

РЕЦЕНЗИЯ

върху дисертационен труд за придобиване на образователна и научна степен „доктор” по научна специалност **5.10 Химични технологии** (Технология на силикатите, свързващите вещества и труднотопимите неметални материали)

Автор на дисертационния труд: инж. Нина Енчева Великова

Тема на дисертационния труд: „Периодично подредени мезопорести хибридни материали”

Рецензент: доц. д-р Людмила Владимирова Кабаиванова, ИМикБ, БАН, член на Научното жури със заповед: N НД-20-102/24.03.15 г. на Ректора на ХТМУ

Рецензията е изготвена в съответствие с Правилника за прилагане на ЗРАСРБ на ХТМУ.

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

Кандидатката Нина Енчева Великова е родена на 20.05.1986г. в с. Зимница, област Ямбол. Завършила е Професионална гимназия по екология и химични технологии “Проф. Д-р П. Райков” в гр. Ямбол със специалност “Технологичен и микробиологичен контрол”. Образователните степени бакалавър - инженер със специалност “Химично инженерство” и магистър инженер, специалност “Материалознание с преподаване на английски език”, е получила в Химикотехнологичен и Металургичен Университет, гр. София. Това доказва високото ниво на владее на английски език. Редовен докторант е била в Катедра “Технология на силикатите” във факултета по металургия и материалознание на същия Уиверситет, като е завършила обучението си в срок и е взела успешно

всички необходими изпити. Обучението си е успяла да съчетае с воденето на лабораторни упражнения от магистърската програма по дисциплината “Хибридни материали”. Двукратно е участвала в програми за научен обмен с Университета в гр. Авейро, Португалия, което е допринесло за придобиване на нови знания и умения. Докторантката е взела участие и в два интензивни курса в Испания през 2013 и 2014 г. Прави впечатление активното и участие в конференции и научни семинари.

Изследователската работа, както и научните интереси на инж. Великова са насочени в областта на материалознанието, включващи специални керамични материали, полимерни материали, физикохимия на материалите, микроструктурното им охарактеризиране чрез използване на различни структурни методи. Важна част заема и тематиката, свързана с използване на тези материали при пречистване на отпадни газове и води, каквато е и темата на проект, в който докторантката е участвала: “Хибридни гели за приложение като адсорбенти за очистване на отпадни води от тежки метали” – 2012 г.

2. Преглед на дисертационния труд и анализ на резултатите:

Дисертацията съдържа всички необходими раздела. Дисертационният труд е написан на 135 страници, съдържа 102 фигури и 29 таблици. Цитирани са 246 източника, по-голямата част от които е след 2000 година. Пълно отразява получените от докторантката резултати.

Темата на представения дисертационен труд е много актуална и с оригинален принос в науката. Мезопорестите периодично подредени хибридни материали са сравнително нова група, които са синтезирани по зол-гелен метод с използване на структуронасочващ агент. Те именно са основният обект на разработвания дисертационен труд. За тяхната значимост говори широкият спектър от възможности за приложението им като сорбенти, катализатори, сензори, за имобилизация на клетки, ензими, лекарствени препарати, и др.

Литературният обзор обосновава необходимостта от създаването на материали с определена структура и свойства и обяснява интереса към търсене на нови техники и подходи за успешното им синтезиране. Много задълбочено са описани различни органо-неорганични хибридни материали на основата на Si. Важно място е отделено на повърхностно активните вещества като шаблони при синтеза на мезопорести материали. Комбинацията от неорганични и органични компоненти в материалите, каквито са хибридите, синтезирани по зол-гелен метод, осигурява уникални възможности за създаване на нови и запазване на механични, електрически, физикохимични и оптични свойства по отношение на различни приложения. Едно от най-важните предимства на този нискотемпературен метод е възможността за запазване на органичната единица в процеса на синтез на хибридните материали, контрол на микроструктурата и хомогенно разпределение на елементите на атомно и молекулно ниво, както и възможност за избор на подходящи прекурсори с различни функционални групи и висока чистота. Това позволява създаване на материали с желана структура и свойства. Получаването на мезоструктурирани материали с мостова органична група добавя още уникални свойства, като например създаване на подредена структура. Съвременните структурни методи предоставят гъвкави възможности, за да бъде изследван синтезирания материал. Тези възможности е описала и доказала докторантката в Експерименталната част от работата си и умело и задълбочено е представила получените резултати. Използвани са ИЧ спектрите за характеризиране на връзките в синтезираните образци, елементния анализ определя количеството C, N и H спрямо внесеното с прекурсора, размерът и разпределението на порите е по данни от BET анализ, морфологията на гелите е изследвана със СЕМ. Запазването на органичната мостова група по време на съкондензационните реакции, както и че синтезираните материали са органо-неорганични амин-функционализирани хибридни материали е доказано чрез ^{29}Si MAS NMR и ^{13}C CP MAS NMR, а мезопориозността им и разпределението на порите по размер (над 2 nm) в хибридните гели са доказани чрез азот адсорбционни-десорбционни изотерми. Окончателното потвърждение на подредеността на порите е извършено с TEM, а формата им - чрез рентгеноструктурен анализ.

