

Ocena dorobku naukowego dr inż. Adama Jakuba Kubiaka ze szczególnym uwzględnieniem osiągnięcia naukowego opisanego w cyklu prac stanowiących podstawę postępowania habilitacyjnego, którego tematem jest „*Zintegrowane podejście do rozwoju fotokatalizatorów TiO_2 : Synteza, modyfikacja i zastosowanie w systemach przepływowych*”.

1. Podstawa formalna recenzji

Niniejszą recenzję opracowano na podstawie uchwały Rady Naukowej Dyscypliny Nauki Chemiczne UAM o powołaniu mnie na recenzenta w postępowaniu habilitacyjnym dr inż. Adama Kubiaka. Postępowanie zostało wszczęte w dniu 5 marca 2025 roku a uchwała dotycząca powołania Komisji habilitacyjnej (Uchwała nr 77/2024/2025) została przyjęta w dniu 16 maja 2025 r.

Recenzję sporządzono na podstawie dostarczonej dokumentacji dotyczącej postępowania habilitacyjnego dr inż. Adama Kubiaka oraz odpowiednich aktów prawnych, w szczególności Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2024 poz. 1571) art. 219 ust. 1 pkt 1-3.

2. Sylwetka naukowa Habilitanta

Pan dr inż. Adam Jakub Kubiak jest absolwentem Wydziału Technologii Chemicznej na Politechnice Poznańskiej. Stopień inżyniera uzyskał w roku 2015 (kierunek: Inżynieria Chemiczna i Procesowa) a następnie magistra w roku 2016 (kierunek: Inżynieria Chemiczna i Procesowa, specjalność Inżynieria Chemiczna). Tytuł naukowy doktora uzyskał w roku 2021 na podstawie pracy *Ocena wpływu warunków syntezy aktywnych materiałów tlenkowych na ich właściwości fizykochemiczne i użytkowe*. Praca doktorska została zrealizowana również na Wydziale Technologii Chemicznej Politechniki. Od roku 2021 Habilitant jest zatrudniony na Wydziale Chemii Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu po kolei na stanowisku asystenta (2021-2022) a następnie na stanowisku adiunkta (od 2022). W tym okresie Habilitant zrealizował trzy krótkoterminowe wyjazdy badawcze (od 3 do 4 tygodni): w *Università degli Studi di Milano* (Mediolan, Włochy) oraz w *Università degli Studi di Palermo* (Palermo, Włochy).

Całościowy dorobek naukowy Habilitanta obejmuje 52 artykuły opublikowane w czasopismach z bazy JCR (z tego 36 po uzyskaniu stopnia doktora). Sumaryczny IF = 281,8 (po doktoracie 225,97). Dorobek Habilitanta obejmuje również współautorstwo 30 komunikatów zaprezentowanych na konferencjach krajowych i zagranicznych (w tym 12 referatów, 17 prezentacji w postaci plakatów oraz 1 wykład na zaproszenie). Habilitant jest również współtwórcą 1 patentu (Pat.245813).

3. Ocena osiągnięcia naukowego stanowiącego podstawę ubiegania się o stopień naukowy doktora habilitowanego

Osiągnięciem naukowym stanowiącym podstawę o ubieganie się o stopień doktora habilitowanego jest cykl publikacji powiązanych tematycznie, zatytułowany: „**Zintegrowane podejście do rozwoju fotokatalizatorów TiO_2 : Synteza, modyfikacja i zastosowanie w systemach przepływowych**”.

Cykl składa się z 11 prac opublikowanych w latach 2023 - 2025 o łącznej sumie punktów MNiSW – 1640 oraz sumarycznym IF = 77,1 (zgodnie z rokiem opublikowania).

Dziewięć artykułów to publikacje wieloautorskie a udział dr inż. Adama Kubiaka polegał na opracowaniu planu i koncepcji badań a także na wykonywaniu eksperymentów. Do dokumentacji dołączono wszystkie niezbędne oświadczenia współautorów wraz z określeniem rodzaju działań wykonanych podczas realizacji prac nad daną publikacją. Artykuły zostały opublikowane w takich czasopismach jak: *Ceramics International*, *Material Research Bulletin*, *Applied Surface Science*, *Chemical Engineering Journal*, *Journal of Environmental Management* czy *Journal of Water Process Engineering*. Dwie prace to artykuły monoautorskie opublikowane w takich czasopismach jak *Scientific Reports* oraz *Separation and Purification Technology*. We wszystkich artykułach Habilitant jest autorem korespondencyjnym, co świadczy o Jego wiodącej roli w tych badaniach.

