UNIWERSYTET IM. ADAMA MICKIEWICZA W POZNANIU
Wydział Chemii
Zakład Chemii Stosowanej

RECENZJA

pracy doktorskiej Pani mgr inż. **Edyty Monasterskiej**
p.t.: „**Opracowanie innowacyjnych technologii otrzymywania produktów na bazie aldehydu izomasłowego**"
przygotowanej na Politechnice Śląskiej
pod kierunkiem Promotora pracy: **prof. dr hab. inż. Anny Chrobok**
oraz Promotora pomocniczego – **dr inż. Agnieszki Siewniak.**
Opiekun z ramienia firmy, gdzie realizowany był doktorat wdrożeniowy:
dr Ewa Pankalla

Współczesny przemysł, w szczególności przemysł chemiczny stają przed wyzwaniami związanymi z poszukiwaniem nowych, zrównoważonych źródeł surowców oraz „zielonych" i zrównoważonych metod przeróbki już istniejących. Aldehyd masłowy i izomasłowy, główne półprodukty syntezy oxo na bazie propylenu, są kluczowymi surowcami stosowanym w syntezie szeregu związków chemicznych w ramach Grupy Azoty ZAK S.A. Glikol neopentylowy (NPG), wytwarzany z aldehydu izomasłowego, jest kluczowym surowcem stosowanym w syntezie szeregu związków chemicznych, w tym aldehydu hydroksypiwalowego oraz jego estrów (część jawna pracy). Jego unikalne właściwości, takie jak wysoka stabilność termiczna i odporność na hydrolizę, sprawiają, że znajduje szerokie zastosowanie w przemyśle chemicznym, zwłaszcza w produkcji żywic, lakierów i tworzyw sztucznych. W związku z rosnącym zapotrzebowaniem na produkty pochodne NPG, konieczna staje się szczegółowa analiza rynkowa jego dostępności oraz możliwości zastosowania syntezowanych estrów (część jawna pracy).

Recenzowana praca doktorska leży w zakresie badań prowadzonych przez Panią prof. dr hab. inż. Annę Chrobok – Promotor przedkładanej rozprawy doktorskiej, tj. w dziedzinie technologii chemicznej organicznej. Jej zainteresowania naukowe obejmują m.in. lekką syntezę organiczną, procesy utleniania alkoholi i ketonów do laktonów, wykorzystanie cieczy jonowych w syntezie organicznej oraz katalizę enzymatyczną. Profesor Anna Chrobok kieruje grupą badawczą, która opracowuje nowatorskie katalizatory

ul. Uniwersytetu Poznańskiego 8, Collegium Chemicum, 61-614 Poznań
NIP 777 00 06 350, REGON 00001293
nowakiza@amu.edu.pl
te. 61 829 1580
www.chemia.amu.edu.pl

dedykowane dla przemysłu chemicznego, niezbędne przy projektowaniu zrównoważonych technologii przyjaznych dla środowiska.

Promotorem ze strony firmy – Grupa Azoty ZAK – była Pani dr Ewa Pankalla. Wszystkie cztery Panie są współautorkami dwóch prac z zakresu tematyki przedłożonej pracy doktorskiej, a opublikowanych w *Molecules* w roku 2022 (DOI: 10.3390/molecules27196459) i 2021 (10.3390/molecules26195822) oraz w *Przemyśle Chemicznym* (10.15199/62.2021.1.6), a także jednego patentu PL242802 (https://api-ewyszukiwarka.pue.uprp.gov.pl/api/collection/49ab4b50bbd287914b8f3c76a7dd0bdc). Dodatkowo mgr inż. Edyta Monasterska jest współautorką trzech innych patentów oraz jednej prezentacji konferencyjnej. Kandydatka do stopnia naukowe doktora jest zatem obeznana z metodami upowszechniania rezultatów badań w formie publikacji naukowych oraz procesu patentowania wyników badań.

Opracowanie doktorskie zostało podzielone na dwie części: jawną i niejawną. W części jawnej (55 stron, https://bip.polsl.pl/nadania_dr/edyta-monasterska/) zawarto przegląd literatury dotyczący metod syntezy aldehydu hydroksypiwalowego oraz glikolu neopentylowego, a także przeanalizowano zastosowanie cieczy jonowych w procesie estryfikacji.

W zakresie omówienia wyników badań w części jawnej przedstawiono podstawowe badania nad procesem krzyżowej kondensacji aldolowej aldehydu izomasłowego z formaldehydem, wykorzystując immobilizowany katalizator przeniesienia międzyfazowego (na bazie katalizatora przejścia fazowego (PT), tj. poli(glikolu etylenowego), osadzonego na polimerowym nośniku usieciowanym diwinylobenzenem.

Przedstawiona, do recenzji rozprawa doktorska w wersji niejawnej ma strukturę klasyczną, napisana została w języku polskim, liczy 115 stron i została podzielona na siedem głównych rozdziałów: Wykaz stosowanych skrótów, Wstęp i Cel pracy, Cześć literaturowa, Omówienie wyników badań, Część doświadczalna (opis metodyki), Podsumowanie i wnioski oraz Bibliografia, która liczy 105 pozycji obejmujących głównie literaturę z ostatnich 20 lat. Dopełnieniem całości rozprawy jest dorobek naukowy Doktorantki.

W części tajnej opisano dodatkowo (w porównaniu do części jawnej) wyniki badań nad procesem kondensacji aldolowej z zastosowaniem katalizatora przeniesienia międzyfazowego poli(glikolu etylenowego), a następnie przeskalowano ten proces do skali 10 litrów. Ta część pracy ma bardzo podobny układ do patentu wymienionego na str. 2, dlatego nie wymaga szczegółowego omówienia. Należy nadmienić, że Doktorantka przeanalizowała wpływ różnych parametrów reakcji, takich jak ilość katalizatora, temperatura, stężenie zasady oraz stosunek molowy substratów, a także oceniła możliwość wielokrotnego użycia katalizatora.

