

Autoreferat

Zofia Lendzion-Bieluń

Rozprawa habilitacyjna

**Katalizatory na bazie żelaza i kobaltu w reakcjach syntezy
i rozkładu amoniaku**

Dokumentacja do wniosku o wszczęcie postępowania habilitacyjnego

1. Imię i nazwisko.

Zofia Lendzion-Bieluń

2. Posiadane dyplomy, stopnie naukowe/ ~~artystyczne~~ – z podaniem nazwy, miejsca i roku ich uzyskania oraz tytułu rozprawy doktorskiej.

1998 - doktor nauk technicznych

Dziedzina - technologia chemiczna

Specjalność – technologia chemiczna nieorganiczna

Politechnika Szczecińska, Wydział Technologii i Inżynierii Chemicznej

Promotor: prof. dr hab. inż. Antoni Waldemar Morawski

Tytuł pracy: Preparatyka i badania katalizatorów syntezy NH₃ na nośnikach z węgla syntetycznego

1994 - magister inżynier

Politechnika Szczecińska, Wydział Technologii i Inżynierii Chemicznej

Promotor: prof. dr hab. inż. Antoni Waldemar Morawski

Tytuł pracy: Preparatyka i badania materiałów filtracyjnych (Ag, Cu, Zn)-węgiel – nośnik do usuwania bakterii z wody pitnej.

1994 - Dyplom kwalifikacji pedagogicznych do pracy nauczycielskiej

Politechnika Szczecińska, Studium Doskonalenia Pedagogicznego

3. Informacje o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych/ ~~artystycznych~~.

1998-

adiunkt: Wydział Technologii i Inżynierii Chemicznej, Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny w Szczecinie.

1997-1998

asystent: Wydział Technologii i Inżynierii Chemicznej, Politechnika Szczecińska

1994 – 1997

Studia doktoranckie: Wydział Technologii i Inżynierii Chemicznej Politechnika Szczecińska

4. Wskazanie osiągnięcia* wynikającego z art. 16 ust. 2 ustawy 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. nr 65, poz. 595 ze zm.):

a) tytuł osiągnięcia naukowego/artystycznego,

Cykl publikacji na temat:

Katalizatory na bazie żelaza i kobaltu w reakcjach syntezy i rozkładu amoniaku.

b) (autor/autorzy, tytuł/tytuły publikacji, rok wydania, nazwa wydawnictwa),

[H-1]. **Z. Lendzion-Bieluń**, W. Arabczyk,

Method for determination of the chemical composition of phases of the iron catalyst precursor for ammonia synthesis, **Applied Catalysis A: General** 207 (1-2) (2001) 37-41.

[H-2]. **Lendzion-Bieluń**, W. Arabczyk, M. Figurski ,

The effect of the iron oxidation degree on distribution of promoters in the fused catalyst precursors and their activity in the ammonia synthesis reaction, **Applied Catalysis A: General** 227 (1-2) (2002) 255-263.

[H-3]. **Z. Lendzion-Bieluń**,

A comparison of the distribution of promoters in reduced and oxidized form of iron catalyst for ammonia synthesis, **Polish Journal of Chemistry** 81 (3) (2007) 433-440.

[H-4]. **Z. Lendzion-Bieluń**, R. Jędrzejewski, E. Ekiert, W. Arabczyk,

Heterogeneity of ingot of the fused iron catalyst for ammonia synthesis, **Applied Catalysis A: General** 400 (1-2) (2011) 48-53.

[H-5]. W. Arabczyk, **Z. Lendzion-Bieluń**,

Sposób otrzymywania drobnokrystalicznych metali przejściowych, zwłaszcza żelaza, kobaltu, miedzi i ołowiu i niklu oraz ich stopów, **Patent**, Polska, Urząd Patentowy Rzeczypospolitej Polskiej, 2007.12.07 NR 196360.

[H-6]. W. Arabczyk, **Z. Lendzion-Bieluń**, R. Wróbel

Sposób otrzymywania nanomateriałów o określonych rozmiarach krystalitów, **Patent**, Polska, Urząd Patentowy Rzeczypospolitej Polskiej, 2010.11.22 NR 206909.

[H-7]. **Z. Lendzion-Bieluń**, M. Podsiadły, U. Narkiewicz, W. Arabczyk,

Effect of structural promoters on the reduction process of nanocrystalline cobalt oxides, **Reviews on Advanced Materials Science** 12 (2) (2006) 145-149.

- [H-8]. **Z. Lendzion-Bieluń**, M. Gleń,
Studies on the recrystallization of nanocrystalline metals, **Polish Journal of Chemical Technology**, 9, 4, (2007) 5-7.
- [H-9]. **Z. Lendzion-Bieluń**, R. Jędrzejewski, W. Arabczyk,
The effect of aluminium oxide on the reduction of cobalt oxide and thermostability of cobalt and cobalt oxide, **Central European Journal of Chemistry**, 9 (5) (2011) 834-839.
- [H-10]. **Z. Lendzion-Bieluń**,
The effect of manganese on the structural and surface properties of nanocrystalline cobalt catalyst for ammonia synthesis, **Central European Journal of Chemistry**, 10 (2) (2012) 327-331,
- [H-11]. W. Arabczyk, I. Jasińska, **Z. Lendzion-Bieluń**,
Kinetics studies of recrystallization process of metallic catalysts for ammonia synthesis, **Catalysis Today**, 169 (1) (2011) 93-96.
- [H-12]. **Z. Lendzion-Bieluń**, R. Pelka, W. Arabczyk,
Study of the kinetics of ammonia synthesis and decomposition on iron and cobalt catalysts, **Catalysis Letters**, 129 (1-2) (2009) 119-123.
- [H-13]. **Z. Lendzion-Bieluń**, W. Arabczyk,
Fused Fe-Co catalysts for hydrogen production by means of the ammonia decomposition reaction, **Catalysis Today**, DOI: 10.1016/j.cattod.2012.12.014



c) omówienie celu naukowego/~~artystycznego~~ ww. ~~pracy/prac~~ i osiągniętych wyników wraz z omówieniem ich ewentualnego wykorzystania.

Pomimo iż katalizatory syntezy amoniaku są obiektem badań od ponad 100 lat, energochłonność procesu skłania zarówno przemysł, jak i naukowców, do poszukiwania nowych katalizatorów o wysokiej aktywności w niższych temperaturach i pod niższymi ciśnieniami. Opracowanie technologii otrzymywania nowego katalizatora może przyczynić się do znacznego obniżenia kosztów inwestycyjnych oraz kosztów ruchomych procesu syntezy amoniaku.

W ostatnim dziesięcioleciu wzrosło zainteresowanie amoniakiem jako czynnikiem umożliwiającym magazynowanie energii w postaci związanego chemicznie wodoru. Amoniak jest łatwym w użyciu substratem do pozyskiwania czystego wodoru, jak również wygodną formą jego magazynowania i transportowania. W temperaturze pokojowej i pod ciśnieniem ok. 8 atm. amoniak jest w postaci płynnej.

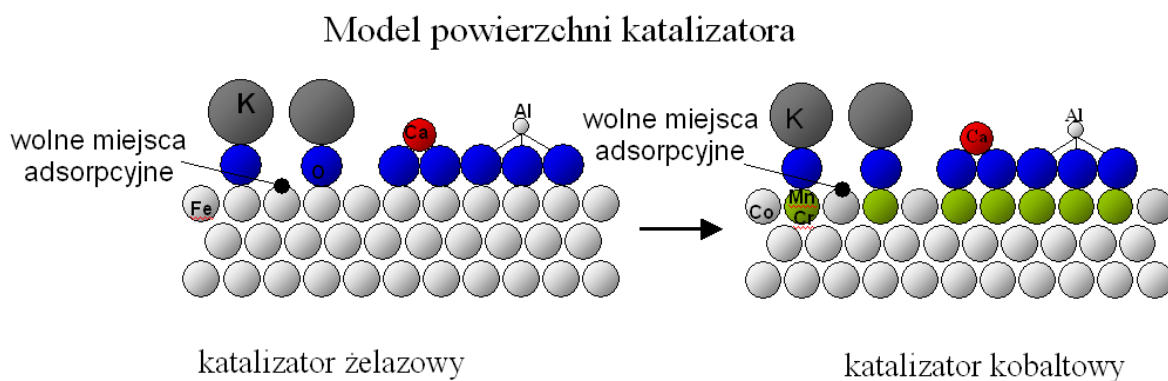
Instytut Technologii Chemicznej Nieorganicznej i Inżynierii Środowiska Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie może poszczycić się dużym doświadczeniem w technologii otrzymywania katalizatora żelazowego do syntezy amoniaku metodą stopową. Wspólnie z INS w Tarnowie został opracowany i wdrożony do produkcji żelazowy katalizator do syntezy amoniaku (PS3-INS) oraz katalizator do uwodorniania węglowodorów dla firmy Du Pont.

