

РЕЦЕНЗИЯ

**на дисертационен труд за придобиване на образователната и научната степен
«доктор»**

Автор на дисертационния труд: Ахмед Шалаби Али Шалаби Ахмед

**Тема на дисертационния труд: «НИСКОТЕМПЕРАТУРЕН СИНТЕЗ НА НОВИ
НАНОКОМПОЗИТИ С УЧАСТИЕТО НА ZnO, TiO₂ И ВЪГЛЕРОДНИ
НАНОЧАСТИЦИ»**

Рецензент Даниела Георгиева Ковачева, професор д-р в ИОНХ-БАН

1. Кратки биографични данни и характеристика на научните интереси на кандидата:

Ахмед Шалаби Али Шалаби Ахмед е роден на 1 октомври 1980 година в град Шаркия, Арабска Република Египет. Притежава диплома за висше образование, издадена от Факултета по наука на Университета Загазиг, Арабска Република Египет за образователно - квалификационна степен **бакалавър** по специалност **Микробиология и Химия** и професионална квалификация **химик**. След това изучава микробиология и съответно придобива диплома за **магистър** от Факултета по наука на Университет Банха, Арабска Република Египет. През 2010г. придобива квалификация **магистър** по специалността **Силикатни материали** в Химикотехнологичен и металургичен университет – гр. София, България, по проект на Европейската програма Erasmus. В периода 2013г.- 2014 г. е редовен докторант в катедра Технология на силикатите в ХТМУ-София. На 01.09.2015 г. е отчислен с право на защита. Г-н Шалаби е представил дисертационния си труд за обсъждане на заседание на научен съвет на научното звено на катедра „Технология на силикатите“, състояло се на 26.10.2015 г. в ХТМУ-София, откъдето е насочен за защита на дисертацията си пред научно жури. Г-н Шалаби има солиден, над 10 годишен опит в научните изследвания, има две магистърски дипломи по химия, участвал е в редица курсове и школи свързани с темата на дисертационния му труд а и с други негови интереси в областта на химията.

2. Преглед на дисертационния труд и анализ на резултатите:

Дисертационният труд е написан на 135 страници, съдържа 68 фигури и 11 таблици. Цитирани са 200 източника.

В литературния обзор, в обем 52 страници е представен изследователският интерес към синтеза на наноразмерни композити от TiO_2 и ZnO обоснован от интересните свойства, които те демонстрират и които дават възможности за създаването на многофункционални нанокристални материали с приложение в соларни клетки, светодиоди, варистори и керамики. Също така е направен преглед на наноразмерните въглеродни материали – нанодиаменти, въглеродни нанотръбички, фулерени и фулерити, като особено внимание е отделено на свойствата на графена, който е нов материал с изключително интересни и необичайни физикохимични свойства, което прави него и композитите на негова основа подходящи за приложения в наноелектронни апарати, прозрачни проводници, транзистори, биосензори, лекарствени препарати и др. Подробно са описани досега известните методи за получаване на графен и възможните негови приложения.

На база на задълбочения анализ на данните приведени в литературния обзор е формулирана и **целта** на дисертационния труд, а именно: **Да се синтезират нови нанокompозитни материали с участието на ZnO , TiO_2 и редуциран графенов оксид (RGO), да се изследва фазообразуването и структурните промени с вариране на температурата, както и да се проверят фотокаталитичните и антибактериални свойства на получените материали.**

За изпълнението на така избраната цел са формулирани и изследователските задачи, които са: синтез чрез зол-гелен метод на нанопрахове в системата ZnO-TiO_2 и изследване на техните антибактериални свойства, зол-гелен синтез на нанопрахове от ZnTiO_3 и тестване на антибактериалните им свойства; зол-гелен синтез на нанокompозити в системата Ag-ZnO-TiO_2 и изследване на антибактериалните свойства на получените композити; синтез на графенов оксид (GO) и редуциран графенов оксид (RGO) чрез химични методи; синтез на RGO/ SiO_2 композити и изследване на тяхната термична стабилност; нискотемпературен синтез на RGO/стъкло композити и изследване на тяхната термична стабилност; зол-гелен синтез на сложни композити $\text{SiO}_2/\text{ZnO/TiO}_2/\text{RGO}$ и изследване на термичната им стабилност и техните антибактериални свойства.

