

Recenzja Rozprawy Doktorskiej

Tytuł: Opracowanie technologii wytwarzania innowacyjnych środków do pielęgnacji i nabłyszczania powierzchni na bazie funkcyjnych polisiloksanów

Autor: mgr Adam Bętlewski

Promotor: prof. dr hab. Izabela Nowak

Rozprawa doktorska autorstwa mgra Adama Bętlewskiego powstała pod kierunkiem Prof. dr hab. Izabeli Nowak – Kierownika Zakładu Chemii Stosowanej Wydziału Chemii Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu. Praca doktorska została zrealizowana w ramach programu „Doktorat wdrożeniowy” finansowanego przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego.

Recenzję rozprawy doktorskiej pt. „Opracowanie technologii wytwarzania innowacyjnych środków do pielęgnacji i nabłyszczania powierzchni na bazie funkcyjnych polisiloksanów” autorstwa mgra Adama Bętlewskiego opracowałam na podstawie pisma otrzymanego od Pana Dziekana Wydziału Chemii Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu, prof. dra hab. Macieja Kubickiego. Postępowanie przewodu doktorskiego procedowane jest zgodnie z uchwałą Rady Naukowej Dyscypliny Nauki Chemiczne Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu. Recenzję rozprawy doktorskiej wykonałam zgodnie z wymogami ustawy Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. 2018 r. poz. 1669, z późniejszymi zmianami). Zgodnie z treścią tej ustawy rozprawa doktorska powinna stanowić oryginalne rozwiązanie problemu naukowego oraz wykazywać głęboką wiedzę Kandydata w danej dyscyplinie naukowej, a także Kandydat powinien posiadać umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej.

Recenzowana rozprawa doktorska stanowi wartościowe studium podejmujące istotny i ważny problem naukowy dotyczący opracowania innowacyjnych preparatów do pielęgnacji i nabłyszczania powierzchni, które bazują na funkcjonalnych polisiloksanach i naturalnych woskach. Problematyka badawcza podjęta przez Kandydata jest niezwykle interesująca i istotna zarówno z naukowego punktu widzenia, jak i pod kątem praktycznego

zastosowania uzyskanych innowacyjnych produktów, które łączą wysoką funkcjonalność, estetykę oraz trwałość użytkowania. Fundamentem sukcesu przedsiębiorstw jest głównie wprowadzanie na rynek szeregu innowacyjnych produktów. Właściwie ukierunkowana innowacja produktowa stanowi podstawowy czynnik, który może zwiększyć ich atrakcyjność rynkową, a także może wpłynąć na zachowania nabywcze konsumentów na całym świecie. Na tej podstawie stwierdzam, że wybór tematyki badawczej jaką proponuje Kandydat jest jak najbardziej trafny, a zarazem szczególnie cenny zarówno w aspekcie naukowym, technologicznym jak i aplikacyjnym. W mojej opinii tytuł dysertacji doktorskiej jest jasno sformułowany i w pełni oddaje jej treść.

Recenzowana rozprawa doktorska zawiera 126 stron, a w jej skład wchodzi: streszczenie w języku polskim i angielskim, spis skrótów, wstęp, część teoretyczna, cel pracy, opis metodyki badań, wyniki i wnioski, wnioski końcowe oraz literatura. W części teoretycznej pracy Kandydat wprowadza czytelnika w świat wosków naturalnych i zarazem wykorzystania ich w zabezpieczaniu powierzchni; opisuje najważniejszą grupę związków krzemooorganicznych wśród których wyróżnić można polisiloksany, potocznie nazywane "silikonami", a także Kandydat sporą część uwagi poświęcił takim zagadnieniom jak: efekt hydrofobizacji powierzchni; trwałość warstw zabezpieczających powierzchnie czy metody badania połysku oraz poślizgu. Część literaturowa została opracowana na podstawie literatury przedmiotu. W tym celu Kandydat wykorzystał dość bogatą literaturę przedmiotu zawierającą zgodnie ze spisem literatury 191 pozycje bibliograficzne, z czego większość pozycji pochodzi z renomowanych czasopism o zasięgu międzynarodowym (np. „Materials Today”, “Chemical Engineering Journal”, “Advanced Functional Materials” czy “Journal of the American Chemical Society”). Na tej podstawie można wyciągnąć wniosek, że Kandydat dzięki wykorzystaniu specjalistycznej i aktualnej bibliografii z zakresu chemii organicznej i fizycznej inżynierii chemicznej, inżynierii powierzchni czy inżynierii materiałowej opisał aktualny stan wiedzy poruszany w poszczególnych rozdziałach rozprawy doktorskiej. W mojej opinii część literaturowa została przygotowana poprawnie i oceniam jej zawartość bardzo pozytywnie.

