

Gdańsk, 2016-03-01

Prof. dr hab. inż. Adriana Zaleska-Medynska, prof. zw
Katedra Technologii Środowiska
Wydział Chemii
Uniwersytet Gdański
e-mail: adriana.zaleska@ug.edu.pl

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Justyny Majewskiej
pt. *Otrzymywanie nanostruktur węglowych z metanu w obecności katalizatorów typu metal/ZSM-5*
(promotor: dr hab. inż. Beata Michalkiewicz, prof. ZUT)

Atomy węgla mogą wiązać się ze sobą tworząc struktury jedno- dwu- lub trójwymiarowe, takie jak nanowłókna, nanorurki, grafen czy fulereny. Nanorurki węglowe są to płaszczyzny grafenu zwinięte w cienkie rurki o średnicy od jednego do kilku nanometrów i długości od kilku nanometrów do kilkunastu mikrometrów. Charakteryzują się one dużą wytrzymałością mechaniczną, dobrze przewodzą ciepło a także mają interesujące właściwości optyczne. Obecnie nanorurki węglowe znajdują szereg zastosowań w układach elektronicznych, bateriach i akumulatorach, mogą być lekkim i wytrzymałym materiałem konstrukcyjnym a także mogą być stosowane jako nośniki leków czy biosensory.

Praktycznym aspektem badań prowadzonych przez mgr inż. Justynę Majewską było opracowanie metody otrzymywania nanomateriałów węglowych, takich jak nanokapsułki, nanorurki oraz nanowłókna, w reakcji katalitycznego rozkładu metanu. Praca obejmowała zbadanie wpływu składu katalizatora oraz temperatury prowadzenia procesu na stabilność katalizatorów a także na właściwości otrzymanych nanostruktur węglowych. Badania obejmowały zarówno charakterystykę otrzymanych katalizatorów jak również ocenę morfologii nanostruktur węglowych powstających w procesie katalitycznego rozkładu metanu. W tym odniesieniu, tematyka dysertacji jest bardzo aktualna i wypełnia zapotrzebowanie na badania dotyczące nanomateriałów.

Dysertacja wykonana na Wydziale Technologii i Inżynierii Chemicznej Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie liczy 128 stron, 102 rysunki, 5 tabel oraz 111 pozycji literaturowych. Dysertacja ma tradycyjny układ: wprowadzenie, opracowanie literaturowe, cel pracy, część eksperymentalna, wyniki i wnioski, wykaz referencji, oraz na końcu zamieszczony jest dorobek naukowy Doktorantki.

Omówienie literatury przedmiotu jest dość skromne (26 stron) aczkolwiek merytorycznie poprawne. Doktorantka omówiła rodzaje nanostruktur węglowych, strukturę nanorurek węglowych oraz ich właściwości fizykochemiczne, mechanizmy formowania nanorurek węglowych a także otrzymywanie nanostruktur węglowych w reakcji rozkładu metanu. Moje wątpliwości budzi opis metod charakterystyki nanorurek węglowych (SEM, TEM oraz spektroskopia Ramana) zamieszczony w części literaturowej dysertacji. W mojej opinii część literaturowa dysertacji powinna przedstawiać aktualny stan wiedzy ściśle związany z realizowaną tematyką badawczą a także powinna wskazywać aktualne problemy badawcze wymagające rozwiązania, nie powinna natomiast zawierać opisu dobrze znanych technik badawczych. Celem prac przeprowadzonych w części eksperymentalnej było zbadanie wpływu składu katalizatora oraz temperatury prowadzenia procesu na rodzaj, ilość oraz jakość otrzymywanych struktur węglowych oraz na stabilność katalizatora. Dodatkowo celem pracy było również wyznaczenie optymalnych warunków produkcji nanostruktur węglowych z metanu umożliwiających uzyskiwanie nanomateriów o wysokiej jakości oraz z dużą wydajnością. Badania objęły:

- Preparatykę katalizatorów reakcji rozkładu metanu (Co oraz Ni na nośnikach zeolitowych);
- Charakterystykę otrzymanych katalizatorów (powierzchnia właściwa, morfologia, struktura krystaliczna,
- Badania wpływu zawartości kobaltu oraz niklu na powierzchni nośników (od 8 do 32%) oraz wpływ temperatury procesu (od 500 do 800°C) na wydajność formowania produktów węglowych w reakcji rozkładu metanu;
- Morfologię nanostruktur węglowych;
- Badania stabilności wybranych katalizatorów w procesie rozkładu metanu.