„Експериментална част“ започва с една много полезна таблица на синтезираните в рамките на дисертацията материали и методите за охарактеризиране, приложени към всеки отделен материал. Следва описание на условията при които са получени експерименталните данни на отделните апарати. Считам, че тази част от дисертационния труд би била значително по-добра, ако в нея бяха изложени, макар и накратко, основните принципи на използваните методи за охарактеризиране и техните възможности да дадат информация за фазовите, структурните и морфологични особености на изследваните образци, с чиято

помощ по-късно да бъдат обяснени техните свойства. По-подробно са описани фотокаталитичните и микробиологичните тестове. Още една забележка по оформлението на дисертацията: не са ясно отделени като глави резултатите по отделните задачи. И още – много по-добре щеше да бъде, цитираната литература да бъде отделена в края и да има единна номерация за цялата дисертация.

Частта „Нанокompозити в системата $\text{TiO}_2 - \text{ZnO}$ ” започва с един преглед (на 5 страници) на литературата, касаеща физикохимичните свойства и приложението на тези композити. Считам, че мястото на този текст е в литературния обзор, а не в експерименталната част. По-нататък е описан детайлно методът на синтез на нанопрахове в системата $\text{TiO}_2\text{-ZnO}$ (синтез по зол-гел метод), като е направена модификация в последователността на стъпките на синтеза. Кристализацията на фазите при термично третиране в системата е изследвано посредством рентгенодифракционен анализ и инфрачервена спектроскопия като допълващи се методи. Морфологията на получените продукти е характеризирана със сканираща електронна микроскопия. Отбелязано е влиянието на реда на етапите на синтеза върху фазовия състав на получените образци.

В частта „Влияние на лимонена киселина върху кристализацията на наноразмерни TiO_2/ZnO прахове” е изследвано влиянието на добавка от лимонена киселина върху кристализацията на наноразмерен TiO_2/ZnO в различно съотношение, като са детайлно проследени процесите на кристализация при термичното третиране на получените образци. Още една част е посветена на описание на синтеза на $\text{Ag}/\text{TiO}_2/\text{ZnO}$ нанокompозити, физикохимичното характеризиране на получените материали и приложението в две направления: първото - за фотокаталитично разлагане на органичен пигмент – малахитово зелено, а второто – като антибактериално средство срещу бактерията *Ешерихия коли*.

Най-интересна от моя гледна точка е частта от работата посветена на синтеза на редуциран графенов оксид (RGO), на нанокompозити с негово участие (RGO/SiO_2 и RGO и нискотопимо оксидно стъкло $\text{PbO-ZnO-B}_2\text{O}_3$)

Последен е описан зол-гелен синтез на композити в системата $\text{SiO}_2\text{-ZnO-TiO}_2\text{-RGO}$. Считам, че тук по-подходящ би бил термин като „Модифициран” зол-гелен синтез, защото нито ZnTiO_3 , нито RGO са водоразтворими, а по-скоро образуват суспензии.

Основните експериментални резултати, описани в дисертацията са свързани със синтеза на нови нанокompозитни материали и изучаване на фотокаталитичните и антибактериалните им свойства.

3. Оценка на съответствието между автореферата и дисертационния труд.

Авторефератът на дисертацията отразява коректно и достатъчно пълно основните резултати и постижения на дисертационния труд.

4. Характеристика и оценка на приносите в дисертационния труд.

Приносите на дисертационния труд могат да се отнесат към получаване на нови факти и потвърждаване на факти с нови методи.

При разработването на модифицирана схема за зол-гелен синтез на наноразмерни прахове в системата ZnO-TiO_2 е установено, че вида на крайния продукт зависи от последователността на добавяне на прекурсорите при синтеза, което дава възможност за насочено вариране на фазовия състав и степента на кристалност на крайните продукти. По така разработения метод е получен смесен оксид ZnTiO_3 с кубичен тип структура и е установено, че той проявява фотокаталитична активност спрямо органичното багрило Малахитово зелено.