Opracowany został model powierzchni aktywnej katalizatora żelazowego do syntezy amoniaku. Według modelu [1] powierzchnia żelaza jest zwilżona tlenkami promotorów, które tworzą strukturę dwuwarstwową. Pierwszą warstwę, kontaktującą się bezpośrednio z żelazem, stanowią atomy tlenu. Atomy promotorów znajdują się nad atomami tlenu. W przypadku katalizatora potrójnie promowanego powierzchnia aktywna jest w większości pokryta warstwą Fe-O-K o strukturze dwuwymiarowej, podczas gdy reszta promotorów znajduje się w mostkach o strukturze trójwymiarowej, które łączą pojedyncze krystality żelaza. Podstawowym założeniem modelu jest istnienie stanu równowagi chemicznej między krystalitami żelaza, promotorami zwilżającymi ich powierzchnię oraz promotorami tworzącymi struktury trójwymiarowe (mostki tlenowe), łączące poszczególne krystality żelaza. W warstwie atomów tlenu może zachodzić ich wymiana na atomy innych niemetali (S, N, C). W warstwie tej istnieją również wolne miejsca adsorpcyjne. Atomy żelaza

niepokryte ($-O-M$) są miejscami zdolnymi do adsorpcji cząsteczek N_2 , na których zachodzi proces syntezy amoniaku. Strukturę warstwy powierzchniowej determinują właściwości pierwiastków ją tworzących. Zgodnie z modelem, powierzchnia właściwa katalizatora jest proporcjonalna do ilości atomów tlenu znajdujących się na powierzchni i ich energii wiązania z metalem. Aktywność katalizatora jest proporcjonalna do liczby takich atomów żelaza [2].

Opisany model dobrze tłumaczy właściwości fizykochemiczne katalizatora żelazowego w warunkach syntezy amoniaku oraz pozwala opisać optymalne elementarne procesy, które mają miejsce w czasie wytwarzania katalizatora czy podczas jego dezaktywacji [3, 4, 5].

Badania katalizatora żelazowego do syntezy amoniaku, jego struktury, rozkładu promotorów w korelacji z aktywnością doprowadziły do powstania **konceptji katalizatora kobaltowego aktywnego w reakcjach syntezy i rozkładu amoniaku**. Idea otrzymania katalizatora kobaltowego polegała na zastąpieniu części atomów żelaza na powierzchni katalizatora atomami kobaltu.

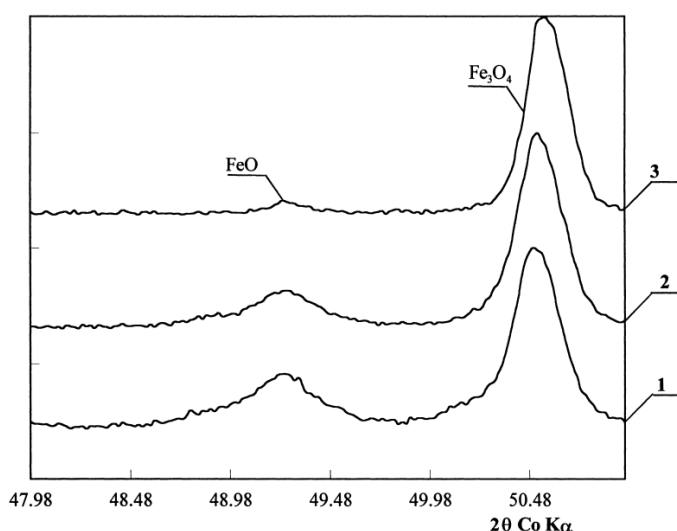


Kobalt należy do grupy metali nietworzących trwałych azotków w warunkach syntezy amoniaku. W porównaniu do żelaza charakteryzuje się niższym ciepłem adsorpcji dysocjatywnej azotu 134 kJ/mol w porównaniu do żelaza (205 kJ/mol) [6]. Czysty kobalt, w porównaniu do żelaza, słabiej wiąże tlen dlatego też, zgodnie z modelem powierzchnia właściwa czystego kobaltu jest niewielka z drugiej strony oczekuje się, że będzie on bardziej odporny na zatrucia. Wprowadzenie do układu dodatkowo pierwiastków o większej energii wiązania tlenu, np. Mn, Cr wpłynie na zwiększenie powierzchni właściwej katalizatora a także na zwiększenie odporności termicznej. Stężenie powierzchniowe atomów Mn i/lub Cr należy tak dobrać, aby stopień pokrycia powierzchni kobaltu potasem θ_K , nie był większy niż

0,5, albowiem duże stężenie powierzchniowe spowodowałyby blokadę miejsc aktywnych poprzez tlen.

Omówienie najważniejszych osiągnięć zawartych w pracach przedstawionych do habilitacji

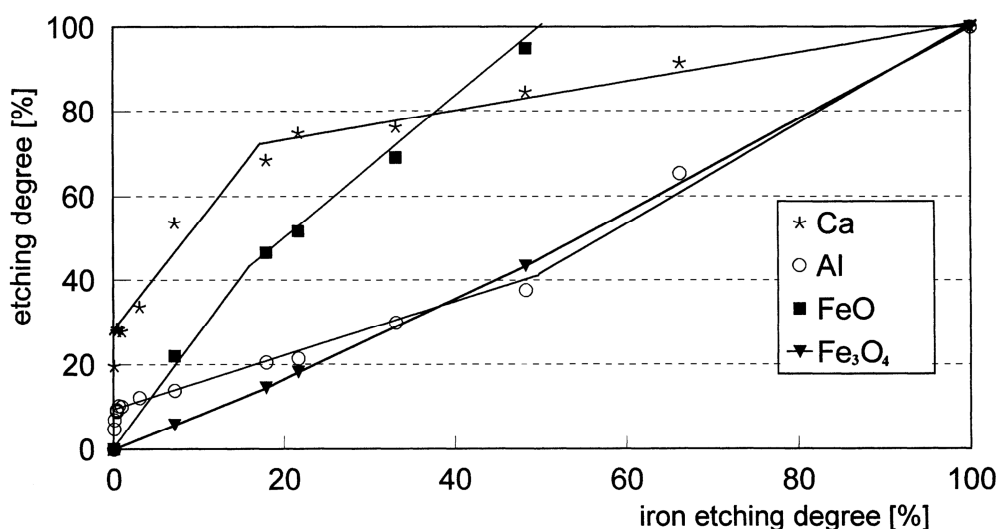
W początkowej fazie badań zajęto się ilościowym rozkładem promotorów w poszczególnych fazach krystalograficznych utlenionej formy stopowego katalizatora żelazowego syntezy amoniaku. Badania miały na celu określić heterogeniczność stopowych katalizatorów żelazowych oraz zbadać jej wpływ na aktywność w reakcji syntezy amoniaku. Efektem tego było **opracowanie nowatorskiej, a zarazem prostej i taniej metody badania składu chemicznego poszczególnych faz krystalograficznych**, tworzących strukturę utlenionej formy stopowego katalizatora żelazowego [H-1]. Opracowana metoda jest cennym uzupełnieniem zaawansowanych technik np. mikroskopii elektronowej z mikroanalizą rentgenowską. Umożliwia ona analizę pierwiastków lekkich takich jak np. lit oraz badanie składu chemicznego fazy szklistej wypełniającej przestrzenie międzyziarnowe w stopowym katalizatorze. Metoda polega na zastosowaniu kontrolowanego sposobu trawienia katalizatora przy użyciu kwasów. Selektywne roztwarzanie poszczególnych faz katalizatora w formie utlenionej (fazy magnetytu, wustytu i szkliwa znajdującego się w przestrzeniach międzyziarnowych) umożliwia ich scharakteryzowanie pod względem składu chemicznego. W badaniach wykorzystano takie metody jak manganometrię, XRD oraz ICP-OES.



Manganometrią posłużono się do określenia zawartości żelaza na drugim i trzecim stopniu utlenienia. Pozwoliło to, w połączeniu z analizą rentgenowską, określić zawartość fazy wustytowej i magnetytowej w katalizatorze. Analizę XRD wykorzystano również do rozpoznawania stopnia rozтворzenia fazy wustytowej i magnetytowej, rys.1.

Rys.1. Dyfraktogramy utlenionej formy katalizatora żelazowego: (1), katalizator przemysłowy; (2) pozostałość katalizatora po roztwarzaniu w HCl (5 h, 2,8 mol/dm³); (3) pozostałość katalizatora po roztwarzaniu w HCl (1h, 5,6 mol/dm³) [H-1].

Metodą ICP-OES oznaczono skład chemiczny katalizatora przemysłowego oraz roztworów uzyskiwanych po różnym stopniu roztwarzania katalizatora. Na rysunku 2 przedstawiono stopień roztworzenia wapnia i glinu oraz ilość roztworzonego żelaza w formie wustytu i magnetytu od stopnia roztworzenia żelaza.



Rys.2. Stopień roztworzenia wapnia, glinu, $Fe_{1-x}O$ i Fe_3O_4 od stopnia roztworzenia żelaza w roztworze kwasu solnego [H-1]. Skład chemiczny katalizatora: Al_2O_3 3,25% mas., CaO 2,6% mas., K_2O 0,61% mas., SiO_2 0,67% mas. i 67% mas. Fe . Stosunek molowy $Fe^{2+}/Fe^{3+} = 0,63$.

