 do 800 nm posiadające pory

około 3 nm (MCM-41) oraz 3,1 nm (MCM-48). W dalszej kolejności podjęto się otrzymania kompozytu na bazie polipirolu i mezoporowatej krzemionki modyfikując parametry syntezy, np. stężenie użytego pirolu. Dokonano także dogłębnej charakterystyki otrzymanego kompozytu za pomocą wielu komplementarnych technik. W szczególności cenna okazała się technika spektroskopii XPS, która pozwoliła na ocenę procesów utleniania pirolu. Szczególnie wartościowe były także badania właściwości elektrochemicznych, w tym wykorzystania nowych materiałów do detekcji dopaminy. W ostatniej części podjęto się próby syntezy kompozytów krzemionki i polimeru C₆₀Pd.

Pracę kończy podsumowanie wraz z sześcioma najważniejszymi osiągnięciami i wnioskami, które mają charakter obserwacyjny i wynikają z przeprowadzonych badań. Dotyczą one głównie określenia metodologii syntezy i charakterystyki kompozytów. Dodatkowo Pani mgr Izabela Zabłocka wskazała najważniejsze wyzwania dotyczące elektrochemii kompozytów, a zatem sumarycznie do najważniejszych osiągnięć można zaliczyć :

- ✓ opracowanie zoptymalizowanych metod syntezy nanomateriałów typu kompozytów na bazie krzemionki MCM-41 i MCM-48 oraz polipirolu;
- ✓ zaprojektowanie powtarzalnej metodyki charakterystyki otrzymanych nanomateriałów;
- ✓ wykazanie, że ww. materiały mogą znaleźć zastosowanie do celów analityczno-medycznych, m.in. do detekcji dopaminy;
- ✓ wykazanie, że wytworzony kompozyt składający się z polimeru C₆₀Pd oraz mezoporowatej krzemionki typu MCM-48 może stać się doskonałym narzędziem do eksperymentalnej weryfikacji wykorzystania w elementach bioczuJNIKÓW, jak i kondensatorach.

W tym miejscu moją ciekawość budzi możliwość ilościowej oceny zawartości polimerów zlokalizowanych tylko w porach. Ponadto czy obliczono zmiany w powierzchni zewnętrznej metodami adsorpcyjnymi (metoda alfa-plot). I na koniec, czy badano tworzenie się polimerów metodą mikroskopii sił atomowych? Wartościowe także byłoby wykonanie badań XPS po procesach elektrochemicznych.

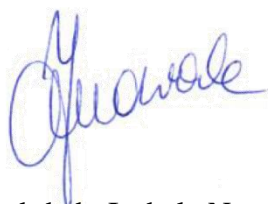
Podsumowując ocenę rozprawy doktorskiej Pani mgr Izabela Zabłockiej chciałabym stwierdzić, że tematyka podjętych badań jest oryginalna i cechuje ją interdyscyplinarny charakter. Recenzowana rozprawa ma charakter zarówno badań podstawowych, jak i stosowanych o szerokim zakresie i otrzymane przez Doktorantkę wyniki mogą znaleźć m.in. zastosowanie w urządzeniach typu biodetektory. Analiza danych przeprowadzonych doświadczeń dostarcza nowych informacji, wskazując równocześnie na integralność metodologii nauk chemicznych w zakresie realizowanych zadań badawczych.

W samej pracy można znaleźć bardzo niewiele błędów. Warto byłoby konsekwentnie stosować zapis układ regularny a nie sześcienny, czy nomenklaturę IUPAC (TEOS to krzemian tetraetylu lub tetraetoksyilan a nie tetraetyloortokrzemian).

Pragnę też zaznaczyć, że komentowane kwestie i prośby o ich wyjaśnienie nie rzutują na moją jednoznacznie pozytywną i wysoką ocenę rozprawy doktorskiej Pani mgr Izabeli Zabłockiej, mogą natomiast stać się elementami dyskusji naukowej. Recenzowana rozprawa reprezentuje bardzo dobry poziom naukowy.

Uznając walory merytoryczne ocenianej rozprawy, jako spełniające formalne i zwyczajowe wymagania stawiane dysertacjom doktorskim stwierdzam, że w moim przekonaniu niniejsza rozprawa spełnia warunki ujęte w art. 13 pkt.1 ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym z 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2017 r. poz. 1789), jak również stosowne zapisy ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. (Dz. U. z 2018r. poz. 1668).

Wnoszę zatem do Wysokiej Rady Wydziału Chemii Uniwersytetu w Białymstoku o dopuszczenie Pani mgr Izabeli Zabłockiej, do dalszych etapów postępowania w przewodzie doktorskim.



Prof. dr hab. Izabela Nowak