За първи път е установено, че ZnTiO_3 проявява силна антимикробна активност спрямо бактерията *Ешерихия коли*. Доказано е, че полученият нов композит в системата $\text{Ag-TiO}_2\text{-ZnO}$, съдържа три активни кристални фази, а именно Ag/ZnO/ZnTiO_3 и притежава висока фотокаталитична активност спрямо багрилото Малахитово зелено при облъчване с УВ светлина. Доказана е антибактериалната активност на този композит спрямо високи концентрации на бактерията *Ешерихия коли*. Особено впечатлява резултата, че бактериалната колония се унищожава напълно в кратко време дори и без облъчване с УВ лъчение.

На базата на критичен преглед на известните химични методи за получаване на редуциран графенов оксид (RGO) е разработен оригинален метод, комбиниращ елементи от известните в литературата. С негова помощ е синтезиран редуциран графенов оксид (RGO) с добра термична стабилност, който е използван за получаването на нови композитни материали, както следва RGO/SiO_2 , $\text{RGO/нискотопимо оксидно стъкло}$ и $\text{RGO/SiO}_2\text{/ZnO/TiO}_2$. За тези композитни материали е установено: 1. Композитът RGO/SiO_2 е с повишена термична стабилност спрямо чистия RGO, което може би се дължи на промотирана от присъствието RGO кристализация при ниски температури на кристобалитна фаза в системата; 2. За първи път е получен композитен материал $\text{RGO/нискотопимо оксидно стъкло}$ чрез стапяне във въздушна среда; 3. Установено е, че композитът $\text{RGO/SiO}_2\text{/ZnO/TiO}_2$ е в аморфно състояние до 800°C ; 4. Така получените аморфни композити проявяват добри антимикробни свойства.

5. Мнение за публикациите на дисертанта по темата на дисертационния труд.

Материалите по темата на дисертацията са публикувани в седем научни съобщения (публикации). Съгласно списъка на публикациите включени в дисертацията, две от публикациите по темата на дисертацията са публикувани в списания с импакт фактор (J. Optoelect. Adv. Mater., Bulg. Chem. Commun.), три – в индексирани списания (J. Chem. Techn. Metall.) и две – в списания без импакт фактор (Nanoscience & Nanotechnology, J. Optoelect. Biomed. Mater.). В шест от публикациите дисертантът е първи автор. Забелязани са 18 цитата на публикациите, включени в дисертационния труд, което е една косвена оценка за тяхната актуалност и значимост. Мнението ми е, че броя и качеството на публикациите надхвърля значително изискванията на Правилника за условията и реда за придобиване на научни степени и за заемане на академични длъжности в Химико-технологичния и металургичен университет (ХТМУ). Част от резултатите по дисертационния труд са докладвани на дванадесет национални и международни научни форума, като при всички участия г-н Шалаби е бил първи автор.

6. Критични бележки и коментари. Критичните ми бележки, насочени не по съществуващото на дисертационния материал, а по-скоро по неговото оформяне са посочени конкретно по-горе в настоящата рецензия.

7. Лични впечатления за дисертанта. Не познавам лично докторанта, но присъствах на предзащитата на дисертацията му в катедрата. В изложението, което той направи, личеше разбиране на материала, задълбоченост и увереност.

8. Заключение

Въз основа на направения анализ считам, че по обем на изследванията и постигнати резултати дисертационният труд отговаря напълно на изискванията на Правилника за условията и реда за придобиване на научни степени и за заемане на академични длъжности в Химико-технологичния и металургичен университет (ХТМУ). Моята рецензия е положителна. **Затова убедено препоръчвам на уважаемото жури да присъди научната степен “доктор” на Ахмед Шалаби Али Шалаби Ахмед.**

Дата 04.12.2015 г.

Рецензент:

/подпис/