

Dr hab. inż. Piotr Kurcok, prof. PAN
Centrum Materiałów Polimerowych i Węglowych
Polskiej Akademii Nauk
Zabrze

Ocena pracy doktorskiej
mgr Iwony Grudzkiej-Flak

pt.: "Reakcje addycji, cykloaddycji i sprzęgania w syntezie nowych pochodnych arenów i heteroarenów z podstawnikami bitienylowymi"

Przedłożona do recenzji praca dotyczy istotnego z punktu widzenia chemii ale również farmacji czy nauki o materiałach zagadnienia jakim jest opracowanie nowych związków zawierających motyw 2,2'-bitiofen-5-yłowy.

Związki zawierające takie ugrupowanie cieszą się olbrzymim zainteresowaniem, jako że prowadzone intensywne badania nad możliwościami ich wykorzystania sugerują ich zastosowanie zarówno w szeroko rozumianej elektronice jak i medycynie. Co więcej, niektóre z nich już są stosowane np. w leczeniu choroby Alzheimera, tak więc temat pracy jest bardzo aktualny. Doktorantka swoje badania prowadziła pod kierunkiem doświadczonego naukowca a w trakcie ich realizacji miała możliwość dyskusji i konsultacji z pracownikami Uczelni co niewątpliwie dodatkowo wpłynęło na wysoki poziom prezentowanych wyników.

Formalnie recenzowana praca składa się z następujących rozdziałów: **Wstęp** (dwie strony), **Cel i zakres pracy** (trzy strony), **Część literaturowa** (siedemdziesiąt trzy strony), **Część badawcza** (sześćdziesiąt trzy strony), **Część eksperymentalna** (sześćdziesiąt cztery strony), **Właściwości elektrochemiczne oraz optyczne etynylowych pochodnych karbazolu** (siedem stron), **Wnioski** (pięć stron) oraz **Literatura** obejmująca sto osiemdziesiąt trzy pozycje. Należy zatem stwierdzić, że układ pracy jest zgodny z ogólnie przyjętymi zwyczajami a proporcje zasadniczych jej części są raczej prawidłowe.

Odnosząc się do poszczególnych części pracy stwierdzam co następuje:

W części zatytułowanej **Wstęp** Autorka przedstawiła w sposób jasny, chociaż bardzo

skrótowy, znaczenie podjętych badań i uzasadniła zasadność ich podjęcia. Wstęp poprzedzony jest *Spisem stosowanych skrótów* obejmującym wszystkie skróty stosowane w rozprawie. W części **Cel i zakres pracy** Doktorantka omówiła jasno cele jakie sobie postawiła oraz omówiła krótko reakcje prowadzące do ich osiągnięcia. Ponadto w części tej zamieszczone zostały informacje dotyczące finansowania prezentowanych badań – badania były finansowane ze środków projektów NCN: Opus uzyskany przez Promotora oraz Preludium Doktorantki. Skoro już tutaj znalazła się informacja dotycząca finansowania badań to *uwazam za niedopatrzenie nieumieszczenie informacji iż mgr Grudzka-Flak był np. beneficjentką Programu stypendialnego na rzecz innowacyjnego Śląska DoktoRIS współfinansowanego przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego. To przecież też był istotny element finansowania badań objętych zakresem dysertacji.*

W **Części literaturowej** Autorka krytycznie przedyskutowała dostępną literaturę dotyczącą przedmiotu rozprawy, szczegółowo omawiając prace dotyczące poszczególnych etapów otrzymywania związków, których synteza stanowiła cel recenzowanej dysertacji. I tak omówiła zarówno klasyczne jak i nowoczesne metody syntezy 1,3-diyńów, syntezę piroli, azydków i triazoli, poprzedzając każdy z tych podrozdziałów omówieniem znaczenia poszczególnych klas związków zarówno w syntezie organicznej jak i często w biologii czy medycynie. Ponadto dla najważniejszych reakcji Doktorantka zaprezentowała i omówiła mechanizmy poszczególnych reakcji. Przegląd literatury napisany jest w sposób świadczący o dużej znajomości omawianych problemów, co pozwoliło Autorce na krytyczne podejście do omawianych źródeł literaturowych. Układ tej części pracy nie budzi żadnych zastrzeżeń.

Część badawcza, to kolejny rozdział dysertacji, który podobnie jak część literaturowa omawia krok po kroku kolejne syntezy poszczególnych półproduktów aby w końcu doprowadzić do otrzymania pożądanego produktu końcowego. Autorka przeprowadza poszczególne reakcje dążąc do jak najlepszej wydajności prowadzonych procesów chociaż zachowując się jak dojrzały badacz potrafi zrezygnować z reakcji o większej wydajności na rzecz reakcji znacznie łatwiejszej do przeprowadzenia, chociaż o niższej wydajności. W kolejnych podrozdziałach Doktorantka opisuje syntezy różnych półproduktów niezbędnych do realizacji celów rozprawy. W **Części badawczej** opisano metody syntezy oraz przedstawiono charakterystykę spektroskopową dużej ilości często nowych, nieopisanych w literaturze, pochodnych. Kiedy czytelnik zagłębi się w lekturę tej części rozprawy uwagę zwraca dojrzałość Doktorantki jako pracownika nauki, który uparcie ale z pełną świadomością dąży do celu zdając sobie sprawę z możliwości ale i ograniczeń w syntezie organicznej i jest otwarty na nowe techniki możliwe do zastosowania w syntezie niezbędnych dla realizacji celów pracy doktorskiej związków chemicznych. Cennym jest również to, że Doktorantka napisała także o swoich niepowodzeniach w syntezie, nie przemilczając tego faktu i może oszczędzając innym badaczom niepotrzebnej pracy.