Przedstawiony do recenzji cykl publikacji obejmuje zagadnienia związane z wytwarzaniem tlenku tytanu(IV) – w tym modyfikowanego węglem – m.in. z wykorzystaniem promieniowania mikrofalowego oraz opracowaniem układu fotokatalitycznego z wykorzystaniem diod LED jako źródła promieniowania. Głównym celem, który postawił przed sobą Habilitant było opracowanie nowatorskiego, wieloaspektowego systemu fotokatalitycznego, który integruje zaawansowane metody preparatyki materiałów tlenkowych, modyfikację fotokatalizatorów oraz zastosowanie zoptymalizowanych źródeł promieniowania LED. Przedmiotem prac opisanych w cyklu publikacji było również opracowanie i zastosowanie zaawansowanych fotokatalizatorów w układach przepływowych, co miało na celu poprawę wydajności fotodegradacji w warunkach rzeczywistych.

W pracy [H1] Habilitant podjął badania nad porównaniem $TiO_2-Fe_3O_4$ otrzymywanego z wykorzystaniem metody hydrotermalnej oraz preparatyki wspomaganej mikrofalowo i wykorzystaniem tego fotokatalizatora do usuwania metronidazolu. Fotokatalizatory otrzymano z $TiCl_4$ oraz $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ i $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ jako prekursorów z dodatkiem glikolu polietylenowego. Do oceny właściwości otrzymanych fotokatalizatorów wykorzystano takie

techniki jak: XRD, spektroskopię Ramana, spektroskopię UV-Vis, spektroskopię PL, analizę TEM, pomiar powierzchni właściwej BET, analizę TGA a także dokonano pomiaru właściwości magnetycznych otrzymanych cząstek. Właściwości fotokatalityczne oceniono w reakcji fotodegradacji metronizadolu w fazie wodnej. Otrzymane fotokatalizatory to mieszanina tlenku tytanu(IV) oraz tlenków żelaza(II) i żelaza(III) – czyli układ niejednorodny. Habilitant zastosował metodę Tauc'a do wyznaczania przerwy wzbronionej dla układów kompozytowych, co jest metodologicznie nieuzasadnione. Metoda Tauc'a opiera się na analizie charakterystycznych przejść elektronowych w jednorodnych materiałach półprzewodnikowych a jej stosowanie do układów niejednorodnych (mieszanina tlenków) prowadzi do błędnej interpretacji. Widzę również nieścisłość w opisie mechanizmu wzbudzenia układu $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$. Na Rys. 8 w publikacji [H1] przedstawiono heterozłącze I typu (przy omawianiu mechanizmu reakcji fotokatalitycznej) a jednocześnie w kolejnym zdaniu jest informacja, że w przypadku otrzymanego układu $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$, obserwowana fotoaktywność wynika ze zmniejszenia przerwy wzbronionej, co umożliwiło większą absorpcję promieniowania z zastosowanego źródła światła LED (cytując dosłownie: „*Figure 8 illustrates the proposed mechanism, which is consistent with the type I heterojunction. However, in the case of the synthesized $\text{TiO}_2\text{-Fe}_3\text{O}_4$ systems, the improvement of photoactivity is the result of lowering the energy of the bandgap, which enabled higher absorption of radiation from the LED light source used.*”). W publikacji brakuje również danych dotyczących stosowanego układu fotokatalitycznego, tj.: (i) jaka była geometria fotoreaktora? (ii) jaka była grubość naświetlanej warstwy roztworu? (iii) z jakiego materiału był wykonany fotoreaktor? (iv) ile diod LED zastosowano i jak zostały rozmieszczone? (v) jakie było natężenie promieniowania na powierzchni fotoreaktora (np. w mW/cm^2)? Czy było ono równomierne? Moje wątpliwości budzi również test stabilności otrzymanych fotokatalizatorów. Z informacji zawartych w artykule wynika, że podczas badania stabilności w 5 cyklach reakcji, po każdym cyklu fotokatalizator był usuwany z roztworu i przenoszony do następnego fotoreaktora, co w mojej opinii musiało spowodować straty (i w konsekwencji zmniejszenie ilości fotokatalizatora) – nie ma to jednak odzwierciedlenia w aktywności przedstawionej na Rys. S6a.