Do najważniejszych osiągnięć pracy stanowiących jednocześnie element nowości naukowej zaliczam:

- Korelację rodzaju katalizatora (rodzaj nośnika oraz rodzaj i ilość metalu na powierzchni nośnika) z wydajnością oraz jakością nanostruktur węglowych formowanych w procesie rozkładu metanu;
- Kompleksową charakterystykę otrzymanych katalizatorów na nośniku ZSM-5.

Część doświadczalna została dobrze zaplanowana, prezentacja i omówienie wyników są przeprowadzone poprawnie. W pracy znalazłam nieliczne błędy edytorskie oraz pewne nieścisłości. Poniżej wymieniono najważniejsze pytania oraz uwagi dotyczące dysertacji:

1. Z literatury wiadomo, że forma fazy aktywnej katalizatorów może zależeć m.in. od czasu kontaktu roztworu z nośnikiem podczas impregnacji, pH roztworu czy temperatury prowadzenia tego procesu.


Na jakiej podstawie Doktorantka dobrała warunki preparatyki katalizatorów otrzymanych podczas prowadzonych badań?

2. W mojej opinii w pracy zamieszczono zbyt szczegółowy opis stosowanych procedur (m.in. odpis odgazowania próbek przy pomiarze powierzchni właściwej, metodę naklejania próbek przy badaniach mikroskopowych, sposób kalibracji spektroskopu Ramana czy informacje o smarowaniu szlifów smarem silikonowym oraz zabezpieczeniu kolby klipsem);
3. Na stronie 52 oraz 73 Doktorantka pisze, że traktowanie materiału wodorem w temperaturze 700°C przez godzinę spowodowało całkowitą redukcję, odpowiednio, tlenków kobaltu oraz tlenków niklu. Jaka była średnia wielkość cząstek metalicznych oraz ich sposób dystrybucji na powierzchni nośnika?
4. W pracy zamieszczono bardzo dużą ilość rysunków (102). Podsumowanie wyników badań w postaci tabel (w tym danych dotyczących właściwości nanostruktur węglowych) bardzo ułatwiłoby czytanie pracy;
5. Na rysunku 18 brakuje opisu poszczególnych elementów reaktora
6. W pracy brakuje dyskusji podsumowującej dotyczącej korelacji rodzaju i właściwości katalizatorów z jakością formowanych nanostruktur w reakcji rozkładu metanu (bardzo enigmatyczne wnioski są w mojej opinii najsłabszym elementem dysertacji) ;
7. W polskiej nomenklaturze używamy określenia *rentgenogramy* lub *dyfraktogramy* (nie widma XRD)
8. W dysertacji można znaleźć nieliczne literówki oraz niefortunne sformułowania (np. str. 11 „w postaci materiałów węglowe”; str. 15 „Rozwianiem tej sytuacji...” str. 16 „nanoemitory”, „emitor elektronów” (chyba chodziło o nanoemitery, emitery elektronów); str. 26 „właściwości elektronicznych”; etc).

Wszystkie powyższe uwagi mają przede wszystkim charakter dyskusyjny i nie pomniejszają wartości poznawczej i aplikacyjnej rozprawy. Rozprawa cechuje się dobrym poziomem naukowym, przedstawione wyniki badań są spójne a większość przeprowadzonych badań została opublikowana w postaci artykułów oraz patentów/ zgłoszeń patentowych. Praca ma istotne zalety metodyczne i stanowi oryginalne osiągnięcie Doktorantki w zakresie opracowania metody otrzymywania nanostruktur węglowych w reakcji rozkładu metanu. Doktorantka zaprezentowała dużą sprawność i samodzielność w prowadzeniu badań eksperymentalnych i interpretacji wyników tych badań. Przeprowadzone badania eksperymentalne pozwoliły Jej na osiągnięcie celu pracy zdefiniowanego na początku rozprawy.

Opublikowany dorobek mgr inż. Justyny Majewskiej obejmuje 6 artykułów opublikowanych w czasopismach indeksowanych w JCR, 2 artykuły opublikowane w innych czasopismach, 1 patent, 2 zgłoszenia patentowe oraz 14 doniesień na konferencjach krajowych i zagranicznych.

Reasumując, przedstawiona mi do recenzji rozprawa pt. „Otrzymywanie nanostruktur węglowych z metanu w obecności katalizatorów typu metal/ZSM-5” jest dowodem umiejętności samodzielnego prowadzenia badań. Rozprawa spełnia warunki określone w ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym stawiane pracom doktorskim (Ustawa z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym z późn. zm.). W związku z tym wnioskuję do Rady Wydziału Technologii i Inżynierii Chemicznej Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie o dopuszczenie mgr inż. Justyny Majewskiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.



Adriana Zaleska-Medynska