

prof. hab. inż. Jarosław Mizera  
Politechnika Warszawska  
Wydział Inżynierii Materiałowej

Warszawa, 22 maja 2017 r.

**Ocena dorobku naukowego, dydaktycznego i organizacyjnego  
dr inż. Krzysztofa Paclawskiego  
w związku z ubieganiem się o przyznanie stopnia  
doktora habilitowanego nauk technicznych**

## **I. PODSTAWA FORMALNA OCENY**

Niniejsza ocena całokształtu dorobku naukowego, dydaktycznego i organizacyjnego dr inż. Krzysztofa Paclawskiego została opracowana na podstawie pisma Centralnej Komisji do Spraw Stopni i Tytułów z dnia 10 marca 2017 r., nr BCK-VI-L-8545/16, do którego dołączono komplet dokumentów w tym wyodrębniony jednotematyczny cykl publikacji ("Kryteria doboru warunków procesów otrzymywania nanocząstek metali szlachetnych w mikroreaktorach przepływowych") stanowiący podstawę o ubiegania się o uzyskanie stopnia doktora habilitowanego nauk technicznych.

## **II. SYLWETKA HABILITANTA**

Dr inż. Krzysztof Paclawski ukończył studia na Wydziale Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo - Hutniczej w 1996 roku broniąc pracę magisterką pod tytułem "Kinetyka redukcji złota (III) z roztworów wodnych". Stopień doktora nauk technicznych nadała Mu Rada Wydziału Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo - Hutniczej w 2002 roku na podstawie rozprawy "Badanie kinetyki procesów redukcji kompleksów złota w roztworach chlorkowych" (promotorem był prof. dr hab. inż. Krzysztof Fitzner).

W 2001 r. został zatrudniony na stanowisku asystenta, a trzy lata później adiunkta na Wydziale Metali Nieżelaznych AGH.

Jego aktywność naukowa od początku skierowana była na zagadnieniach związanych z kinetyką i mechanizmami reakcji prowadzących do otrzymywania cząstek metalicznych.

Po uzyskaniu stopnia doktora nauk technicznych Habilitant skupił się poszukiwaniu warunków wytrącania koloidalnej fazy metali szlachetnych (Au, Pt, Pd) o żądanej morfologii, w tym także warunków osadzania tej fazy na powierzchniach węglowych. Rozwijał również zainteresowania dotyczące różnych technik badawczych umożliwiających rejestrację kinetyki reakcji oraz dostarczających informacji o ich mechanizmach.

Uzyskane wyniki wspierał eksperymentem wykorzystując najnowszą aparaturę badawczą. W tym czasie wzbogacił On swój dorobek naukowy, który stał się podstawą do opracowania jednotematycznego cyklu publikacji przedstawiony jako osiągnięcie habilitacyjne.

### **III. OCENA AKTYWNOŚCI NAUKOWEJ**

#### **Ocena jednotematycznego cyklu publikacji**

Zainteresowania naukowe dr inż. Krzysztofa Paclawskiego wpisują się w obszar tematyczny od wielu lat podejmowany w Katedrze Fizykochemii i Metalurgii Metali Szlachetnych Wydziału Metali Nieżelaznych AGH. Obszar ten ukierunkowany jest na ciągle aktualnym we współczesnej inżynierii materiałowej zagadnieniom wytwarzania nanocząstek metali szlachetnych o ściśle określonych właściwościach użytkowych.

Trzonem dorobku naukowego Habilitanta po uzyskaniu stopnia doktora nauk technicznych są "Kryteria doboru warunków procesów otrzymywania nanocząstek metali szlachetnych w mikroreaktorach przepływowych". Dorobek ten przedstawił w jednotematycznym cyklu publikacji (11 artykułów wydanych w przeważającej większości w renomowanych czasopiśmie o zasięgu międzynarodowym - w 5 jest pierwszym autorem). Ich łączny IF = 15,659, a suma punktów MNiSzW = 247.

Wytwarzanie nanocząstek metali szlachetnych o ściśle kontrolowanej morfologii i wymiarach jest niezwykle istotne z punktu widzenia ich właściwości finalnych co determinuje ich aplikacje. Szczególną uwagę poświęca się nanocząsteczkami Au i Pt co wynika z ich unikatowych właściwości fizycznych i chemicznych (np. diagnostyka medyczna,

wzmacnianie sygnału, ogniwa słoneczne, kataliza). Otrzymywanie takich cząstek, np. w procesie syntezy w roztworach wodnych, napotyka na wiele trudności. Aby zapewnić ich produkcję w sposób kontrolowany Habilitant zaproponował użycie mikroreaktorów przepływowych. Koncepcję metody oparł On o poznanie mechanizmu i kinetyki reakcji redoks, w której tworzą nanocząstki oraz o rozwiązania konstrukcyjne mikroreaktorów.