Praca [H2] dotyczy otrzymywania nanocząstek TiO_2 z wykorzystaniem procesu mikrofalowego oraz porównania efektywności usuwania fenolu i 4-chlorofenolu z wykorzystaniem UV LED oraz lampy rtęciowej jako źródła promieniowania. Pomimo tego, że artykuł dotyczy tlenku tytanu(IV), to wśród wymienionych materiałów w części eksperymentalnej wymieniony został uwodniony octan cynku (nie stosowany podczas preparatyki). W publikacji [H2] niejednoznacznie określono typ zastosowanej lampy rtęciowej – w części wstępnej mowa jest o lampie rtęciowej wysokociśnieniowej, podczas gdy w metodyce badawczej (pkt. 2.4.1) wskazano lampę rtęciową średniociśnieniową. Spektra emisji tych lamp różnią się, co uniemożliwia wiarygodną ocenę wpływu rodzaju źródła promieniowania na efektywność reakcji fotokatalitycznej. W tym artykule również brakuje szczegółowej charakterystyki stosowanego układu fotokatalitycznego – ze zdjęcia na Rys. 1, trudno ocenić geometrię fotoreaktora, a z podanych w tekście informacji wynika tylko, że objętość naświetlanej próbki wynosiła 100 cm^3 i że jako źródło promieniowania UV zastosowano prawdopodobnie

lampę zanurzeniową, trudno jednak powiedzieć czy została umieszczona centralnie w fotoreaktorze czy w inny sposób. Jest to istotne m.in. dlatego, że podczas badania kinetyki reakcji, objętość roztworu zmniejszyła się o 21 cm³ (21% w stosunku do roztworu początkowego) – wobec tego czy nie zmieniły się warunki naświetlania? W artykule brakuje mi również szczegółów dotyczących przygotowania tabletek z TiO₂ do badania kąta zwilżania. Wartości kąta zwilżania zostały skorelowane z wielkością kryształitów oraz powierzchnią właściwą BET – a powinny być raczej skorelowane ze składem powierzchniowym próbki (np. grupy -OH, obecność Ti³⁺, etc.). Porównując efektywność degradacji fenolu i 4-chlorofenolu dla dwóch zastosowanych źródeł promieniowania zabrakło mi również następujących informacji: (1) natężenia promieniowania UV emitowanego przez obydwa źródła promieniowania; (2) informacji czy zbadano efektywność fotolizy fenolu oraz 4-chlorofenolu (szczególnie w przypadku lampy rtęciowej); (3) czy temperatura roztworów podczas naświetlania diodami LED oraz lampą rtęciową była taka sama? (4) z czego wynikała wysoka efektywność degradacji fenolu i 4-chlorofenolu przy zastosowaniu diod LED, skoro diody emitowały promieniowanie o długości fali 395 nm a ze spektrum absorpcji TiO₂ wynika, że absorpcja promieniowania otrzymanych próbek w tym zakresie jest znikoma?

Metoda mikrofalowa została również wykorzystana do otrzymania nanokryształów anatazu opisanych w pracy [H3]. Probki TiO₂ zostały otrzymane poprzez ogrzewanie z wykorzystaniem promieniowania mikrofalowego przez 1, 5, 10 i 30 min a następnie zostały scharakteryzowane z wykorzystaniem XRD, SEM, spektroskopii UV-Vis, FTIR, PL. Zbadano również powierzchnię właściwą BET a aktywność fotokatalityczną oceniono w reakcji fotoutleniania metronidazolu. Podobnie jak w publikacji [H2] brakuje mi wyjaśnienia wysokiej skuteczności degradacji metronidazolu w przypadku zastosowania TiO₂ o wartości przerwy wzbronionej E_g = 3.2 eV, naświetlanego promieniowaniem o długości fali 395 nm. Obserwowany spadek stężenia metronidazolu może wynikać z adsorpcji tej substancji na powierzchni TiO₂ – w pracy nie pokazano jednak zmiany stężenia metronidazolu w obecności TiO₂ w warunkach bez naświetlania przez 180 min. Na jakiej podstawie oceniono, że stan równowagi sorpcji-desorpcji metronidazolu ustala się po 30 min? Nie wskazano również co się dzieje z metronidazolem podczas naświetlania diodami LED bez obecności TiO₂. Efektywność usuwania metronidazolu dla otrzymanych próbek została porównana w tekście artykułu z efektywnością usuwania metronidazolu w obecności P25, jednakże na żadnym wykresie nie widzę takich danych. Trudne do interpretacji są również wyniki analizy FTIR przedstawione na Rys. 9 – brakuje chociażby porównania z widmem FTIR dla próbki referencyjnej (np. TiO₂/metronidazol) oraz dyskusji ewentualnego nakładania pasm pochodzących od próbki fotokatalizatora z pasmami pochodzącymi od metronidazolu lub produktów transformacji.