W kolejnej części dysertacji doktorskiej Kandydat sformułował cel pracy oraz problemy badawcze. Za główny cel pracy Pan mgr Adam Bętlewski postawił sobie

opracowanie technologii wytwarzania innowacyjnych środków do pielęgnacji i nabłyszczania powierzchni na bazie funkcjonalnych polisiloksanów i naturalnych wosków, a w kolejnym kroku przygotowanie do wdrożenia ich na rynek konsumencki. Główny cel pracy został zrealizowany przez odpowiednio dobrane cele cząstkowe. W mojej opinii cel pracy jaki postawił sobie Kandydat jest ambitny i zarazem przydatny dla rozwoju zaawansowanych preparatów do pielęgnacji powierzchni. Główny cel pracy oraz cele szczegółowe zostały prawidłowo sformułowane, a ich realizacja w trakcie prowadzenia postępu prac badawczych wymagała od Kandydata wiedzy i dużych umiejętności analitycznych oraz stanowi niewątpliwie cenny wkład w rozwój tej dziedziny wiedzy. Aby zrealizować postawiony w dysertacji doktorskiej cel pracy Pan mgr Adam Bętlewski w pierwszej kolejności zbadał właściwości fizykochemiczne roztworów wosków naturalnych (pszczeli, Carnauba i z otrębów ryżowych) w połączeniu z dodatkami polisiloksanowymi, tzn. przeprowadził analizę: 1) temperatury topnienia/płynięcia wosków; 2) analizę gęstości; 3) ocenił rozpuszczalność; 4) zbadał lepkość; 5) zbadał hydrofobowość powierzchni; 6) ocenił połysk; czy 7) poślizg. Z kolei analizę składu chemicznego badanych wosków Kandydat przeprowadził z zastosowaniem techniki FTIR (Varian FTIR) dzięki której zidentyfikował grupy funkcyjne obecne w próbkach co przełożyło się na lepsze wyjaśnienie właściwości reologicznych oraz adhezyjnych wosków. Na podstawie otrzymanych wyników Kandydat ocenił także wpływ wosków naturalnych na takie parametry użytkowe jak: połysk, trwałość warstwy, efekty hydrofobowe i antypoślizgowe. Z kolei otrzymane warstwy zabezpieczające zostały zbadane pod kątem właściwości morfologicznych powierzchni w celu identyfikacji wad, pęknięć czy porowatości, a technika EDS pozwoliła na identyfikację pierwiastków i analizy rozkładu ich stężenia na powierzchni próbki.

Na podstawie otrzymanych wyników badań można wyciągnąć wniosek, że roztwór wosku pszczelego w terpentynie bezzapachowej oraz w benzynie lakowej może stanowić bazę pod zastosowania przemysłowe opracowanych preparatów ze względu na największą przydatność, dostępność oraz przede wszystkim biorąc pod uwagę czynniki ekonomiczne. Jednakże stosowanie roztworu wosku pszczelego ma swoje ograniczenia i do zastosowań aerozolowych jego stężenie nie powinno przekraczać 15 % wag. ze względu na lepkość. Z kolei