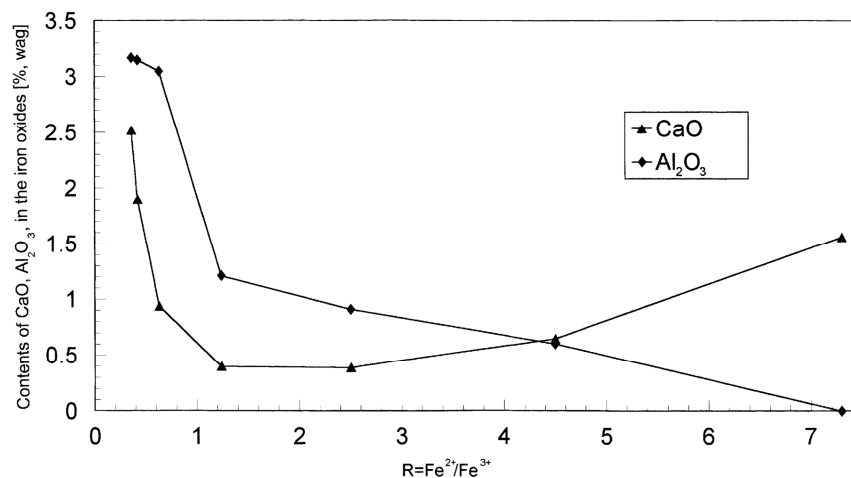
Opracowana metoda selektywnego roztwarzania pozwoliła określić, iż w przemysłowym katalizatorze żelazowym do syntezy amoniaku, o składzie chemicznym: Al_2O_3 3,25% mas., CaO 2,6% mas., K_2O 0,61% mas., SiO_2 0,67% mas. i 67% mas. Fe , w przestrzeniach międzyziarnowych znajduje się 64% tlenku wapnia. Stężenie tlenku wapnia w magnetycie wynosi 0,63% wag., co stanowi 21% całkowitego tlenku wapnia, 15% tlenku wapnia znajduje się w fazie wustytowej, stężenie jego w tej fazie wynosi 4,9% wag. Tlenek glinu w przestrzeniach międzyziarnowych znajduje się tylko w 9%, reszta, 91 % całego tlenku glinu znajduje się w fazie magnetytu. Tlenek potasu w całości znajduje się w przestrzeniach międzyziarnowych w fazie szklistej, w ponad 91% tworzy łatwo rozpuszczalne w wodzie związki. Pozostały potas, w formie nierozpuszczalnej w wodzie jest związany z krzemem.

Należy podkreślić, iż **dużym osiągnięciem technologicznym** było opanowanie techniki wytopu stopowych katalizatorów żelazowych o różnym stosunku żelaza na drugim stopniu utlenienia do żelaza na trzecim stopniu utlenienia, zdefiniowanym jako stopień utlenienia żelaza w katalizatorze $R=Fe^{2+}/Fe^{3+}$, oraz katalizatorów zawierających kobalt. Proces topienia przeprowadza się w instalacji, która składa się z bloku zasilania, wanny oraz elektrod stalowych chłodzonych wodą. Urządzenie działa dzięki zjawisku przewodzenia

prądu elektrycznego przez stopione sole i tlenki metali. Proces topnienia trwa około 1,5 godziny. Po tym czasie następuje spust lawy i schłodzenie w stalowym naczyniu. Opanowana została **metoda wytopu ciągłego katalizatora**. Zaletą, jest możliwość otrzymania w kolejnych spustach (podczas jednego wytopu) prekursorów katalizatorów różniących się R oraz składem chemicznym.

Jest to możliwe dzięki wprowadzeniu przed kolejnymi spustami do lawy magnetykowej, stopionego katalizatora odpowiednich ilości środków redukujących oraz promotorów.

Wykorzystując metodę badania ilościowego rozkładu promotorów w stopowych katalizatorach, oznaczono wpływ stopnia utlenienia żelaza w katalizatorze (R) na rozkład promotorów w poszczególnych fazach krystalograficznych katalizatora [H-2]. Stwierdzono, iż zawartość promotorów tlenków wapnia, glinu, potasu i krzemu rośnie w przestrzeniach międzyziarnowych wraz ze wzrostem zawartości żelaza na drugim stopniu utlenienia. Zmniejsza się zawartość tlenku potasu niezwiązanego z tlenkami żelaza z 90% w katalizatorach o $R > 0,5$ do 45% całkowitej zawartości tlenku potasu w katalizatorach o $R < 0,5$. Na rysunku 3 przedstawiono, jak zmienia się zawartość tlenków glinu i wapnia, rozpuszczonych w tlenkach żelaza, wraz ze wzrostem zawartości żelaza na drugim stopniu utlenienia w katalizatorze. Zawartość tlenku wapnia w tlenkach żelaza, podobnie jak glinu, zmniejsza się z wartością żelaza na drugim stopniu utlenienia, osiągając minimum dla katalizatorów, w których wartość R jest w granicach od 0,8 do 2,5. Wraz ze wzrostem zawartości fazy wustytowej w katalizatorach zawartość tlenku wapnia rozpuszczonego w tlenkach żelaza rośnie. Tlenek glinu w katalizatorach wustytowych nie wbudowuje się w tlenek żelaza.

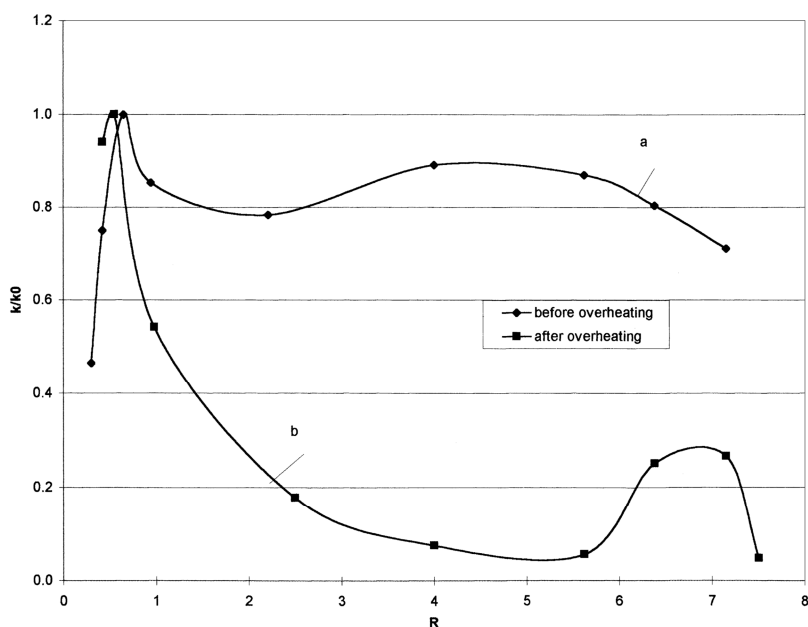


Rys.3. Zależność zawartości tlenków wapnia i glinu w tlenkach żelaza od stosunku Fe^{2+} do Fe^{3+} [H-2].

Przeprowadzono badania aktywności katalizatorów o różnym R w reakcji syntezy amoniaku. Badania prowadzono w sześciokanałowym reaktorze całkowym pod ciśnieniem 10 MPa w zakresie temperatur od 350 do 500 °C. Aktywność katalizatorów wyrażono za pomocą stałej szybkości reakcji obliczonej na podstawie równania Temkina Pyzhewa. Termostabilność katalizatorów określano poprzez ponowne testy aktywności, przeprowadzone po procesie przegrzewania katalizatorów w temperaturze 650° (17h), pod ciśnieniem 0,1MPa w atmosferze gazu syntezowego.

Znaleziono korelacje między rozkładem promotorów a aktywnością i termostabilnością badanych katalizatorów w reakcji syntezy amoniaku. Na rys. 4 przedstawiono zależność aktywności względnej k/k_0 katalizatorów o różnym stosunku Fe^{2+}/Fe^{3+} przed procesem przegrzewania i po procesie przegrzewania. Wartość aktywności względnej obliczono w każdej temperaturze jako stosunek stałej szybkości reakcji k dla danego katalizatora do stałej szybkości reakcji k_0 dla przemysłowego katalizatora żelazowego.

Na podstawie otrzymanych wyników stwierdzono, iż w badanych katalizatorach można wydzielić dwa maksima na krzywych aktywności: pierwsze odpowiadające konwencjonalnym katalizatorom magnetytowym do syntezy amoniaku oraz drugie, o około 10% niższe dla katalizatorów, w których stosunek Fe^{2+}/Fe^{3+} jest w zakresie od 4 do 6.