W kolejnej pracy [H4] dr inż. Adam Kubiak zajął się opracowaniem systemu fotokatalitycznego – w tym doboru odpowiedniego źródła promieniowania do typu fotokatalizatora – i zastosowaniu tego układu do usuwania sulfametaksazolu z fazy wodnej. Fotokatalizator typu TiO₂/grafit został otrzymany poprzez

wprowadzenie grafitu do mieszaniny reakcyjnej zawierającej prekursor tytanu i poddanej obróbce mikrofalowej. Jako źródło promieniowania Habilitant zastosował diody LED emitujące promieniowanie z zakresu 365-370, 380-390, 390-410 oraz 410-420 nm. W tym przypadku została podana intensywność promieniowania, która wynosiła 20 W/m². Na podstawie Rys. S3 można wnioskować, że wszystkie typy diod LED były wykorzystane do jednoczesnego naświetlania fotoreaktora (nie wiadomo jednak jak były umieszczone w stosunku do ścian fotoreaktora, jaki kształt miał fotoreaktor i z jakiego materiału był wykonany) – jednakże w tym przypadku widać, że widmo emisji diod LED częściowo pokrywa się z widmem absorpcji fotokatalizatorów. Otrzymane próbki scharakteryzowano pod kątem powierzchniowych właściwości fizykochemicznych (SEM, XRD, powierzchnia BET, XPS, FTIR, EPR, spektroskopia Ramana, spektroskopia UV-Vis). Dla otrzymanych materiałów kompozytowych wyznaczono wartość przerwy wzbronionej (Tabela 3) – co jak pisałam wcześniej – nie ma sensu fizycznego w przypadku kompozytu. Efektywność eliminacji sulfametaksazolu wahała od 99 do prawie 100% po 180 min naświetlania w obecności TiO₂ oraz kompozytu TiO₂/grafit. W tej pracy również nie pokazano jak wygląda efektywność sorpcji modelowej substancji organicznej w czasie podobnym do naświetlania (tj. 180 min), co jest szczególnie istotne w przypadku fotokatalizatorów modyfikowanych węglem. Potwierdzenie tezy, że sulfametaksazol jest degradowany w procesie fotokatalitycznym wymaga przedstawienia wyników procesów referencyjnych – tj. zmiany stężenia sulfametaksazolu oraz ewentualnie zmiany TOC roztworu podczas 180-min procesu prowadzonego w warunkach ciemnych oraz w warunkach naświetlania ale bez fotokatalizatora (fotoliza). W przypadku tego artykułu również została oceniona stabilność otrzymanego fotokatalizatora w 5 cyklach reakcji i tym razem niewielki spadek aktywności (ok 10%) został przypisany stratom fotokatalizatora, związanym z procesem separacji.

Artykuł [H5] jest kontynuacją tych badań, tyle że mikrofalowa metoda otrzymywania TiO₂ została wykorzystana do osadzenia fotokatalizatora na powierzchni filcu węglowego (próbki o wymiarach 3 x 1,5 cm i grubości 0,125; 0,25 oraz 0,5 cala). Próbkę fotokatalizatora umieszczano w 1 dm³ roztworu zawierającego sulfametaksazol, ustalano czas równowagi przez 1 h i następnie naświetlano. Jako źródło promieniowania wykorzystano diody emitujące w zakresie 365-370 oraz 390-405 nm. Otrzymany fotokatalizator został scharakteryzowany z wykorzystaniem SEM, TEM, AFM, XRD, spektroskopii Ramana, UV-Vis oraz PL, XPS. Oceniono również powierzchnię właściwą BET oraz zwilżalność powierzchni (wykorzystując pomiar kąta zwilżania metodą statyczną). Habilitant ponownie wykorzystał metodę Tauc'a do wyznaczenia przerwy wzbronionej TiO₂ osadzonego na powierzchni matrycy węglowej. Nawet jeżeli atomy węgla zostałyby wbudowane do struktury TiO₂ podczas obróbki mikrofalowej, to obecność matrycy węglowej uniemożliwia prawidłowe wyznaczenie wartości E_g z zastosowaniem metody Tauc'a. W tej pracy przedstawiono zarówno efektywność usuwania sulfametaksazolu w obecności badanych fotokatalizatorów, matrycy węglowej jak i w procesie fotolizy. Dane z Rys. 9a wskazują, że próbka T_0.5 (otrzymana na matrycy węglowej o grubości 0,5 cala) wykazuje niższą efektywność usuwania sulfametaksazolu niż próbki otrzymane na cieńszych matrycach węglowych. Trudno

interpretować ten wynik, w związku z tym, że w opisie metodyki testu fotokatalitycznego napisano, że do 1 dm³ roztworu zawierającego 20 mg/dm³ substancji modelowej dodawano jeden kawałek/ część fotokatalizatora (cytując dosłownie „one part of photocatalyst”) i układ homogenizowano. Czy to oznacza że filc węglowy uległ dezintegracji?