W oparciu o aktualny stan wiedzy (na etapie przystąpienia do badań) oraz badania własne, opisane w jednotematycznym cyklu publikacji, Habilitant postawił hipotezę:

"Mechanizm i kinetyka reakcji redukcji prekursorów nanocząstek Au i Pt stanowią kryteria determinujące warunki procesu syntezy oraz morfologię wytwarzanych nanocząstek Au i Pt w mikroreaktorach przepływowych".

Weryfikację tej hipotezy Habilitant podzielił na sześć etapów badawczych:

#### *1. Dobór metodyki badań zastosowanej do określenia kinetyki i mechanizmu reakcji redukcji kompleksów prekursora*

Habilitant wskazał, że podstawową techniką badawczą stosowaną do określenia kinetyki i mechanizmu reakcji jest spektrofotometria UV-Vis. Część układów reakcyjnych użytych w badaniach nie pozwalają na stosowanie tej metody do ustalenia szybkości reakcji w pierwszym jej etapie. Aby rozwiązać ten problem Habilitant zaproponował zastosowanie pomiarów synchrotronowych z analizą EXAFS oraz XANES (wykonał badania w DESY - Niemcy oraz ESRF - Francja), co pozwoliło określić szybkość reakcji w fazie ciekłej. Niewątpliwym osiągnięciem Habilitanta jest wyznaczenie na podstawie tych pomiarów równania szybkości reakcji.

Inną metodą opanowaną przez Habilitanta i niezbędną do realizacji badań kinetycznych stanowiła spektroskopia korelacji fotonów połączona z dynamicznym rozpraszaniem światła (DLS). Skaningowy mikroskop elektronowy posłużył Mu z kolei do obserwacji morfologii cząstek.

Osiągnięciem Habilitanta jest opanowanie wyżej wymienionych technik badawczych, które pozwoliły Mu na uzyskanie wyników badań niezbędnych do wyznaczenia równań kinematycznymi poszczególnych etapów reakcji w procesach wytwarzania nanocząstek Au i Pt.

## *2. Określenie warunków początkowych dla reakcji tworzenia cząstek fazy Au i Pt*

Habilitant wykazał, że zdolności donorowe reduktora różne są w zależności od formy kompleksowej w jakiej występuje prekursor (glukoza, kwas L-askorbinowy).

Jego osiągnięciem było wyznaczenie doświadczalnie warunków pH (a także wartości temperatury i stężenia reagentów), przy których następowało pojawienie się fazy stałej w układzie. Uzyskane wyniki badań oraz analiza formy prekursora determinowały warunki do dalszych badań szybkości reakcji zarówno w fazie homogenicznej jak też w układzie heterogenicznym.

## *3. Badania kinetyki reakcji w reaktorze cyklicznym - wyznaczenie szybkości etapów reakcji w procesie wytwarzania nanocząstek Au*

Przeprowadzone zostały badania szybkości reakcji redukcji prekursorów cząstek Au w reaktorach cyklicznych. Habilitant przeprowadził identyfikację etapów reakcji złota (III) z siarczanem hydrazyny, glukozą i kwasem L-askorbinowym oraz opisał ją równaniem kinetycznym.

## *4. Analiza mechanizmu reakcji w procesie wytwarzania nanocząstek*

Na tym etapie badań Habilitant przeprowadził szczegółową analizę mechanizmu reakcji w układzie złoto (III) - siarczan hydrazyny, złoto (III) - glukoza, złoto (III) - kwas L-askorbinowy.

Badając układ złoto (III) - siarczan hydrazyny wykazał On między innymi, że redukcja złota (III) do fazy metalicznej przebiega co najmniej przez jeden etap następczy, z utworzeniem złota(I) jako formy pośredniej.

Analizując z kolei mechanizmy reakcji w układzie złoto (III) – glukoza Habilitant udowodnił, że niezbędną formą do zainicjowania reakcji redoks jest zhydrolizowana postać złota (III) –  $[\text{Au}(\text{OH})_4]^-$ . Wykazał, że dochodzi do hydrolizy i następnie do pełnej redukcji Au(III) do  $\text{Au}^0$ .