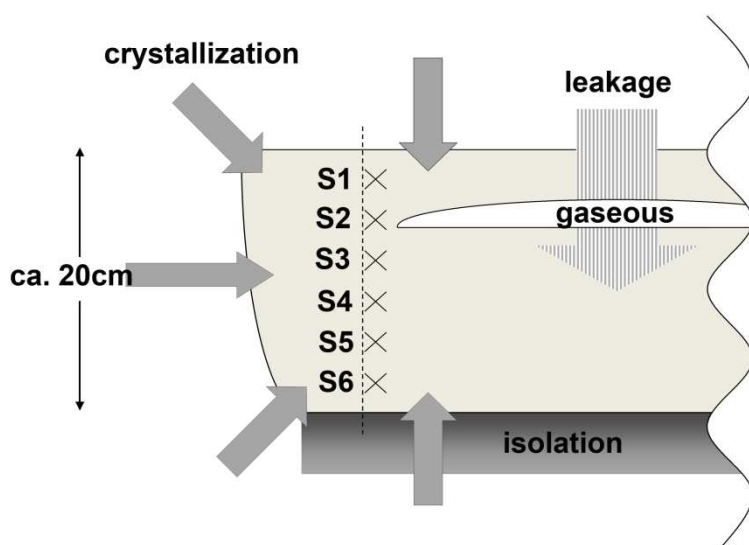


Rys.4. Zależność aktywności względnej katalizatorów w reakcji syntezy amoniaku od R, a – aktywność katalizatorów przed przegrzaniem, b – aktywność katalizatorów po przegrzaniu [H-2].

Po testach na termostabilność duży spadek aktywności katalizatorów zaobserwowano wraz ze wzrostem zawartości Fe^{2+} .

W celu określenia jak zmienia się na etapie redukcji w stopowym katalizatorze żelazowym do syntezy amoniaku rozkład promotorów, porównano rozkład promotorów w dwóch formach katalizatora, utlenionej i zredukowanej [H-3]. W badaniach wykorzystano metodę selektywnego roztwarzania oraz elektronową mikroskopię skaningową z analizatorem EDX. Stwierdzono, iż podczas procesu redukcji znajdujące się w fazie magnetytowej formy utlenionej katalizatora tlenki wapnia i glinu, nie migrują, lecz tworzą fazę $\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$. Powstająca faza łączy kryształy żelaza powstające w procesie redukcji, przez co zabezpiecza je przed procesem spiekania. Nadmiarowy tlenek glinu, znajdujący się w katalizatorze, wydziela się w postaci oddzielnej fazy Al_2O_3 .

Opracowaną metodę selektywnego roztwarzania wykorzystano w badaniach dotyczących oceny heterogeniczności wlewka stopowego katalizatora żelazowego do syntezy amoniaku otrzymywanego w warunkach przemysłowych. Na rysunku 5 przedstawiono schemat wlewka katalizatora otrzymanego w procesie wytopu oraz zaznaczono miejsca, z których zostały

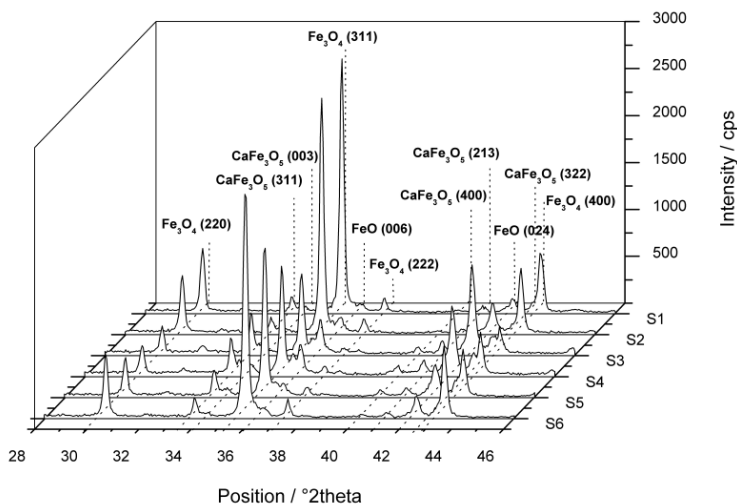


pobrane próbki do badań.

Analizowano, jak zmienia się struktura, skład fazowy, chemiczny oraz aktywność i odporność na przegrzewanie stopowego katalizatora żelazowego do syntezy amoniaku we wlewku topionego katalizatora żelazowego do syntezy amoniaku [H-4].

Rys.5. Schemat wlewka stopowego katalizatora żelazowego otrzymanego po procesie wytopu z zaznaczonymi miejscami poboru próbek do badań [H-4].

Metodą dyfrakcji rentgenowskiej określono skład fazowy próbek katalizatora pobranych z, zaznaczonych na schemacie, wlewka miejsc. Refleksy na dyfraktogramach, rys. 6, należą do



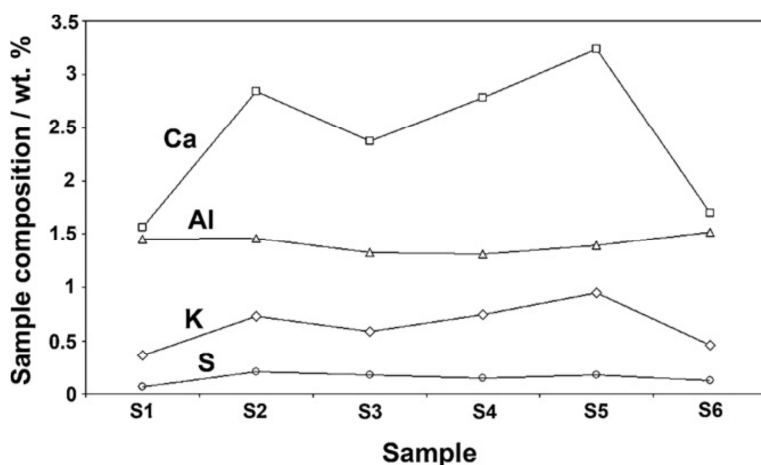
trzech faz; magnetytu, wustytu oraz tlenku żelazowo wapniowego CaFe_3O_5 . Widoczne różnice w intensywności refleksów należących do poszczególnych faz, dowodzą heterogeniczności wlewka pod względem składu fazowego.

Rys.6. Dyfraktogramy próbek katalizatorów z wlewka stopowego katalizatora żelazowego do syntezy amoniaku [H-4].

Zawartość promotorów ściśle zależy od miejsca pobrania katalizatora we wlewku.

Rozkład promotorów we wlewku określony jest przez przebieg procesu krystalizacji.

Zbliżony skład chemiczny mają katalizatory ze skrajnych miejsc wlewka S1 i S6, gdzie proces krystalizacji się rozpoczynał i panowały podobne warunki krzepnięcia lawy, rys.7.



Tlenek glinu równomiernie rozkłada się w całej objętości wlewka. Pozostałe promotory przesuwane są z czołem krystalizacji. Ich największe stężenie znajduje się w środkowej części wlewka.

Rys. 7. Skład chemiczny poszczególnych próbek katalizatora we wlewku [H-4].

Zawartość promotorów w fazie magnetytowej zależy od szybkości chłodzenia poszczególnych miejsc wlewka. Ze zmniejszeniem szybkości chłodzenia zmniejsza się stężenie glinu w magnetycie, natomiast rośnie stężenie wapnia.

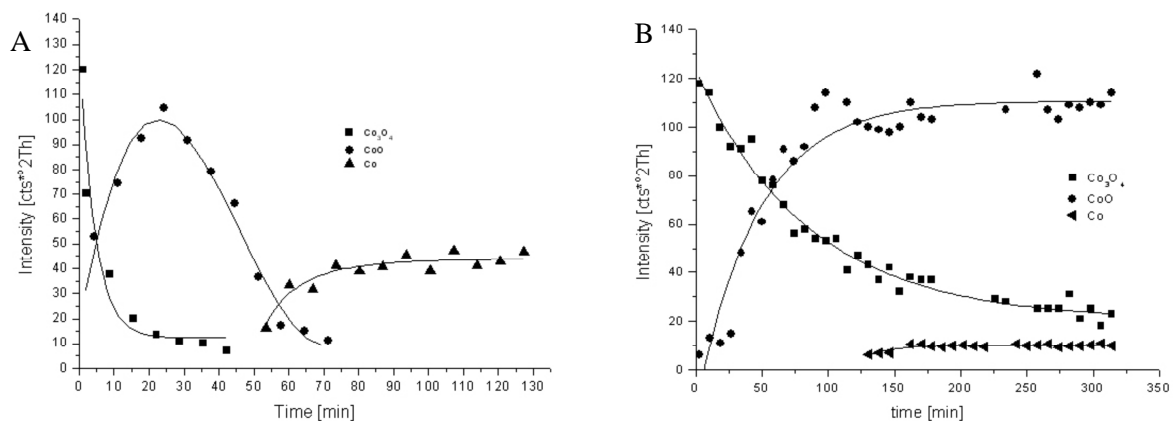
Katalizatory wolniej chłodzone, o mniejszej zawartości glinu, a większej wapnia w magnetycie, są mniej odporne na proces przegrzewania. Katalizatory z górnej i dolnej części wlewka, o najwyższej zawartości fazy magnetytowej są bardziej aktywne niż katalizatory ze środkowej części, o znacznie mniejszym udziale fazy magnetytowej.