W pracy [H6] przedyskutowano wpływ modyfikacji itrem na właściwości TiO₂ (0,15; 0,5; 1; 1,5 oraz 2% wag.) otrzymywanego zarówno metodą mikrofalową jak i hydrotermalną. Podobnie jak w przypadku wcześniejszych prac, otrzymane próbki zostały scharakteryzowane pod kątem właściwości powierzchniowych oraz przebadane w reakcji degradacji karbamazepiny. Źródłem promieniowania były diody LED ($\lambda \sim 395$ nm). Analizy XRD i XPS potwierdziły, że itr nie został wprowadzony do sieci krystalicznej tlenku tytanu(IV). Potwierdzają to m.in. dyfraktogramy (Rys. 1) – brak przesunięcia refleksów – oraz stałe sieciowe podane w Tabeli 1. Podstawienie jonu Y³⁺ (o większym promieniu jonowym) w miejscu jonu Ti⁴⁺ powinno skutkować zmianą parametrów sieci krystalicznej, czego nie zaobserwowano. Stąd itr prawdopodobnie występuje w formie tlenku itru(III), co jest wskazane w dyskusji wyników artykułu [H6] ale jednocześnie zarówno w dalszej części artykułu jak i w Autoreferacie Habilitant omawiając pracę [H6] pisze, że „*zwiększona efektywność tych materiałów (otrzymanych metodą mikrofalową) wynikała z bardziej skutecznego wbudowania domieszek do sieci krystalicznej TiO₂...*”. W pracy brakuje mi również informacji dotyczących ewentualnej zawartości azotu i węgla, pochodzących z mocznika wprowadzanego podczas preparatyki fotokatalizatorów – tym bardziej z opisu metody otrzymywania wynika, że próbki nie były poddawane kalcynacji.

W Tabeli 1 najprawdopodobniej błędna jest wartość stałej $c = 5,5281 \text{ Å}$ dla próbki H_TiO₂ – całkowicie odbiegająca od wartości dla pozostałych próbek. Wyniki badań przedstawione na Rys. 5, wskazują że karbamazepina jest usuwana z roztworu w ok. 60-70% w obecności niemodyfikowanego TiO₂ (otrzymanego odpowiednio metodą hydrotermalną oraz mikrofalową), podczas gdy modyfikacja 1% wag. itru zwiększała efektywność usuwania karbamazepiny do 91 i 95% (otrzymanego odpowiednio metodą hydrotermalną oraz mikrofalową). W tym przypadku nie przedstawiono również zmian stężenia w czasie 240 min naświetlania karbamazepiny bez obecności fotokatalizatora (fotoliza), ani wyników sorpcji na powierzchni TiO₂ w procesie dłuższym niż 30 min. Jednocześnie na podstawie danych zawartych w pracy - tj. widm DRS otrzymanych fotokatalizatorów oraz informacji o długości fali emitowanej przez zastosowane diody LED – można stwierdzić, że fotokatalizator nie powinien być efektywnie wzbudzany.

Kolejna praca [H7] dotyczy wpływu temperatury na właściwości fizykochemiczne TiO₂ otrzymanego metodą mikrofalową (jest kontynuacją pracy [H3]) i zastosowania otrzymanych materiałów do usuwania kwasu mrówkowego w procesie fotokatalitycznym oraz do konstrukcji ogniów barwnikowych. Tym razem jako źródło promieniowania zastosowano diody LED emitujące w zakresie 360 – 410 nm, a fotoreaktor stanowił kwarcowy walec o obj. 60 ml. Po raz kolejny nie przedstawiono jednak wyników naświetlania kwasu mrówkowego bez obecności fotokatalizatora – co powinno jednak stanowić standard w pracach fotokatalitycznych, nawet w

przypadku tak stabilnej cząsteczki. W pracy tej wykazano, że nanocząstki TiO_2 otrzymywane w temperaturze 200°C wykazują najwyższą efektywność w procesie usuwania kwasu mrówkowego oraz, że nanocząstki TiO_2 otrzymywane w temperaturze 100°C osiągają najwyższą sprawność fotokonwersji wynoszącą 5,33%, wynikającą z wysokiej gęstości fotoprądu ($12,2 \text{ mA/cm}^2$).