W części niejawnej zaprezentowano także badania dotyczące estryfikacji glikolu neopentylowego kwasem 2-etyloheksanowym w obecności cieczy jonowych. Dodatkowo

przedstawiono raporty rynkowe dotyczące glikolu neopentylowego oraz jego estrów, opracowane na potrzeby Grupy Azoty ZAK S.A.

Pani mgr inż. Edyta Monasterska prawidłowo sformułowała cele badawcze doktoratu wdrożeniowego. Główne osiągnięcia i nowatorskie aspekty rozprawy doktorskiej obejmują opracowanie metody otrzymywania:

1. Aldehydu hydroksypiwalowego w reakcji kondensacji krzyżowej aldehydu izomasłowego i formaldehydu wobec poli(glikolu etylenowego) jako katalizatora przeniesienia fazowego (PT), w szczególności dokonano oceny wpływu liczby grup etylenowych oraz sposobu rozdzielania z mieszaniny poreakcyjnej katalizatora na wydajność reakcji, a także wpływ ilości katalizatora, temperatury, stężenia zasady, stosunku molowego substratów na przebieg reakcji.
2. Aldehydu hydroksypiwalowego w reakcji kondensacji krzyżowej aldehydu izomasłowego i formaldehydu wobec immobilizowanego katalizatora przeniesienia międzyfazowego, a także wpływ parametrów jak wyżej.
3. Bis(2-etyloheksanianu) glikolu neopentylowego wobec cieczy jonowych jako katalizatorów.

Dla punktu 1 i 3 opracowano wstępne założenia dla projektu procesowego, w tym bilans masowy dla założenia otrzymania 1000 kg produktu. W punkcie 1 prowadzono także badania powiększenia do skali półtechnicznej, zaś w punkcie 3 wyliczenia ekonomiczne.

Podsumowując w tym miejscu swoją opinię o pracy chciałbym wyraźnie stwierdzić, że jest ona bardzo pozytywna. Rozprawa zawiera dużo oryginalnych wyników, stanowi zamkniętą całość, a sama praca została napisana bardzo starannie pod względem językowym. Doktorantka nie ustrzegła się drobnych niedociągnięć językowych i typograficznych. Oczywistym jest jednak, że takie mankamenty są nieuniknione i nie mają one żadnego wpływu na stronę merytoryczną pracy. W wielu miejscach brakuje określenia czy jest to % masowy czy molowy, np. str. 50 części niejawnej piąte zdanie od dołu wspomniano jaki, ale już dalej brak oznaczenia, str. 43 brak informacji nt. stężenia zasad (30% wag.?).

Otrzymane wyniki są niezwykle aktualne, i to w wymiarze ogólnoświatowym i aplikacyjnym, a Doktorantka wykazała się dużą umiejętnością prowadzenia złożonych i wielokierunkowych badań, co w efekcie pozwoliło na uzyskanie ważnych, z naukowego punktu widzenia, korelacji, a także ważnych uogólnień. Na uwagę zasługuje także przemyślane wskazanie sekwencji testów katalitycznych, ważność procesu bilansowania masowego, stosowania zasad Zielonej Chemii i zrównoważonego rozwoju. Miała także okazję zapoznać

ul. Uniwersytetu Poznańskiego 8, Collegium Chemicum, 61-614 Poznań
NIP 777 00 06 350, REGON 00001293
nowakiza@amu.edu.pl
te. 61 829 1580
www.chemia.amu.edu.pl

się z technikami analitycznymi, których wyniki dostarczają co najmniej kilku jakościowych parametrów badanych katalizatorów.
W tym miejscu chciałabym się zapytać:

1. Czy próbowano prowadzić proces immobilizacji na tzw. kwasowych nośnikach stałych?

2. Czym kierowano się w wyborze katalizatora PT do dalszej do immobilizacji, tj. czy konwersją aldehydu izomasłowego dla katalizatora nieimmobilizowanego?

Podsumowując, analiza danych przeprowadzonych doświadczeń dostarcza nowych informacji, wskazując równocześnie na integralność metodologii nauk chemicznych, w tym chemii i technologii chemicznej w zakresie realizowanych zadań badawczych. Ponadto logiczny tok narracji dysertacji sprzyjają śledzeniu poszczególnych wątków opisywanych przez Autorkę. Pani mgr inż. Edyta Monasterska napisała pracę w bardzo dobrym stylu. Pragnę też zaznaczyć, że komentowane kwestie i prośby o dostarczenie dodatkowej informacji nie rzutują na moją jednoznacznie pozytywną i bardzo wysoką ocenę rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Edyty Monasterskiej. Recenzowana rozprawa reprezentuje bardzo dobry poziom naukowy.

Uznając walory merytoryczne ocenianej rozprawy, jako spełniające formalne i zwyczajowe wymagania stawiane dysertacjom doktorskim stwierdzam, że w moim przekonaniu niniejsza rozprawa spełnia warunki ujęte w ustawie z dnia 20 lipca 2018 r. (Dz. U. z 2018r. poz. 1668). Wnoszę zatem o dopuszczenie Pani mgr inż. Edyty Monasterskiej do dalszych etapów postępowania w przewodzie doktorskim. Doceniając wartości złożonego toku prac potwierdzam, że dysertacja Pani mgr inż. Edyty Monasterskiej zawiera wiele oryginalnych, wartościowych naukowo informacji, a zastosowaną przez nią metodologię i uzyskane wyniki cechuje wyraźny wydźwięk aplikacyjny.

Podpisano odręcznie przez
autora

Prof. dr hab. Izabela Nowak