Właściwości katalityczne materiałów są ściśle związane z ich strukturą, czyli między innymi z powierzchnią właściwą oraz rozmiarami krystalitów. Dlatego kolejne badania były związane z otrzymywaniem nanokrystalicznych metali zawierających tlenki strukturotwórcze, tlenek glinu i tlenek wapnia. Metoda otrzymania nanokrystalicznych metali przejściowych takich jak żelazo, kobalt i nikiel polegała na współstrącaniu wodorotlenku metalu przejściowego oraz wodorotlenku metalu strukturotwórczego czynnikiem strącającym (np. wodorotlenkiem amonu). Następnie prowadzono proces suszenia, kalcynacji i redukcji. Obecność tlenków wapnia i glinu w strukturze otrzymanych nanometali wpływa pozytywnie na ich stabilność w wysokich temperaturach. Opracowano prosty i tani **sposób otrzymywania nanokrystalicznych metali przejściowych takich jak np. Fe, Co, Ni**. Metoda ta została opatentowana [H-5].

Opanowano również technikę otrzymywania materiałów nanokrystalicznych o ściśle określonych rozmiarach krystalitów [H-6]. Istota sposobu, według wynalazku, polega na tym, że z nanomateriału zawierającego frakcję o różnych wielkościach nanokrystalitów można otrzymać materiał o określonych, pożądanach wielkościach krystalitów. Znanymi metodami mierzy się rozkład krystalitów w nanomateriale, na przykład metodą rentgenograficzną Warrena Averbacha, metodą mikroskopii elektronowej lub metodą wykorzystującą pomiar szybkości reakcji chemicznej zachodzącej między fazą stałą i gazową. W kinetycznym obszarze reakcji, w którym szybkość jest limitowana dysocjatywną adsorpcją, redukcji lub utlenieniu ulegają najpierw krystality małe a następnie wraz ze wzrostem stopnia przereagowania, coraz to większe [7]. Jeżeli materiałem wyjściowym jest nanotlenek metalu, poddaje się go chemicznej redukcji w odpowiedniej, w zależności od rodzaju materiału, temperaturze, lub, jeżeli materiałem wyjściowym jest nanometal, utlenianiu w atmosferze $H_2O/H_2/N_2$, w temperaturze od 350 °C do 600 °C. Reakcję prowadzi się do częściowego stopnia przereagowania, w zależności od wielkości krystalitów, jakie chcemy otrzymać. Zatrzymując proces na odpowiednim stopniu przereagowania, otrzymuje się mieszaninę dwóch faz, fazę tlenkową oraz czysty metal. Na drodze chemicznej usuwa się z mieszaniny jedną z faz. Uzyskuje się nanomateriał w postaci metalu lub tlenku metalu o określonej, założonej wielkości krystalitów.

Nanokrystaliczny kobalt z dodatkiem tlenków wapnia, glinu i potasu otrzymano poprzez współstrącanie odpowiednich wodorotlenków, następnie kalcynację i redukcję. Zbadano wpływ promotorów, tlenków wapnia, glinu i potasu na proces redukcji nanokrystalicznych tlenków kobaltu, stabilność w wysokich temperaturach oraz wielkość powierzchni właściwej [H-7], [H-8], [H-9].

Na rysunku 8 przedstawiono przebieg procesu redukcji czystego nanotlenku kobaltu oraz nanotlenku kobaltu z dodatkiem tlenku glinu (2,4% mas.). Proces redukcji był obserwowany w komorze reakcyjnej (XRK900) połączonej z dyfraktometrem rentgenowskim). Czysty tlenek kobaltu (II i III) redukuje się znacznie szybciej niż z dodatkiem tlenku pierwiastka strukturotwórczego.



Rys. 8. Zależność zmian intensywności refleksów (wyrażonej przez pole powierzchni piku) faz Co_3O_4 , CoO oraz Co od czasu redukcji izotermicznej w temperaturze 210°C . A – czysty Co_3O_4 , B – Co_3O_4 z dodatkiem Al_2O_3 [H-9].

Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, iż **tlenek potasu powoduje obniżenie temperatury dysocjacji termicznej Co_3O_4 do CoO** . Zwiększenie zaś zawartości promotorów strukturalnych, tlenku wapnia i glinu powoduje **wzrost pozornej energii aktywacji procesu redukcji tlenku kobaltu oraz wzrost powierzchni właściwej i zmniejszenie średniej wielkości kryształitów nanokrystalicznego kobaltu**. Tlenki glinu i wapnia **poprawiają termostabilność tlenku kobaltu oraz kobaltu otrzymanego na drodze redukcji tlenku**.

Przedstawione we wstępie założenia dotyczące nanokrystalicznego katalizatora kobaltowego do syntezy amoniaku zostały zweryfikowane w kolejnych badaniach.

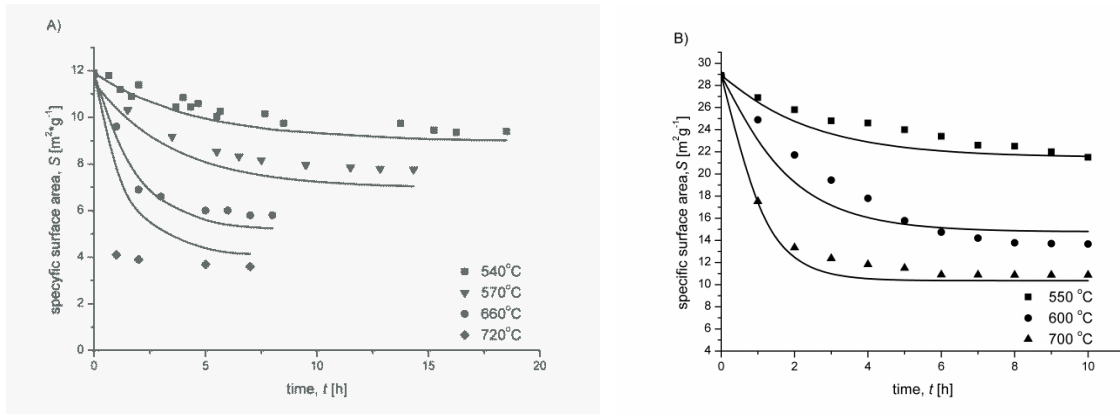
W pracy [H-10] badano wpływ manganu na wielkość powierzchni właściwej katalizatora kobaltowego oraz jego odporność termiczną i aktywność w reakcji syntezy amoniaku.

Stwierdzono, iż wprowadzenie do układu niewielkiej ilości manganu, jako pierwiastka o wyższej entalpi ΔH wiązania tlenu niż kobalt, wpływa na rozwój powierzchni właściwej katalizatora. Mangan zwiększa termostabilność katalizatorów w wysokich temperaturach w atmosferze redukującej. Aktywność katalizatorów kobaltowych modyfikowanych manganem jest wyższa niż katalizatorów bez manganu. W porównaniu do przemysłowego katalizatora żelazowego, katalizatory kobaltowe mają zbliżoną aktywność w temperaturze 600°C. W temperaturach niższych, w zakresie 350-500 °C, aktywność kobaltowych katalizatorów jest zdecydowanie niższa.

W kolejnej pracy porównano wyniki badań dotyczące **kinetyki procesu rekrytalizacji katalizatora żelazowego i kobaltowego do syntezy amoniaku [H-11]**. Badaniom poddane zostały dwa typy katalizatorów: przemysłowy stopowy katalizator żelazowy oraz strąceniowy katalizator kobaltowy z dodatkiem manganu. Termiczną dezaktywację katalizatorów bada się poprzez pomiar ich aktywności, powierzchni właściwej, wielkości krystalitów lub dyspersji fazy aktywnej (w przypadku katalizatorów nośnikowych). Początkowo szybkość dezaktywacji katalizatorów opisywano modelem, który zakładał, że po wystarczająco długim czasie pracy dyspersja lub powierzchnia osiągną zerową wartość [8,9]. Stwierdzono jednak, że katalizator nie ulega pełnej dezaktywacji, lecz zachowuje resztkową, niezerową aktywność katalityczną zależną od warunków procesu i rodzaju katalizatora. Po mimo bardzo długiego czasu wygrzewania katalizatora w wysokiej temperaturze ani powierzchnia właściwa, ani dyspersja nie osiągają zera [10-12].

Do opisu kinetyki dezaktywacji katalizatorów zaproponowano model, który przewiduje zachowanie resztkowej aktywności katalitycznej. Model General Power-Law Equations (*GP*LE), pozwalający na opisanie kinetyki spiekania, uwzględnia resztkową dyspersję osiąganą w skończonym czasie wygrzewania, obejmuje wpływ metalu, temperatury, atmosfery, promotora i nośnika na kinetykę procesu [10, 12].

W badaniach wykorzystano pomiar powierzchni właściwej katalizatorów metodą adsorpcji i desorpcji cieplnej azotu. Spiekanie zredukowanych katalizatorów prowadzono w atmosferze wodoru w temperaturach od 540°C do 720°C. Podczas procesu spiekania, w stałej temperaturze powierzchnia właściwa katalizatorów zbliża się asymptotycznie do wartości różnej od zera (powierzchnia resztkowa), rys.9.



