



Katedra Inżynierii Procesowej i Technologii Chemicznej

Gdańsk, 2023.03.10

Recenzja rozprawy doktorskiej

mgr inż. Moniki Wiśnik-Sawki

**pt. *Zastosowanie spektrometru ruchliwości jonów do badań dyfuzji substancji organicznych
w polimerach***

1. Uwagi ogólne

Techniki membranowe pozwalają na separację zanieczyszczeń o wymiarach cząstek i cząsteczek na poziomie molekularnym lub jonowym. Są to procesy poznane stosunkowo niedawno, natomiast w ostatnich latach obserwuje się ich szybki rozwój ze względu na rodzaj i zróżnicowanie stosowanych membran. Techniki membranowe są tematem wielu prac badawczych, których postępy czynią zastosowanie tych technik np. w ochronie środowiska realnymi technicznie i korzystnymi ekonomicznie. Procesy separacji membranowej są dzisiaj technikami o szerokiej gamie zastosowań. Dlatego poznanie zjawisk odpowiedzialnych za efektywną separację związków chemicznych jest wciąż pożądanym celem. Takie parametry jak: współczynnik dyfuzji, przepuszczalność, czy rozpuszczalność danego analitu w membranie są istotnymi parametrami w procesach membranowych o mechanizmie, gdzie o szybkości transportu danego analitu decyduje rozpuszczanie i dyfuzja tego analitu w materiale membrany. Oczywiście, istnieje kilka metod wyznaczania tych parametrów procesowych, jednak Doktorantka zaproponowała w rozprawie doktorskiej całkiem nowe i innowacyjne podejście wykorzystujące spektrometrię ruchliwości jonowej do wyznaczania tych parametrów. Połączenie nowych poszukiwań zastosowania membran z polidimetylosiloksanu (PDMS) z detekcją instrumentalną staje się atrakcyjnym polem badań inżynierskich.

Stosowanie więc membran PDMS bez znajomości podstawowych parametrów procesowych względem związków o charakterze hydrofobowym wydaje się dość ograniczone, natomiast poznanie ich pozwala na poszukiwanie nowych aplikacji dla tego typu membran. Takie podejście uzasadnia podjętą przez Doktorantkę tematykę pracy w celu pozyskania nowych informacji oraz rozszerzenia wiedzy w tym obszarze.

Przedstawiona do recenzji praca doktorska mgr inż. Moniki Wiśnik-Sawki zatytułowana "Zastosowanie spektrometru ruchliwości jonów do badań dyfuzji substancji organicznych w polimerach", dotyczy przedstawionej powyżej problematyki.

Doktorantka przedstawiła wyniki swoich badań, obejmujących oszacowanie parametrów procesowych takich jak: współczynnik dyfuzji, przepuszczalność i rozpuszczalność dla dwóch związków chemicznych względem membrany z PDMS. Rozprawa doktorska została przygotowana w Wydziale Nowych Technologii i Chemii Wojskowej Akademii Technicznej pod opieką prof. WAT. dr hab. inż. Jarosława Putona.

Rozprawa doktorska napisana jest w sposób tradycyjny, składająca się z dwóch głównych części tj. części teoretycznej i części eksperymentalnej, razem rozprawa liczy 129 stron, gdzie zawarte są 44 rysunki, 10 tabel, 19 załączników oraz 144 pozycji literaturowych.

Część teoretyczna składa się z 5 głównych rozdziałów, natomiast część eksperymentalna składa się z również z 4 rozdziałów, w których zawarty jest cel i zakres badań, ponadto w pracy zawarty jest rozdział poświęcony na podsumowanie i wnioski. Ponadto, praca zawiera streszczenie w języku polskim i angielskim.

2. Cel rozprawy i zadania szczegółowe

Główny cel rozprawy został określony jako: sprawdzenie przydatności detektora IMS do badania procesów dyfuzji w polimerach.

Osiągnięcie celu głównego wymagało zrealizowania zadań szczegółowych takich jak:

1. Opracowanie konstrukcji i budowy komórki dyfuzyjnej, umożliwiającej wykonanie badań przepływowych dla membran polimerowych o geometrii cylindrycznej.
2. Badanie dyfuzji substancji organicznych w membranach cylindrycznych o dwóch grubościach ścianek, opartych na metodach przepływowej i desorpcyjnej.
3. Zastosowanie membrany polimerowej jako układu wprowadzania próbki do detektora IMS z roztworów wodnych.