Badania dotyczące usuwania karbamazepiny z wykorzystaniem nowatorskiego fotoreaktora, wyposażonego w diody LED emitujące promieniowanie o widmie zbliżonym do słonecznego i wyposażonego w automatyczną regulację intensywności oświetlenia (co pozwalało na bieżące dostosowanie promieniowania LED do aktualnych warunków oświetleniowych) zostały opisane w pracy [H8]. Jako fotokatalizator zastosowano TiO_2 modyfikowany węglem otrzymany metodą zol-żel. Przeprowadzone testy wykazały, że w warunkach naturalnego nasłonecznienia średnia efektywność usuwania karbamazepiny wyniosła około 90% po 6 godzinach prowadzenia procesu, natomiast zastosowanie zaprojektowanego reaktora LED-IoT pozwoliło na usunięcie ok. 95% substancji macierzystej w tym samym czasie.

Nowatorski fotoreaktor był rozwijany i testowany w kolejnych pracach, tj. [H9] i [H10]. Osadzenie fotokatalizatora na filcu z włókien węglowych, umożliwiło skonstruowanie układu przepływowego (z recyrkulacją roztworu) [H9]. Krążki filcu węglowego o średnicy 9 cm pokryto warstwą TiO_2 wykorzystując proces hydrotermalny. Fotoreaktor o obj. 1 dm^3 naświetlano diodami LED emitującymi promieniowanie o długości fali 365, 380, 380 oraz 410 nm. Układ zastosowano do usuwania diklofenaku z fazy wodnej a także do oczyszczania ścieków rzeczywistych (oczyszczalnia ścieków, Chwałków) wzbogacanych diklofenakiem. W pracy brakuje mi informacji dotyczącej właściwości sorpcyjnych porowatego materiału z włókien węglowych modyfikowanych powierzchniowo TiO_2 , tym bardziej że wnioskuje na podstawie schematu układu przedstawionego na Rys. 1 – znaczna część powierzchni fotokatalitycznej była nieoświetlona. Pośrednia ocena sorpcji diklofenaku oraz produktów degradacji została wykonana z wykorzystaniem techniki XPS – co jest trudne do interpretacji – m.in. ze względu na punktowy charakter badań. Badania wykazały, że wzrost natężenia przepływu oczyszczanego roztworu z 1 do $10 \text{ dm}^3/\text{h}$ powoduje wzrost efektywności usuwania diklofenaku, jednakże dalszy wzrost natężenia przepływu (50, 80 i $120 \text{ dm}^3/\text{h}$) powoduje spadek efektywności procesu, co Kandydat tłumaczy krótszym czasem zatrzymania (kontaktu z fotokatalizatorem). Wzrost prędkości przepływu powodował też usuwanie cząstek TiO_2 z powierzchni matrycy (potwierdzono na podstawie obserwacji mikroskopowych). Tu warto było wykorzystać analizę ICP do oceny zawartości TiO_2 w mieszaninie poreakcyjnej. W przypadku ścieków rzeczywistych efektywność usuwania diklofenaku była niższa i zależała od tego, z jakiego etapu oczyszczania ścieków pochodziły próbki. W pracy tej zabrakło mi charakterystyki ścieków stosowanych do badań. Z kolei TiO_2 osadzony na gąbce węglowej (o średnicy 6 cm i grubości 2,5 cm) został wykorzystany w systemie kaskadowym do oczyszczania ścieków szpitalnych zawierających farmaceutyki [H10]. W pracy tej najpierw przeanalizowano wpływ liczby stopni kaskady, grubości złoża fotokatalitycznego oraz różnych prędkości przepływu roztworu na efektywność usuwania

sulfametoksazolu a następnie przetestowano efektywność oczyszczania ścieków szpitalnych, sztucznie wzbogaconych wybranymi farmaceutykami. W przypadku tej pracy, efektywność oczyszczania oceniano na podstawie zmiany stężenia substancji modelowych a także na podstawie zmiany wartości ChZT. Zbadano również wpływów obecności wybranych jonów (takich jak SO_4^{2-} , NO_3^- , Cl^- , PO_4^{3-}) na efektywność procesu. Ewentualną sorpcję zanieczyszczeń i ich produktów degradacji oceniano na podstawie analizy FTIR i XPS powierzchni fotokatalizatora po procesie. W mojej opinii, efektywność sorpcji powinna być oceniana na podstawie zmiany stężenia substancji modelowych w testach długoterminowych dla różnych prędkości przepływu.