Rys.9. Zależność powierzchni właściwej katalizatora od czasu wygrzewania w poszczególnych temperaturach w atmosferze redukującej. A-dla katalizatora żelazowego, B-dla katalizatora kobaltowego, [H-11].

Do ilościowego opisu procesu rekrytalizacji zastosowane zostało równanie analogiczne do modelowego równania GPLE (General Power-Law Equations):

$$-\frac{dS}{dt} = k_s(T)(S - S_r(T))^m$$

gdzie: S – powierzchnia właściwa katalizatora [$\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$],

k_s – stała szybkości procesu rekrytalizacji,

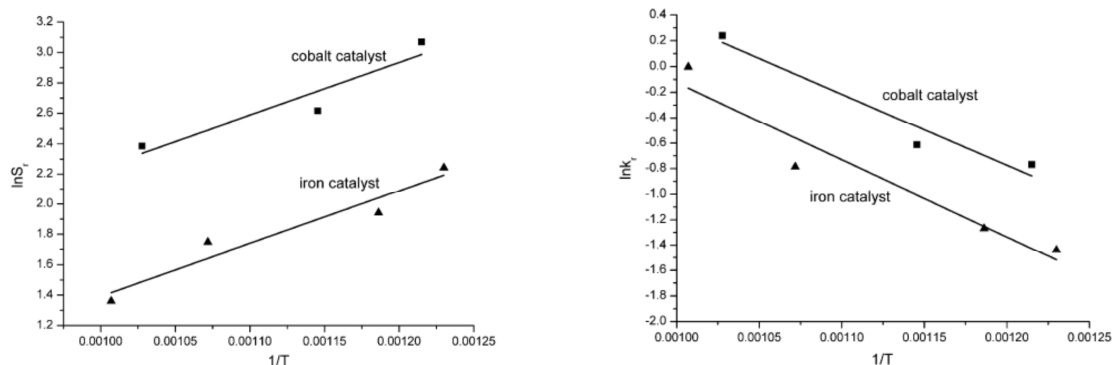
S_r – reszkowa powierzchnia właściwa katalizatora metalicznego osiągnięta w skończonym czasie wygrzewania [$\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$]

m – kinetyczny rząd spiekania.

Zależność pomiędzy temperaturą i czasem wygrzewania katalizatora można opisać poniższym równaniem całkowym, dla $m=1$:

$$S = S_r + (S_0 - S_r)\exp(-k_s t)$$

Dwa parametry S_r i k_s są zależne od temperatury. Na rysunku 10 przedstawiono, jak zmieniają się te parametry wraz z temperatura dla katalizatora żelazowego i kobaltowego.



Rys. 10. Zależność resztkowej powierzchni właściwej S_r oraz stałej szybkości rekrytalizacji k_s dla katalizatora żelazowego i kobaltowego od temperatury wygrzewania w atmosferze redukującej [H-11].

Zależności te opisano równaniami:

$$S_r = A \exp\left(-\frac{B}{T}\right), \quad k_s = k_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right)$$

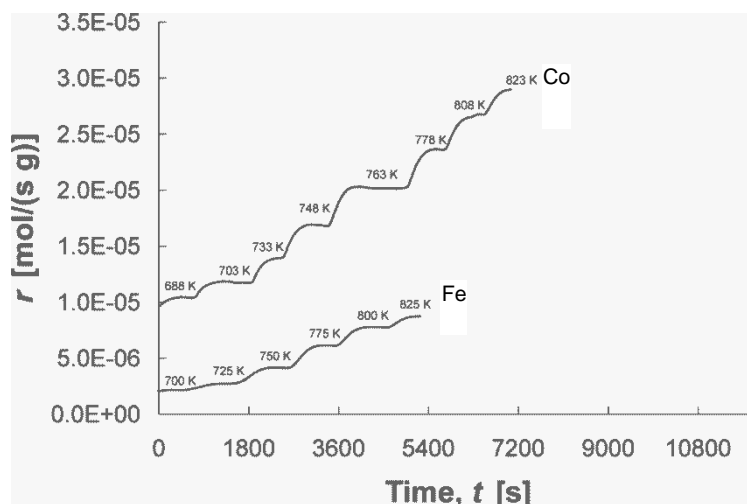
Parametry A i B są niezależne od temperatury, czynnik przedeksponentyjny A zależy od rodzaju katalizatora. Zależność stałej szybkości k_s procesu rekrytalizacji od temperatury opisano równaniem Arrheniusa. Wstawiając powyższe równania do całkowitej postaci, otrzymujemy równanie:

$$S = A \exp\left(\frac{B}{T}\right) + (S_0 - A \exp\left(\frac{B}{T}\right)) \exp\left[-k_0 t \exp\left(-\frac{E}{RT}\right)\right]$$

Stwierdzono, iż szybkość **procesu rekrytalizacji obu katalizatorów zależy od ich powierzchni początkowej oraz temperatury wygrzewania**. Wyznaczono wartość pozornej energii aktywacji procesu rekrytalizacji, która dla obu katalizatorów wyniosła 50 kJ/mol.

W poszukiwaniu odpowiedzi, dlaczego opracowany katalizator kobaltowy wykazuje niższą aktywność w reakcji syntezy amoniaku niż katalizator żelazowy, przeprowadzono badania reakcji odwrotnej, czyli rozkładu amoniaku na tym katalizatorze [H-12].

Katalityczna reakcja rozkładu amoniaku prowadzona była w reaktorze różniczkowym w warunkach ciśnienia atmosferycznego w zakresie temperatury 400-600 °C i niskim stężeniu amoniaku (6 % obj.) na wlocie do reaktora.

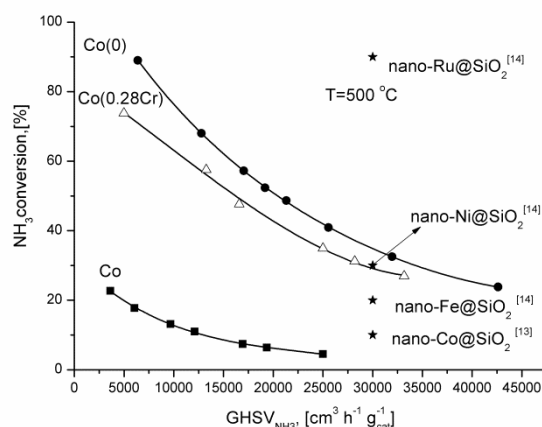


Rys. 11. Szybkość rozkładu amoniaku na katalizatorze kobaltowym i stopowym katalizatorze żelazowym [H-12].

Do obliczeń szybkości reakcji rozkładu amoniaku posłużono się równaniem Temkin-Pyzhev. Wartość pozornej energii aktywacji reakcji rozkładu amoniaku dla katalizatora kobaltowego wynosiła 111 kJ/mol, natomiast dla katalizatora żelazowego 138 kJ/mol. W reakcji rozkładu amoniaku bardziej efektywny był katalizator kobaltowy.

Otrzymane wyniki skierowały nasze zainteresowania badawcze na **reakcję katalitycznego rozkładu amoniaku**.

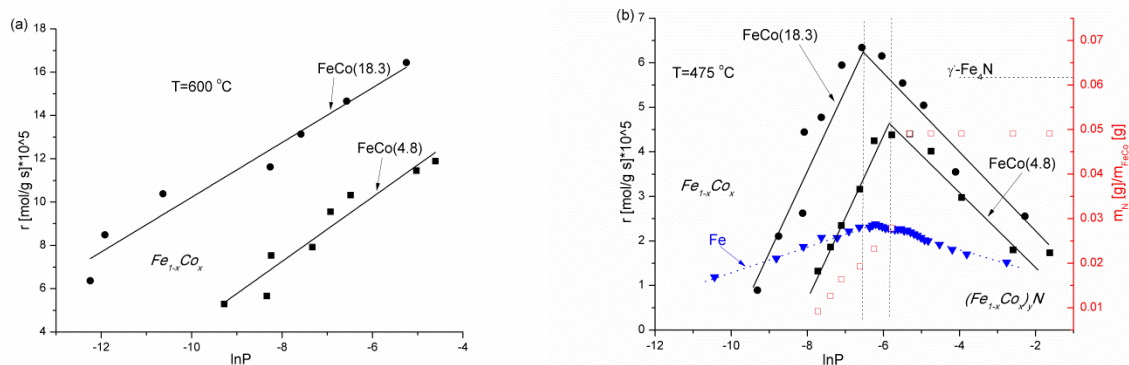
Na rysunku 10 porównano aktywność otrzymanych proszkowych katalizatorów kobaltowych w reakcji rozkładu amoniaku w temperaturze 500 °C. Czysty kobalt (Co) ma stosunkowo niską aktywność. Natomiast kobalt promowany tlenkami wapnia, glinu i potasu (Co(0)) wykazuje wysokie stopnie konwersji.