Cel rozprawy doktorskiej oraz zadania szczegółowe zostały sformułowane jasno i klarownie, a badania wykonane w ramach tych zadań nie budzą większych zastrzeżeń. Wątpliwości moje skierowane są na przedmiot badań, a mianowicie membranę z PDMS, Doktorantka w swojej rozprawie podała zbyt mało przesłanek do wyboru takiego materiału, a wiadomo, że membran o charakterze hydrofobowym jest wiele, związku z powyższym jakimi przesłankami kierowała się w tym wyborze Doktorantka? Ponadto, również wybór substancji chemicznych które stanowiły analit do szacowania parametrów procesowych w materiale membrany nie jest jednoznaczny. Na pewno w publicznej obronie będzie trzeba wyjaśnić te wybory.

3. Krótkie omówienie rozprawy doktorskiej

Prace badawcze w ramach przewodu doktorskiego prowadzone były w trzech etapach, których realizacja doprowadziła do osiągnięcia zamierzonego celu. Przeprowadzone prace eksperymentalne poprzedzone zostały dość krytycznym przeglądem literatury przedmiotu, gdzie Doktorantka opisała m. in.: ogólne informacje na temat materiałów polimerowych, procesy membranowe, transport analitu w membranach porowatych i litych z szczególnym uwzględnieniem dyfuzji w membranach z PDMS, matematyczny opis dyfuzji w membranach płaskich i cylindrycznych, metody wyznaczania parametrów opisujących transport analitu przez membranę, zasadę działania detektora IMS oraz układy wprowadzania analitu do detektora IMS. Należy w tym miejscu podkreślić, że część teoretyczna była napisana dobrze, czytało się ją przyjemnie. Prace badawcze obejmowały natomiast: szacowanie parametrów procesowych za pomocą metody przepływowej i desorpcyjnej

oraz szacowanie parametrów procesowych w procesie perwaporacji dla dwóch substancji chemicznych względem membrany z PDMS o dwóch różnych grubościach ścianek oraz trzech różnych temperatur procesu membranowego.

Pozyskana wiedza i informacje z tych badań pozwoliły osiągnąć postawiony cel rozprawy doktorskiej.

4. Ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej

Tematyka pracy doktorskiej jest ciekawa i ważna z punktu widzenia pozyskania informacji na temat parametrów procesowych związanych z transportem analitu przez membranę. Najważniejszym elementem rozprawy, podlegającym szczegółowej ocenie są wyniki badań przedstawione w rozprawie doktorskiej oraz opublikowanym artykule, gdzie Doktorantka była współautorem. Wyniki powinny stanowić oryginalne rozwiązanie postawionego problemu naukowego. Z pełnym przekonaniem mogę stwierdzić, że przedstawione wyniki prac badawczych spełniają powyższy warunek i wskazują na umiejętność samodzielnego prowadzenia badań naukowych. Wniosek ten uzasadnia: opis prowadzonych badań, dyskusja wyników oraz sformułowane konkluzje, które potwierdziły właściwe zaplanowanie a także wykonanie prac eksperymentalnych doprowadzając Doktorantkę do realizacji głównego celu rozprawy doktorskiej.

Przedstawione w recenzowanej pracy doktorskiej rezultaty badań wnoszą wg mnie elementy nowości w rozwoju nauki dotyczącej wyznaczania parametrów procesowych transportu masy przez membrany hydrofobowe. Do najważniejszych osiągnięć Doktorantki zaliczyłbym:

1. zastosowanie detektora IMS do wyznaczania parametrów procesowych transportu masy przez membranę z PDMS,
oraz

2. zaprojektowanie komórki dyfuzyjnej, umożliwiającej w sposób powtarzalny badać procesy transportu masy przez membranę.

Do przedstawionych wyników w pracy mam jednak kilka uwag i komentarzy, które nie wpływają znacząco na moja ogólną ocenę rozprawy doktorskiej:

1. Czym się różnią mechanizmy transportu masy przedstawione w rozdziale 2.3.2.1 i 2.3.2.2? Wydaje mi się że dla czytelnika nie jest to jasne. Poza tym na czym polega mechanizm akomodacji? str. 31-32.
2. Co oznacza znak "prim" przy x w równaniu 20, str. 38, nie ma żadnej informacji na ten temat?
3. Na str. 40 Doktorantka napisała, że "...rozkład stężeń w pobliżu powierzchni $r=a$ można opisać funkcją kwadratową", ale dlaczego? Nie wynika to z akapitu przedstawionego na tej stronie.
4. Na Rys. 6 przestawiona jest jedynie jedna krzywa, natomiast zawarta jest informacja jakoby powinny być dwie krzywe. Proszę o komentarz w tej sprawie.
5. Co oznacza dla Doktorantki sformułowanie na str. 42, elastyczność analityczna, na czym to polega?
6. Co oznaczają symbole (HP4, hept5.....) zawarte na rys. 13 i 14 na str. 56-57?
7. Nie do końca rozumiem, dlaczego nie wygenerowano takich samych stężeń heptan-2-onu oraz DMMP w generatorze mieszanin gazowych (str. 62)? Można by było później porównać parametry procesowe dla tych samych stężeń analitu.
8. Brakuje wg mnie badań DMMP dla rurki G w metodzie desorpcyjnej. Czym to było spowodowane?