W ostatniej pracy [H11] fotokatalizator w postaci TiO_2 modyfikowanego zredukowanym tlenkiem grafenu (otrzymany metodą mikrofalową) został wykorzystany do usuwania metronidazolu. Do naświetlania wykorzystano diody LED emitujące odpowiednio promieniowanie o długości fali 365, 380, 400 i 420 nm. Zawieszinę zawierającą TiO_2 -rGO naświetlano promieniowaniem monochromatycznym lub z wykorzystaniem wszystkich w.w. diod LED. Podobnie jak we wcześniejszych pracach, Habilitant wyznaczył wartość przerwy wzbronionej dla układów kompozytowych (TiO_2 -tlenek grafenu). W tej pracy nie pokazano również jaki procent metronidazolu jest ewentualnie usuwany w wyniku bezpośredniej fotolizy.

Reasumując, przedstawione osiągnięcie stanowi jedenaście prac dotyczących otrzymywania tlenku tytanu(IV) z wykorzystaniem metody mikrofalowej, hydrotermalnej oraz zol-żel (w postaci proszku, połączonego z grafitem, osadzanego na matrycach węglowych) i testowanego w połączeniu z różnymi źródłami promieniowania (lampa rtęciowa i diody LED) do usuwania substancji organicznych. Dodatkowo w pracach [H8-H10] opisano nowe rozwiązania dotyczące fotoreaktorów do oczyszczania fazy wodnej i w mojej ocenie jest to najważniejsze osiągnięcie Habilitanta. Artykuły dotyczące otrzymywania fotokatalizatorów w postaci proszków nie wykazują wysokiego poziomu nowości naukowej. Prace te charakteryzują się powtarzalnym, schematycznym układem oraz zawierają istotne niedociągnięcia metodyczne, w tym m.in. brak odpowiednich badań kontrolnych, niepełną charakterystykę materiałów czy niewystarczające uzasadnienie przyjętych parametrów eksperymentalnych.

Najważniejsze uwagi dotyczące tych prac, to:

1. Zastosowanie metody mikrofalowej nie stanowi nowości – sam Habilitant wskazuje w pracy [H1], że badania w tym zakresie były prowadzone już w roku 1985. W przedstawionym cyklu publikacji brakuje mi jednoznacznego wskazania, co w odniesieniu do aktualnego stanu wiedzy stanowi element innowacyjny w zakresie stosowanej preparatyki;
2. W pracach brakuje wielu szczegółów dotyczących stosowanych metod badawczych;

3. Wprowadzenia we wszystkich artykułach mają charakter ogólnikowy – brakuje w nich przeglądu kluczowych publikacji naukowych, które prezentowałyby aktualny stan wiedzy oraz identyfikowały istniejące luki badawcze, stanowiące podstawę do zaplanowania własnych działań;
4. W pracach powtarzają się podobne błędy metodyczne, co znacząco obniża ich wartość poznawczą.

Niedosyt budzi również autorskie omówienie osiągnięć stanowiących podstawę postępowania habilitacyjnego, w szczególności:

1. Bardzo ogólnikowo przedstawiono stan wiedzy w zakresie prowadzonych badań;
2. Zgodnie z hipotezą drugą, celem było domieszkowanie TiO_2 atomami węgla. Tymczasem w publikacji [H4] opisano modyfikację grafitem a w pracy [H11] modyfikację zredukowanym tlenkiem grafenu – co oznacza dodanie drugiej fazy a nie wprowadzenie atomów domieszki do sieci krystalicznej. Analizy XPS i spektroskopia Ramana nie wykazują cech typowych dla domieszkowania strukturalnego. W związku z tym, opisywane materiały należy klasyfikować jako materiały modyfikowane lub kompozytowe, a nie domieszkowane;
3. Trzecia hipoteza badawcza zakłada zastosowanie źródeł światła LED o spektrum emisji dopasowanym do charakterystyki absorpcyjnej fotokatalizatora – jednakże jest to niezgodne z danymi przedstawionymi w pracach [H2] i [H3].