z otrzymanych wyników badań dotyczących oceny wpływu takich związków jak: metylosiloksany, alkilosiloksany, fluorosiloksany, fenylosiloksany, aminosiloksany, pochodne cukrowe siloksanów oraz pochodne etoksyloowane na zdolności do oddziaływania z podłożem w celu stworzenia pożądanej warstwy ochronnej Kandydat stwierdził, że liniowe polisiloksany z reaktywnymi grupami funkcyjnymi metakryloksyłowymi lub aminowymi w łańcuchu bocznym są najlepszymi dodatkami. Sytuacja taka ma miejsce ze względu na fakt, że znajdujące się grupy funkcyjne (metakryloksyłowe lub aminowe) w polisiloksanach posiadają zdolność do oddziaływania z centrami aktywnymi podłoża tworząc tym samym pożądaną warstwę ochronną. Badania dotyczące właściwości morfologicznych i strukturalnych podłoża drewnianego jednoznacznie wykazały, że pokrycie powierzchni drewnem surowym wykazuje wysoką porowatość, a tym samym niejednorodne rozłożenie preparatów ochronnych w przeciwieństwie do pokrycia powierzchni drewnianej lakierowanej, gdzie preparaty ochronne jednorodnie pokrywają daną powierzchnię. Na tej podstawie można wyciągnąć wniosek, że drewno lakierowane zapewnia zdecydowanie lepszą bazę dla preparatów ochronnych, ze względu na uzyskanie bardziej jednolitej i ciągłej warstwy ochronnej. Z przebadanych preparatów okazało się, że preparat PIV [skład: воск pszczeli (15 % wag); terpentyna (10 % wag); benzyna lakowa (70 % wag); BLUESIL FLD EXTRASOFT (5 % wag)] tworzy bardziej jednorodną warstwę na lakierowanym drewnie w przeciwieństwie do PVIII [skład: воск pszczeli (15 % wag); terpentyna (10 % wag); benzyna lakowa (70 % wag); TEGO® Polish Additiv C 3191 (5 % wag)], co oznacza, że preparat PIV lepiej wiąże się z powierzchnią i zapewnia w większym stopniu lepszą ochronę. Co ważne, preparat PIV zastosowany zarówno na powierzchnię pokrytą drewnem surowym jak i lakierowanym nie zmienia istotnie właściwości hydrofobowych drewna, a powłoka nadal wykazuje wysoką odporność na zwilżanie. Z kolei preparat PVIII nie tworzy skutecznej warstwy ochronnej ze względu na bardzo dobre wchłanianie wody na powierzchni pokrytej drewnem surowym i dobre wchłanianie wody na powierzchni pokrytej drewnem lakierowanym (w ciągu 1 minuty). W kolejnym etapie badań Kandydat opracował technologię konfekcjonowania w aerozole, analizę kompatybilności formulacji z opakowaniami oraz dobór propelenty i systemy rozpylające. Na podstawie otrzymanych wyników badań Kandydat stwierdził, że ciśnienie

zaproponowanego opakowania aerozolowego w temperaturze pokojowej powinno zawierać się w przedziale 4,3-4,5 PSI ze względu na równomierny rozpył, a zarazem na bezpieczne przechowywanie i transport.

Rolą recenzenta jest nie tylko ocena oryginalności rozwiązań określonego problemu naukowego, ogólnej wiedzy teoretycznej jak i praktycznej Doktoranta, ale także krytyczne spojrzenie na pracę poprzez dodanie komentarzy/sugestii czy uwag. W mojej opinii prezentowana dysertacja doktorska nie zwiera błędów merytorycznych czy kontrowersyjnych sformułowań. Zawiera jedynie drobne usterki tekstu w postaci literówek (np. na stronie 69 Autor pisze: „*terpentyna balsamicznej*”, a powinno być „*terpentyna balsamiczna*”, czy też nadmiarowych spacji. Poniżej zestawiałam swoje komentarze/sugestie/uwagi i zwracam się do Kandydata o ustosunkowanie się do nich podczas publicznej obrony dysertacji doktorskiej.

- 1) Strona 30, Autor pisze: „*Chociaż ta równowaga pierścienia/łańcucha jest wystarczająco powolna, aby można ją było zignorować, można ją przyspieszyć do celów syntezy, stosując katalizę kwasową lub zasadową^[90].*” W mojej opinii warto w tym miejscu odnieść się do literatury przedmiotu i dodać warunki w jakich w tym przypadku można zastosować katalizę zasadową lub kwasową.
- 2) Strona 30, Autor pisze: „*Każde rozcieńczenie mieszaniny reakcyjnej faworyzuje małe pierścienie kosztem wyższego polimeru.*” Brakuje mi w tym miejscu uzasadnienia odwołującego się do zasad termodynamiki i wpływu stężenia na równowagę procesu cyklizacji.
- 3) W rozdziale 4.1. (Materiały stosowane w pracy) brakuje mi informacji na temat czystości zastosowanych wosków wyrażonej w % masowych.
- 4) Strona 82, Autor pisze: „*W próbcie z 1–3% połysk zanika po wyschnięciu, co oznacza, że składnik ten nie wpływa na właściwości optyczne powłoki w tych ilościach.*” Jaka była zastosowana skala połysku ?
- 5) Strona 83, Autor pisze: „*W całym zakresie stężeń BEAUSIL AMO 902 krople wody rozlewają się po powierzchni, co oznacza, że składnik ten nie wykazuje istotnych właściwości hydrofobowych i nie zwiększa odporności powłoki na wilgoć.*” Jakie zostały zastosowane kryteria oceny hydrofobowości ?