Badania w układzie złoto(III) – kwas L-askorbinowy doprowadziły Habilitanta do wniosku, że mechanizm przekazywania elektronu dla par redoksowych przebiega z udziałem ligandu, który w wewnętrznej sferze koordynacyjnej kompleksu tworzy mostkowe połączenia z reduktorem.

#### *5. Synteza nanocząstek Au i Pt w układach reaktorów przepływowych - kontrola kinetyczna rozmiarów nanocząstek z wykorzystaniem danych kinetycznych oraz dobór odpowiedniej architektury połączeń mikrokanalów w mikroreaktorze*

Zgromadzone przez Habilitanta dane dotyczące szybkości reakcji pozwoliło Mu na właściwy dobór geometrii mikroreaktora oraz ustalenie natężenia przepływu reagentów przez reaktor. Niewątpliwym Jego osiągnięciem jest również zebranie informacji odnośnie do mechanizmu i drogi reakcji, które są podstawą do ustalenia warunków panujących w reaktorze oraz do zaprojektowania odpowiedniego układu sieci kanałów w mikroreaktorach. Określił On również dwa najistotniejsze parametry syntezy z użyciem mikroreaktorów - stężenie reduktora i temperaturę. Determinują one szybkość tworzenia zarodków nukleacji nanocząstek Au i Pt i jednocześnie strefę w kapilarze mikroreaktora, w której powstają nanocząstki o określonych rozmiarach.

---

#### *6. Zastosowanie mikroreaktorów do osadzania nanocząstek na nośnikach węglowych*

Do wytwarzania materiałów węglowych o właściwościach katalitycznych stosowane są m. in. aktywowane włókna węglowe z nanocząstkami metali szlachetnych na ich powierzchni.

Prace zrealizowane przez Habilitanta nad osadzaniem nanocząstek Au i Pt wykazały możliwość wytwarzania takich materiałów w jednym procesie syntezy. Opracował On również sposób modyfikowania powierzchni włókien węglowych aktywnymi związkami amin w celu zahamowania wzrostu cząstek. Udowodnił również, że efekt modyfikacji powierzchni podłoża węglowego zwiększa dyspersję cząstek wraz ze zmniejszeniem łańcucha alifatycznego grupy amonowej.

---

Należy podkreślić, że wyniki badań przedstawione przez dr inż. Krzysztofa Paclawskiego w jednotematycznym cyklu publikacji pt. "Kryteria doboru warunków procesów otrzymywania nanocząsteczek metali szlachetnych w mikroreaktorach przepływowych" stanowią podstawę opracowania warunków procesu wytwarzania nanocząstek Au i Pt w mikroreaktorach przepływowych. Niewątpliwym osiągnięciem Habilitanta jest określenie mechanizmów i kinetyki reakcji kompleksów złota (III) z grupą reduktorów (kwas L-askorbinowy, glukoza, siarczan hydrazyny), które zostały użyte do syntezy nanocząstek Au w mikroreaktorze przepływowym lub w układzie kaskadowym mikroreaktorów.

Jako szczególne osiągnięcie poznawcze i praktyczne należy, moim zdaniem, uznać:

- określenie mechanizmów i kinetyki procesów wytwarzania nanocząstek Au i Pt w mikroreaktorach,
- ustalenie, na podstawie przeprowadzonych badań, kryteriów doboru parametrów geometrycznych mikroreaktora oraz systemu połączeń poszczególnych mikrokanałów,
- określenie warunków procesu wytwarzania nanocząstek Au i Pt w pojedynczych mikroreaktorach w układzie mikroreaktorów połączonych szeregowo.

### **Ilościowa ocena aktywności naukowej**

Habilitant wyniki swoich badań, po uzyskaniu stopnia naukowego doktora nauk technicznych, przedstawił w 11 artykułach wchodzących w skład jednotematycznego cyklu publikacji (w sumie w 25 czasopismach umieszczonych w bazie Journal Citation Reports – JRS, w tym w 12 jako pierwszy autor). Jest również współautorem 16 międzynarodowych lub krajowych publikacji spoza listy JRS (w tym w 6 jako pierwszy autor).

Sumaryczny impact factor Habilitanta, według listy JCR, wynosi 52,423 (suma punktów MNiSzW = 783), liczba cytowań według bazy Web of Science wynosi 243 (208 bez autocytowań), a indeks Hirscha 10.