4. Ocena aktywności naukowej w więcej niż jednej uczelni, instytucji naukowej lub instytucji kultury, w szczególności zagranicznej

Kandydat prowadził pracę naukową do uzyskania stopnia doktora na Politechnice Poznańskiej, a następnie również na tej uczelni realizował staż podoktorski w projekcie kierowanym przez prof. Piotra Krawczyka. W tym projekcie dr inż. Kubiak realizował prace dotyczące elektrochemicznego utleniania metanolu. Efektem tych prac jest 16 artykułów, w których dr Kubiak jest współautorem. Po zakończeniu pracy na Politechnice Poznańskiej, Kandydat rozpoczął pracę na Wydziale Chemii Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu, gdzie najpierw pełnił rolę wykonawcy w projekcie „*Tailoring flavins for organic photocatalysis*” pod kierownictwem prof. Marka Sikorskiego, a następnie w projekcie „Hybrydowe materiały polioksazolinowe z odciskiem molekularnym jako zmiatające sondy molekularne stosowane w szybkiej analizie w wykorzystaniem spektrometrii mas z jonizacją w warunkach otoczenia” pod kierownictwem dr hab. Michała Cegłowskiego, prof. UAM. Wynikiem tych prac były 3 oraz 12 artykułów (odpowiednio w przypadku pierwszego i drugiego projektu). W chwili obecnej dr inż. Kubiak jest kierownikiem projektu finansowanego przez NCN w programie SONATA. Podczas zatrudnienia na Uniwersytecie im. Adama Mickiewicza w Poznaniu Kandydat odbył trzy krótkoterminowe staże naukowe we Włoszech – w tym w zespole prof. Gianluca Li Puma oraz w zespole prof. Eleny Selli. Podczas stażu na Uniwersytecie w Mediolanie Kandydat zajmował się procesem fotoosadzania

metali szlachetnych na powierzchni TiO_2 a wyniki tych prac zostały opublikowane w *Arabian Journal of Chemistry*.

W roku 2021 Habilitant był edytorem gościnnym w wydaniu specjalnym w czasopiśmie *Crystals* (tytuł wydania specjalnego: *Metal Oxide-Based Photocatalysts – from Synthesis to Applications*).

Działalność naukowa obejmuje również współpracę z grupą badawczą prof. Pietrzyka z Uniwersytetu Jagiellońskiego oraz z zespołem dr Ewy Kowalskiej z Uniwersytetu Jagiellońskiego.

W związku z tym, Kandydat spełnia przesłankę w zakresie aktywności naukowej w więcej niż jednej uczelni, o której mowa w art. 219 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2024. poz 1571).

5. Ocena pozostałej działalności Kandydata

Działalność dydaktyczna dr inż. Kubiaka obejmowała opiekę w przewodzie doktorskim p. Aleksandry Bartkowiak (w charakterze promotora pomocniczego).

Od roku 2023 Habilitant pełnił rolę kierownika w dwóch projektach badawczych (MINIATURA oraz SONATA).

W ramach popularyzowania nauki przygotowywał i prowadził warsztaty i zajęcia laboratoryjne m.in. podczas Poznańskiego Festiwalu Nauki i Sztuki czy Nocy Naukowców (2016 – 2019) a także prowadził zajęcia popularyzujące naukę dla uczniów szkół podstawowych oraz licealistów.

Habilitant współpracuje z dwoma podmiotami gospodarczymi: Lena Lighting S.A. oraz MPCWiK Sp. z o.o.

6. Podsumowanie oraz wniosek końcowy

Na podstawie przeprowadzonej oceny całokształtu osiągnięć naukowych Pana dr inż. Adama Jakuba Kubiaka, a w szczególności ilościowych danych naukowo-metrycznych, można by ocenić, że mieszczą się w ramach wymagań stawianych kandydatom do uzyskania stopnia doktora habilitowanego. Jednakże analizując przedstawiony do recenzji cykl jedenastu publikacji – stanowiący podstawę postępowania habilitacyjnego, stwierdzam, że pomimo obszernego całościowego dorobku naukowego, przedstawiony do oceny cykl publikacji trudno uznać za znaczący wkład w rozwój dyscypliny nauki chemicznej. Powyższa ocena wynika przede wszystkim z istnienia poważnych błędów merytorycznych w pracach oryginalnych prezentowanego cyklu habilitacyjnego.

Uwzględniając powyższe a także wymogi i wytyczne określone w art. 219 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2024. poz 1571) stawiane kandydatom do uzyskania stopnia naukowego doktora habilitowanego uważam, że wniosek Pana dr inż. Adama Kubiaka jest niewystarczający

– w mojej opinii przedwczesny. W związku z powyższym wyrażam opinię negatywną odnośnie nadania Kandydatowi stopnia doktora habilitowanego.