9. Na Rys. 23, Doktorantka przedstawiła informacje nt. powtarzalności zaproponowanej metody badawczej, proszę skomentować, jak inaczej można by było określić powtarzalność danej metody pomiarowej?
10. Objętość molowa gazu jest zależna od temperatury, ponieważ w pomiarach stosowano różne temperatury, dlaczego w równaniu 39 zastosowana jedną wartość objętości molowej gazu?
11. Na str. 88 i 89 przedstawiono informacje na temat zawartości pary wodnej w gazie nośnym, dlaczego te wartości się różnią? Skoro na str. 88 wykazano, że zawartość pary wodnej w gazie nośnym jest na stałym poziomie wynoszącym ok. 230 ppm.
12. We wniosku 5. użyto sformułowania "...wyznaczone współczynniki dyfuzji metodą desorpcyjną były zbliżone do wartości uzyskanych metoda małych czasów w badaniach przepływowych". Pytanie jest następujące: czy nie można było sprawdzić czy statystycznie istotnie te wartości się różnią?

Inne drobne uwagi oraz komentarze zostały zawarte w punkcie "Ocena formy redakcyjnej rozprawy".

5. Ocena formy redakcyjnej rozprawy

Mimo należytej staranności Doktorantka nie ustrzegła się błędów edytorskich, stylistycznych czy drobnych merytorycznych. Poniżej przedstawione są przykłady wymienionych błędów:

1. str. 19, 22, 32, 33, 34, 60 - literówki,
2. str. 50, 95 - strumień dyfuzji, powinno być raczej strumień masy,
3. str. 51, "...ograniczony czas realizacji pracy nie pozwolił na uzyskanie szerokiego zbioru danych....", co to oznacza? co Doktorantka miała na myśli?
4. str. 69, informacje zawarte na tej stronie są niespójne, Doktorantka napisała, że przy niższych temperaturach wartość maksymalnego osiąganego strumienia masy jest wyższa, niż dla wyższych temperatur, ok, ale niżej napisane jest coś zupełnie odwrotnie? czy to błąd edytorski? czy merytoryczny?
5. Na Rys. 26 jest błąd powinno być raczej μg zamiast mg dla strumienia F .

Reasumując należy to jeszcze raz podkreślić pod względem edytorskim, szachy graficznej, piśmiennictwa przedstawioną pracę do recenzji należy ocenić pozytywnie.

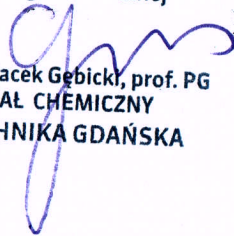
6. Podsumowanie recenzji

Na zakończenie recenzji chciałbym podkreślić, że rozprawa doktorska mgr inż. Moniki Wiśnik-Sawki za-tytułowana: "Zastosowanie spektrometru ruchliwości jonów do badań dyfuzji substancji organicznych w poli-merach", przedstawia znaczącą wartość naukową oraz w pewnym sensie aplikacyjną, co jest szczególnie ważne przy awansie naukowym na stopień doktora nauk technicznych. Moja ostateczna ocena rozprawy dok-torskiej Pani mgr inż. Moniki Wiśnik-Sawki jest jednoznacznie pozytywna. Otrzymane wyniki badań wzboga-cają wiedzę na temat wyznaczania parametrów procesowych transportu masy przez membrany hydrobowowe na przykładzie PDMS za pomocą detektora IMS. Doktorantka wykazała się umiejętnością postępowania się nowoczesną aparaturą analityczną, planowaniem badań, dyskusją uzyskanych wyników oraz sformułowaniem poprawnych konkluzji.

Uważam że rozprawa doktorska spełnia ustawowe i zwyczajowe wymogi stawiane doktorantom okre-ślone w art. 13.1 Ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. nr 65 poz. 595 z późn. zmianami) oraz w przepisach wprowadzających ustawę

– Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce z dnia 3 lipca 2018 r. (Dz. U. z 2018 r. poz. 1669 z późn. zmianami) dlatego wnoszę do Rady Dyscypliny Naukowej Wydziału Nowych Technologii i Chemii Wojskowej Akademii Technicznej Instytutu o dopuszczenie Pani mgr inż. Moniki Wiśnik-Sawki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Kierownik Katedry Inżynierii Procesowej
i Technologii Chemicznej


dr hab. inż. Jacek Gebicki, prof. PG
WYDZIAŁ CHEMICZNY
PÓLITECHNIKA GDAŃSKA