Wyniki swoich badań dr inż. Krzysztof Paclawski aktywnie prezentował również w krajowych i międzynarodowych konferencjach naukowych (w sumie 14).

Uważam, że aktywność publikacyjna Habilitanta (po uzyskaniu stopnia naukowego doktora) w renomowanych czasopismach zagranicznych jest dobrą stroną Jego dorobku naukowego (pewnym mankamentem jest jednak brak prac samodzielnych).

Habilitant uczestniczył (po uzyskaniu stopnia naukowego doktora nauk technicznych) w realizacji 1 międzynarodowego i 12 krajowych projektów badawczych oraz 9 prac statutowych. Dr inż. Krzysztof Paclawski jest ponadto współautorem 2 patentów krajowych. Wykonał wiele ekspertyz badawczych głównie na zlecenie KGHM Polska Miedź S. A.

Niestety nie brał udziału w recenzowaniu projektów i publikacji, co jest moim zdaniem słabą stroną jego aktywności naukowej.

Działalność naukowa Habilitanta obejmuje również współpracę z krajowymi i zagranicznymi jednostkami badawczymi (staże w USA, Wielkiej Brytanii, Francji, Niemczech).

Jest członkiem międzynarodowego stowarzyszenia naukowego „The Minerals, Metals and Materials Society“ od 10 lat.

Habilitant jest laureatem nagrody zespołowej I stopnia rektora AGH za osiągnięcia naukowe za 2003 r.

### ***Wniosek***

Dobrze oceniam aktywność naukową Habilitanta. Należy stwierdzić, że swój dorobek w obszarze uprawianej przez Niego dyscypliny naukowej znacząco powiększył po uzyskaniu stopnia doktora nauk technicznych.

Jego prace naukowe stanowią wartościowy wkład w rozwój wiedzy w zakresie wytwarzania nanocząstek metali szlachetnych o zaprojektowanych właściwościach fizycznych i chemicznych.

## **IV. OCENA AKTYWNOŚCI DYDAKTYCZNEJ I ORGANIZACYJNEJ**

Dr inż. Krzysztof Paclawski aktywnie uczestniczy w działalności dydaktycznej Wydziału. Prowadzi wykłady (około 10) głównie w obszarze chemii, metod badań materiałów i teorii procesów metalurgicznych.

Był promotorem 16 prac magisterskich i 8 inżynierskich. Niestety nie był opiekunem naukowym ani promotorem pomocniczym doktoratu. Sprawował opiekę naukową nad zagranicznymi studentami oraz studentami Koła Naukowego na Wydziale.

Habilitant był głównym organizatorem wyposażenia w sprzęt analityczny oraz koordynatorem rozbudowy i unowocześnienia stanowisk badawczych w laboratoriach

Katedry. Stworzył młody, kreatywny zespół badawczy, który wykorzystując nowoczesną aparaturę badawczą pracuje nad otrzymywaniem nanocząstek metali szlachetnych z wykorzystaniem techniki mikroreaktorowej.

Bierze On aktywny udział w pracach międzynarodowego towarzystwa „The Minerals, Metals and Materials Society“, które skupia ośrodki naukowe zajmujące się tematyką badawczą uprawianą przez Habilitanta.

Dr inż. Krzysztof Pałowski udziela się na rzecz organizacji badań naukowych poprzez uczestnictwo w pracach konsorcjów i sieci naukowych. Włącza się również w działania popularyzujące naukę.

### ***Wniosek***

Dorobek dydaktyczny i organizacyjny Habilitanta oceniam pozytywnie. Dr inż. Krzysztof Pałowski aktywnie angażuje się w realizację zadań organizacyjnych i dydaktycznych na Wydziale Metali Nieżelaznych AGH.

## **V. WNIOSEK KOŃCOWY**

W ustawie z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki w art.17 w ust. 1 zapisano, że:

„Rozprawa habilitacyjna powinna stanowić znaczny wkład autora w rozwój określonej dyscypliny naukowej lub artystycznej”.

W mojej opinii dr inż. Krzysztof Pałowski posiada dorobek naukowy, który wnosi istotny wkład w rozwój Inżynierii Materiałowej. W sposób istotny powiększył go po uzyskaniu stopnia doktora nauk technicznych.

Uważam, że zarówno Jego osiągnięcia dydaktyczno-organizacyjne jak i przede wszystkim naukowe spełniają wymagania stawiane Kandydatom do stopnia doktora habilitowanego.

*Janusz Mizera*