- 6) Strona 83, Autor pisze: „*W próbkach z 1% BEAUSIL AMO 902 warstwa zanika po 10 potarciach. Przy 2–3% trwałość wzrasta do 15 potarć, co sugeruje stopniową poprawę kohezji warstwy, choć nadal nie jest to wynik znaczący.*” W mojej opinii warto wyjaśnić, co oznacza „*nie jest to wynik znaczący*” np. w odniesieniu do oczekiwanych wartości lub porównania z innymi składnikami.
- 7) Strona 88, Autor pisze: „*Warto zauważyć, że w przypadku dodatku modyfikowanego grupą fenylową polydimetylosiloksanu pojawiło się rozwarstwienie prób w czasie.*” Nie do końca rozumiem to stwierdzenie, co dokładnie ulega rozwarstwieniu ? fazy składników, struktura powłoki ? i w jakich warunkach ?

Wymienione powyżej komentarze/sugestie/uwagi nie umniejszają w żadnym stopniu merytorycznej wartości poznawczej pracy. Warto również zauważyć, że prezentowana dysertacja doktorska posiada w pełni przejrzysty układ, została przygotowana bardzo dobrze zarówno pod względem edytorskim, jak i językowym. W pracy Kandydat zawarł liczne rysunki, schematy i tabele, które z jednej strony w dużej mierze wzbogacają wizualnie dysertację, a z drugiej strony zdecydowanie ułatwiają zrozumienie prezentowanego toku rozumowania przebiegu prac, a także wzorowo dokumentują uzyskane wyniki.

Podsumowując stwierdzam, że wyniki zawarte w dysertacji doktorskiej dostarczają nowych, oryginalnych a zarazem ciekawych wyników badań, dzięki którym Kandydat mógł ocenić skuteczność opracowanych preparatów w rzeczywistych warunkach, a także ich stabilność. W mojej opinii założony cel pracy został zrealizowany poprzez opracowanie procesu wytwarzania innowacyjnych środków do pielęgnacji i nabłyszczania powierzchni z wykorzystaniem polisiloksanów na skalę póltechniczną, dzięki czemu możliwe jest wdrożenie opracowanych rozwiązań do produkcji przemysłowej. Chciałam też zwrócić uwagę na fakt, że Kandydat wykazał odpowiedni poziom wiedzy w zakresie przedstawionej problematyki badawczej, a także dowiódł, że posiada umiejętność samodzielnego stworzenia warsztatu badawczego poprzez formułowanie problemów naukowych czy też planowanie poszczególnych etapów eksperymentów w celu rozwiązania postawionych problemów. Kandydat w sposób zadawalający przedstawił końcowe rezultaty projektu co dowodzi dużej

Jego dojrzałości naukowej, a co za tym poprawne zrealizowanie założonych celów naukowych, jakie zaplanował w ramach doktoratu wdrożeniowego.

Reasumując stwierdzam jednoznacznie, że dysertacja doktorska autorstwa Pana mgra Adama Bętlewskiego pt. „Opracowanie technologii wytwarzania innowacyjnych środków do pielęgnacji i nabłyszczania powierzchni na bazie funkcyjnych polisiloksanów” spełnia wymagania ustawy Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. 2018 r. poz. 1669, z późniejszymi zmianami). Na tej podstawie wnioskuję do Rady Naukowej Dyscypliny Nauki Chemiczne Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu o dopuszczenie Pana mgra Adama Bętlewskiego do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

**Kierownik Pracowni
Materiałów i Procesów Katalitycznych
Katedra Technologii Środowiska**



dr hab. Dagmara Jacewicz, prof. UG