Rys. 10. Zależność stopnia rozkładu amoniaku od GHSV (obciążenie). Przedstawione wyniki, dotyczące katalizatorów kobaltowych nie są opublikowane.

W warunkach przemysłowych katalizator musi spełniać określone wymagania, oprócz wysokiej aktywności nie mniej ważną cechą jest jego wytrzymałość mechaniczna. Otrzymane techniką strącania i kalcynacji katalizatory kobaltowe są w formie proszkowej, ziarna otrzymywane na drodze prasowania są kruche i mają stosunkowo niską wytrzymałość mechaniczną. Pomimo wyższej aktywności w reakcji rozkładu amoniaku, w porównaniu do stopowego katalizatora żelazowego, w kolejnym etapie badań zdecydowano się na otrzymanie stopowego katalizatora zawierającego kobalt. Ze względu na wysoką temperaturę topienia tlenku kobaltu (ok. 1900°C) otrzymanie stopowego katalizatora kobaltowego jest trudne. Wykorzystując doświadczenie w otrzymywaniu stopowych katalizatorów żelazowych, **opracowano technologię wytwarzania stopowego katalizatora żelazowo-kobaltowego** [15] o dużej zawartości kobaltu, rzędu 20%. Należy to uznać **za duże osiągnięcie technologiczne**.

Stopowe katalizatory Fe-Co o różnej zawartości kobaltu otrzymano metodą stapiania tlenków tych metali [H-13]. W pracy przedstawiono charakterystykę dwóch katalizatorów Fe-Co o zawartości Co_3O_4 4,8% i 18,3%. Zbadana została ich aktywność w reakcji rozkładu amoniaku.



Rys. 11. Zmiana szybkości rozkładu amoniaku w zależności od logarytm z potencjału ($P=p_{\text{NH}_3}/p_{\text{H}_2}^{1.5}$), A- w temperaturze 600°C, B- w temperaturze 475°C oraz zmiana masy katalizatora FeCo(4.8) w $T=475^\circ\text{C}$. Niebieskie trójkąty- dane dla stopowego katalizatora żelazowego (K. Kiełbasa, R. Pelka, W. Arabczyk, *J. Phys. Chem. A* 114 (2010) 4531-4534) [H-13].

Katalityczną aktywność katalizatorów w reakcji rozkładu amoniaku badano w zakresie temperatur 475-600°C w warunkach ciśnienia atmosferycznego. W stanach stacjonarnych szybkość rozkładu amoniaku zależy od potencjału azotującego. W temperaturze 475°C maksymalną szybkość rozkładu osiągnięto dla wartości $P=0,0015$ dla katalizatora FeCo (18.3)

oraz wartości potencjału $P=0,0030$ dla katalizatora o mniejszej zawartości kobaltu FeCo (4.8). Powyżej tych wartości potencjału azotującego szybkość rozkładu amoniaku obniża się, jest to związane z procesem azotowania katalizatora i tworzeniem się fazy γ i ϵ . Wprowadzenie kobaltu do katalizatora żelazowego zwiększa szybkość rozkładu amoniaku. Wyższa zawartość kobaltu w katalizatorze pozwala na osiągnięcie wyższych stopni rozkładu amoniaku w zakresie temperatury od 475 do 600°C.

Podsumowanie – elementy nowości naukowej.

Wyniki uzyskane podczas badań katalizatorów na bazie żelaza i kobaltu oznaczenie ich struktury i właściwości katalitycznych w reakcji syntezy i rozkładu amoniaku, pozwalają na sformułowanie poniższych wniosków:

1. Opracowano prostą metodę badania składu chemicznego poszczególnych faz utlenionej formy stopowych katalizatorów żelazowych.
2. Opracowano technologię ciągłego wytopu wytwarzania stopowych katalizatorów żelazowych o różnym stosunku Fe^{2+}/Fe^{3+} oraz katalizatorów żelazowo-kobaltowych o dużej zawartości kobaltu. Zaletą tej metody jest możliwość otrzymania, podczas jednego wytopu, próbek katalizatorów o różnym składzie fazowym i chemicznym.
3. Oznaczono rozkład promotorów w stopowych katalizatorach żelazowych o różnym stosunku Fe^{2+} do Fe^{3+} . Znalaziono korelację pomiędzy aktywnością tych katalizatorów a ich stopniem utlenienia w reakcji syntezy amoniaku.
4. Opracowano sposób otrzymywania nanokrystalicznych metali przejściowych, takich jak np. Fe, Co, Ni a także materiałów nanokrystalicznych o ściśle określonych rozmiarach krystalitów.
5. Opracowano metodę otrzymywania nanokrystalicznego żelaza o określonych wielkościach krystalitów.
6. Określono rolę promotorów strukturalnych (tlenku wapnia i glinu) w kształtowaniu struktury nanokrystalicznego żelaza i kobaltu w warunkach redukcyjnych.
7. Otrzymano nowy katalizator żelazowo-kobaltowy promowany tlenkami Al_2O_3 , CaO i K_2O , którego aktywność w reakcji rozkładu amoniaku jest wyższa od aktywności stopowego katalizatora żelazowego.

Literatura

- [1]. W Arabczyk, U. Narkiewicz, D. Moszyński, *Langmuir*, vol. 15 (18), 1999, 5785.
- [2]. W. Arabczyk, U. Narkiewicz, *Surf. Sci.* 578 (1997) 377-379.
- [3]. W. Arabczyk, D. Moszyński, I. Jasińska, *Pol. J. Chem. Tech.*, vol. 4. No. 4 (2002).
- [4]. I. Jasińska, K. Lubkowski, W. Arabczyk, *Przem. Chem.*, 82/3 (2003) 230-233.
- [5]. W. Arabczyk, D. Moszyński, I. Jasińska, *Reac. Kin. Catal. Lett.*, 83(2) (2004) 385.
- [6]. K. Aika, K. Tamaru. Ammonia synthesis over non-iron catalysts and related phenomena. In *Ammonia, Catalysis and Manufacture*; Nielsen, A., Ed.; Springer: Berlin, 1995; pp 104.
- [7]. W. Arabczyk, R. Wróbel, *Solid State Phenomena*, 94 (2003) 235-239.
- [8]. G. A. Fuentes, *Appl. Catal. A* vol.15 No.1(1985) 33-40.
- [9]. J. Corela, J. Adanez, A. Monzon, *Ind. Eng. Chem. Res.* 27(1988) 375.
- [10]. C. H. Bartholomew, *Appl. Catal. A* 107 (1993) 1-57.
- [11]. T. F. Garetto, A. Borgna, A. Monzon, *J. Chem. Soc. Faraday Trans.* 92(1996) 2637.
- [12]. G. A. Fuentes, E. D. Gamas, *Stud. Surf. Sci. Catal.* 68 (1991) 637.
- [13]. Z. Yaoa, A. Zhua, Jing Chena, Xinkui Wanga, C.T. Auc, Chuan Shia, *J. of Solid State Chem.* 180 (2007) 2635–2640.
- [14]. L. H. Yao, Y. X. Li, J. Zhao, W. J. Ji, C. T. Au, *Catal. Today*, 158 (2010) 401-408.
- [15]. Z. Lendzion-Bielun, R. Pelka, K. Kielbasa, W. Arabczyk, Katalizator do rozkładu amoniaku i sposób wytwarzania katalizatora do rozkładu amoniaku, Zgłoszenie patentowe 397426 z dnia 15.12.2011

5. Omówienie pozostałych osiągnięć naukowo - badawczych (~~artystycznych~~).

W roku 1989 rozpoczęłam studia magisterskie na Wydziale Technologii i Inżynierii Chemicznej Politechniki Szczecińskiej. Dyplom magistra inżyniera uzyskałam w roku 1994 na podstawie pracy „Preparatyka i badania materiałów filtracyjnych (Ag, Cu, Zn)-węgiel – nośnik do usuwania bakterii z wody pitnej”, wykonanej pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Antoniego Waldemara Morawskiego. W okresie studiów uzyskałam kwalifikacje pedagogiczne do pracy nauczycielskiej, kończąc dwuletnie (1992-1994) Studium Doskonalenia Pedagogicznego.

W październiku 1994 roku rozpoczęłam naukę na studiach doktoranckich na Wydziale Technologii i Inżynierii Chemicznej Politechniki Szczecińskiej.

1 października 1997 roku zostałam zatrudniona na stanowisko asystenta w Instytucie Technologii Nieorganicznej tego samego wydziału. Wraz z rozpoczęciem pracy na stanowisku asystenta powierzona mi została opieka nad spektrometrem ICP-OES. Do dzisiaj jestem odpowiedzialna za analizy składu chemicznego wykonywane na tym aparacie, zarówno w ramach prac badawczych wykonywanych w Naszym Instytucie, jak i w ramach współpracy z przemysłem oraz innymi ośrodkami badawczymi.