Създаването на желани хибридни продукти с определена структура, големина на порите, свързани и разположени по определен начин, а от там и промяна в свойствата им, налага разбиране на протичащите химични процеси, както и на параметрите, влияещи върху технологичната схема - количество прекурсор, моларност на HCl, pH, влияние на KCl и ксилена. Важна част от всички резултати е възможността за приложение на получените материали като адсорбенти на Hg(II) йони в кисела среда и на P₂O₅ при pH = 8, като са доказани високи адсорбционни капацитети на синтезираните материали.

3. Оценка на съответствието между автореферата и дисертационния труд:

Представеният автореферат е в обем от 32 страници и отразява пълно изпълненото в дисертационния труд. Оформен е много добре съгласно изискванията на Правилника за приложение на ЗРАСРБ.

4. Характеристика и оценка на приносите в дисертационния труд:

Посочените от докторантката основни изводи и приноси на разработения дисертационен труд, смятам за основателни. В дисертацията има научно-приложни и приложни приноси, които допринасят за разясняване структурата и свойствата на синтезираните по зол-гелен метод мезопорести хибридни материали с участие на аминфункционализирания силескиоксанен прекурсор и обогатяват наличната информация за тяхното приложение с оригинални идеи. Могат да бъдат обобщени, както следва:

- За първи път са проведени системни сравнителни изследвания при получаване на хомогенни мезопорести хибридни материали чрез съкондензационни реакции с участие на аминфункционализирани силескиоксани с мостова или крайна група, TEOS, с участие на шаблон (Плуроник P123) като порообразуващ агент в кисела среда.

- Получени са нови данни за влиянието на съотношението на прекурсорите, pH на средата, присъствие на добавки от KCl и ксилен и тяхното количество, върху процесите на съкондензация, структуриране и морфологични промени в крайните хибридни материали. Прекурсорът с мостова органична група е по-подходящ за получаване на периодично подредени мезопорести хибридни материали с цилиндрична форма на порите. Добавките от KCl и ксилен и тяхното количество изменят морфологията и стойностите на текстуралните характеристики на крайните хибридни гели. Формата на порите се изменя от цилиндрични (с добавки) към бутилкоподобни (без добавки).
- Намерени са оптималните параметри за протичане на съкондензацията и получаване на подредени мезопорести хибридни материали при високо съдържание на амин функционализиран силсескиоксанов прекурсор: ВТРА/TEOS и APTES/TEOS = 60:40 mol%, моларност на HCl от 1.0 до 2.0, присъствие на Плуроник P123 и едновременно участие на добавки от KCl и ксилен.
- За първи път е предложен структурен модел за омрежване на хибридни гели, синтезирани при участие на силсескиоксанен прекурсор в широки концентрационни граници (15-74% APTES) с крайна органофункционална група и TEOS, включващ едновременно участие на 1 D и 3 D структурни единици.
- Доказана е адсорбционната способност на материалите от системата ВТРА/TEOS към P_2O_5 в алкална среда и Hg(II) в кисела среда, което би позволило приложението на тези материали като потенциални адсорбенти за пречистване на отпадни води. Постигнатите високи стойности за адсорбционните капацитети потвърждават успешното

включване на значителни количества активни оргонофункционални центрове на адсорбция в крайната хибридна структура на материалите.

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

Представеният дисертационен труд се основава на три научни публикации, две от които са в български списания – Journal of Chemical Technology and Metallurgy и Nanoscience and Nanotechnology и една в списание: Journal of Non-Crystalline Solids с IF=1.72 . Съгласно Правилника на ХТМУ за условията и реда за придобиване на образователната и научна степен „доктор”, чл. 11(4), количествените показатели в случая надхвърлят изисквания минимум.

6. Критични бележки и коментари:

Нямам значителни забележки към дисертационния труд, с изключение на някои малки граматически грешки в сложните изречения в дисертацията. Поставените задачи са изпълнени и се вижда, че докторантката е представила голям по обем материал, който е добре оформен. Инж. Великова се представя като млад учен с много добра теоретична и практическа подготовка. Владеенето на съвременни методи за изследване, както и умелото методично правилно поставяне на експериментите, са в основата на доброто интерпретиране на получените резултати. Ще си позволя да препоръчам на докторантката да разшири изследванията върху практическото приложение на синтезираните от нея хибридни подредени мезопорести структури в бъдещата си работа по отношение възможностите за приложението им за имобилизация на някои биомолекули, лекарствени препарати и др., където тези материали биха изпълнявали важна функция, без да е необходимо голямо количество от материала и така себестойността няма да влияе за постигане на икономически ефективен процес.

7. Лични впечатления за дисертанта:

Запознах се с инж. Нина Великова при представянето на дисертационния и труд. Това не пречи да изразя положителното впечатление, с което останах след като се запознах с работата и и бях напълно удовлетворена от презентацията и отговорите на поставените въпроси.

8. Заключение

В заключение считам, че представеният ми за рецензиране дисертационен труд по обем, актуалност на тематиката, интересно научно изложение и отлично представяне, получените резултати и приноси, заедно с наукометричните данни, отговаря напълно на законовите изисквания според ЗРАСРБ и на Правилника за условията и реда за придобиване на научни звания и заемане на академични длъжности в ХТМУ, София. Давам положителна оценка на дисертационния труд и убедено препоръчвам на членовете на Научното жури, да гласуват положително за присъждане на образователната и научна степен "ДОКТОР" на инж. Нина Енчева Великова по научната специалност 5.10 Химични технологии (Технология на силикатите, свързващите вещества и труднотопимите неметални материали).

София,

20.04.2015

Рецензент:



/доц. д-р Л. Кабаиванова/