Moja aktywność naukowa związana była od początku z katalizą heterogeniczną, a ściślej - z układami katalitycznymi aktywnymi w reakcji syntezy amoniaku. Tematyka mojej pracy doktorskiej „Preparatyka i badania katalizatorów syntezy NH_3 na nośnikach z węgla syntetycznego”, której promotorem był prof. dr hab. inż. Antoni Waldemar Morawski, dotyczyła poszukiwań nowych katalizatorów nośnikowych aktywnych w reakcji syntezy amoniaku w warunkach niższego ciśnienia i temperatury. Inspiracją do badań były doniesienia literaturowe o nośnikowych katalizatorach, a szczególnie katalizatorach na nośnikach węglowych, stanowiących drugą generację katalizatorów syntezy amoniaku po stopowym katalizatorze żelazowym. Taki właśnie katalizator drugiej generacji został wówczas zastosowany w skali przemysłowej przez Ocelot Ammonia Company w Kitimat (Kanada). Według patentów British Petroleum i informacji firmy M. W. Kellogg najistotniejszym elementem w preparatyce takiego katalizatora jest odpowiednia technologia wytwarzania nośnika węglowego. Istotnym parametrem charakteryzującym nośnik węglowy w katalizatorze jest jego stabilność w warunkach reakcji oraz porowatość, co gwarantuje dobrą dyspersję fazy aktywnej. W swojej pracy zdecydowałam się na nośnik węglowy

pochodzenia syntetycznego o stałej i stabilnej strukturze. Badałam trzy sposoby preparatyki katalizatorów węglowych, zawierających żelazo, ruten lub kobalt. Stwierdziłam, iż katalizatory otrzymane metodą dwuetapową, polegającą na tym, iż promotor wprowadzany był do katalizatora na drodze impregnacji, wykazywały najwyższą aktywność. Najaktywniejszym katalizatorem okazał się katalizator żelazowy promowany cezem Fe-Cs/C. Otrzymane przeze mnie katalizatory wykazywały wyższą aktywność, w warunkach ciśnienia atmosferycznego niż przemysłowy katalizator żelazowy. Jednak w warunkach wysokiego ciśnienia (10MPa) ich aktywność była niższa. Wykonywana przeze mnie praca była częściowo związana z realizowanym w tym czasie grantem finansowanym przez Komitet Badań Naukowy **No 3 P405 020 06: Nowe katalizatory syntezy amoniaku na bazie węgla grafitowych**, pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Antoniego Waldemara Morawskiego. Stopień doktora nauk technicznych w dziedzinie technologia chemiczna uzyskałam 4 maja 1998 roku. Wyniki pracy opublikowane zostały w artykule w *Applied Catalysis [Załącznik 3 pkt.IIA przed dok. poz.1]* oraz przedstawione na konferencjach międzynarodowych [*Załącznik 3 pkt.IIIB przed dok. poz.1 i 2*] i krajowych [*Załącznik 3 pkt.IIIB przed dok. poz.3 i 4*] w formie komunikatów i posterów.

Z dniem 1 października 1998 roku, zatrudniona zostałam na etacie adiunkta w Instytucie Technologii Nieorganicznej, po zmianach organizacyjnych dokonanych 01.04.2000 i 01.01.2009 - w Instytucie Technologii Chemicznej Nieorganicznej i Inżynierii Środowiska Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie.

W listopadzie 2008 roku wyjechałam na 4 miesięczny **staż naukowy** do Francji na Uniwersytet Henri Poincare w Nancy, do Instytutu Katalizy Heterogenicznej kierowanego przez Profesora M. Mohammeda Bettahara. Przedmiotem moich badań podczas stażu była reakcja selektywnego utleniania CO w strumieniu H₂ (PROX) na katalizatorach CuO/CeO₂ modyfikowanych tlenkiem żelaza oraz tlenkiem kobaltu. Uzyskałam interesujące wyniki, dlatego też w grudniu 2009 roku wyjechałam ponownie na Uniwersytet w Nancy, aby przez kolejne 3 miesiące kontynuować rozpoczęte podczas pierwszego pobytu badania. Wyniki mojej pracy zostały opublikowane w dwóch artykułach, *Catalysis Letters [Załącznik 3 pkt.IIA po dokt. poz. 4]* i *Catalysis Communications [Załącznik 3 pkt.IIA po dokt. poz.7]* oraz były prezentowane na konferencjach krajowych [*Załącznik 3 pkt.IIIB po dokt. poz. 7, 9*] i zagranicznych [*Załącznik 3 pkt.IIIB po dokt. poz. 5, 9, 13*].

Oprócz rozwijania własnych zainteresowań badawczych, w trakcie całej mojej pracy zawodowej biorę czynny udział w projektach badawczych realizowanych w macierzystym

Instytucie. Dotychczas byłam wykonawcą 7 projektów badawczych finansowanych przez KBN lub MNiSW. Byłam kierownikiem trzech grantów tematycznie związanych z rozprawą habilitacyjną.

Za pracę naukową zostałam 4 razy uhonorowana nagrodami indywidualnymi, II i III stopnia, przez JM Rektora Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie (wcześniej Politechniki Szczecińskiej).

Znaczną część swojego czasu poświęcam pracy dydaktycznej. Obecnie prowadzę wykłady oraz ćwiczenia z kluczowego przedmiotu na kierunku studiów „technologia chemiczna” - „**Technologia Chemiczna – procesy przemysłu syntezy chemicznej**” oraz wykłady i zajęcia laboratoryjne z przedmiotu „**Techniki badania produktów nieorganicznych**”, ćwiczenia i zajęcia laboratoryjne ze „**Zjawisk powierzchniowych i przemysłowych procesów katalitycznych**”, również na kierunku studiów „technologia chemiczna”. Na studiach doktoranckich prowadzę wykłady i laboratorium z zakresu spektroskopii fluorescencji rentgenowskiej (XRF).

Byłam **opiekunem 15 prac magisterskich** oraz 2 inżynierskich. Prace te związane były bezpośrednio z prowadzonymi przeze mnie badaniami. Od kilku lat jestem odpowiedzialna za organizację zajęć dla studentów w zakładach przemysłowych, w ramach przedmiotu „Przemysłowe laboratorium technologiczne” na kierunku studiów „technologia chemiczna”, co umożliwia mi stały kontakt z przemysłem. Zajęcia odbywają się na terenie zakładów zajmujących się produkcją wielkotonażową podstawowych produktów przemysłu chemicznego nieorganicznego np. w Zakładach Chemicznych Police SA Grupy Azoty, w zakładzie Fosfan SA, czy w zakładzie zajmującym się produkcją węgla aktywnego Gryfskand sp zo.o.. Studenci bardzo cenią sobie te zajęcia, ponieważ są one cennym uzupełnieniem wiedzy teoretycznej zdobytej podczas wykładów.

Moje doświadczenie naukowe znalazło również uznanie w międzynarodowym środowisku naukowym, o czym świadczy szereg zaproszeń do wykonania recenzji publikacji w takich czasopismach, jak Applied Catalysis A, Applied Catalysis B, Catalysis Letters, Catalysis Communication, Chemical Engineering Journal, Central European Journal of Chemistry, Polish Journal Chemical Technology.

Brałam czynny udział w organizacji międzynarodowej konferencji: Joint Conference on Advanced Materials, Functional and Nanostructured Materials FNMA'11, 6-9 September

2011, Szczecin, Poland. Obecnie jestem zaangażowana w organizację VI Krajowej Konferencji Nanotechnologii, która odbędzie się w Szczecinie w dniach 9-12 lipca 2013 r.

Jestem opiekunem studenckiego koła naukowego „Renewable Energy Sources“ . Studenci - członkowie koła rozwijają swoje zainteresowania i wiedzę poprzez zapoznawanie się z nowymi technikami analityczno-pomiarowymi, uczestnictwo w seminariach i wykładach oraz konferencjach naukowych dotyczących źródeł energii odnawialnych. Uczestniczą także w zajęciach w Ośrodku Szkoleniowo-Badawczym w Zakresie Energii Odnawialnej, który funkcjonuje w Zachodniopomorskim Uniwersytecie Technologicznym w Szczecinie.

Od kilku lat czynnie uczestniczę w dniach otwartych organizowanych przez Naszą uczelnię. Zachęcam młodych ludzi do studiowania na Naszym Wydziale, poprzez prezentację Naszego Instytutu. Od 2009 roku pełnię funkcję skarbnika Szczecińskiego Oddziału Polskiego Towarzystwa Chemicznego oraz jestem członkiem Polskiego Klubu Katalizy.

Mój dorobek naukowy po uzyskaniu stopnia doktora obejmuje 28 publikacji (łącznie $IF(2011)=45,597$, IF z roku publikacji= $36,572$ według JCR) w tym 23 publikacje w czasopiśmie z listy filadelfijskiej oraz 5 w innych, 2 patenty i oraz 2 zgłoszenia patentowe. Według *Web of Science* liczba cytowań wszystkich artykułów to 89 (bez autocytowań 70), indeks Hirscha wynosi 7. Według bazy *Scopus* sumaryczna liczba cytowań jest nieco większa i wynosi 105 (bez autocytowań 81). Wyniki swojej pracy naukowej prezentowałam również na 17 konferencjach międzynarodowych i 13 konferencjach krajowych.