Układ tej części pracy jest w pełni poprawny, jednakże w *niektórych opisach przeprowadzonych syntez brak wydajności procesu. Wprawdzie wszystkie wydajności można znaleźć w opisach syntez poszczególnych związków w Części eksperymentalnej jednakże*

powinny one znajdować się również w **Części badawczej**, gdyż ich brak komplikuje analizę wyników prezentowanych w tej części pracy doktorskiej.

Część eksperymentalna pracy jest napisana w zasadzie poprawnie. Procedury opisujące otrzymywanie poszczególnych związków są jasne oraz precyzyjne, pozwalające średnio doświadczonemu chemikowi powtórzyć przeprowadzone reakcje. Również dobór użytych technik analitycznych jest właściwy.

Układ tej części pracy jest w poprawny, jednakże w trakcie analizy tej części nasunęły mi się pewne krytyczne uwagi, a mianowicie:

- W przypadku niektórych związków brakuje wyników analizy metodą spektrometrii mas określającej masę molową związku a tym samym stanowiącej obok analizy ^1H i ^{13}C NMR podstawę identyfikacji/charakterystyki otrzymanych związków. W pracy nie zamieszczono również danych z analizy elementarnej ale wydaje się, że ta w zasadzie może być pominięta skoro są zamieszczone wyniki analiz HRMS otrzymane przy użyciu spektrometru z jonizacją metoda elektrorozpylania.
- Niewłaściwym, moim zdaniem, dla rozprawy doktorskiej wydaje się prezentowanie wyników analizy widm węglowego magnetycznego rezonansu jądrowego w sposób jak w dysertacji. W takim opracowaniu, niezależnie od tego że niektóre czasopisma naukowe przyjmują wyniki analizy ^{13}C MNR w takiej formie, należało by jednak obok przesunięć obserwowanych sygnałów podać również, przynajmniej tam gdzie jest to możliwe, ich przyporządkowanie.
- W przypadku opisu metod analizy otrzymanych związków, który zresztą powinien znajdować się w osobnym podpunkcie a nie być połączony z punktem *Odczynniki i rozpuszczalniki*, brak informacji dotyczących prowadzenia analiz technikami spektroskopii jądrowego rezonansu magnetycznego oraz spektrometrii mas.

Kolejna część pracy zatytułowana **Właściwości elektrochemiczne oraz optyczne etynyłowych pochodnych karbazolu** prezentuje wyniki pomiarów spektroskopowych i elektrochemicznych oraz obliczeń kwantowomechanicznych wykonanych dla czterech pochodnych karbazolu. Wyniki te zostały uzyskane we współpracy przy dużym udziale innych pracowników Uniwersytetu.

W części **Wnioski** Autorka przedstawiła w punktach główne wnioski podsumowujące przeprowadzone badania.

Należy stwierdzić, że dysertacja jest przygotowana niezwykle starannie pod względem edycyjnym. Jak to zwykle bywa, posiada pewne drobne niedociągnięcia redakcyjne, np. brak odstępów po tytułach rozdziałów i podrozdziałów czy po podpisach pod rysunkami co psuje

nieco ogólne wrażenie estetyczne. Ponadto na s. 138 (przedostatnia linia pierwszego akapitu) zamiast „konwersja reagenta alkinowego” jest „... reagenta alkilowego”. Na s. 8 po łączniku w nazwach niektórych związków jest spacja a nie powinno jej być. Więcej uwag do edycyjnej strony pracy nie mam a jedynie zwracam uwagę, że ta ilość uwag potwierdza w pełni moje stwierdzenie odnośnie niezwykle starannym a nawet doskonałym edycyjnym przygotowaniu rozprawy.

Reasumując uważam, że przedstawiona do recenzji praca zawiera bardzo cenny materiał doświadczalny dotyczący zarówno opracowania metod syntezy nowych nieopisanych dotychczas związków jak również nowych metod syntezy związków o podobnej budowie. Część wyników badań została opublikowana i stanowi przedmiot dwóch publikacji naukowych w prestiżowych czasopismach naukowych, pięciu patentów (*czy to na pewno patenty czy również zgłoszenia patentowe*) oraz szeregu wystąpień na konferencjach naukowych. Analiza dorobku Doktorantki na stronie WoS wykazuje, że jest ona współautorką dodatkowo sześciu publikacji w przyzwoitych zagranicznych czasopismach czego nie wykazała w swojej dysertacji a wydaje się że nie ma żadnego powodu by się tych artykułów wstydzić. Autorka wykazała się znaczną wiedzą w dziedzinie chemii i syntezy organicznej. Poznała i z sukcesem stosowała techniki badawcze niezbędne w charakterystyce związków organicznych natomiast w przypadku gdy jej wiedza nie pozwalała w wystarczającym stopniu na przeprowadzenie innych specjalistycznych badań podejmowała udaną współpracę z innymi specjalistami.

Na tej podstawie stwierdzam, że przedstawiona do recenzji praca spełnia wymogi ustawowe stawiane pracom doktorskim. Zwracam się więc do Wysokiej Rady Instytutu Chemii Uniwersytetu Śląskiego o dopuszczenie mgr Iwony Grudzkiej-Flak do dalszych części przewodu doktorskiego. Jednocześnie biorąc pod uwagę wysoki poziom naukowy badań przedstawionych w powyższej rozprawie wnioskuję o jej wyróżnienie.



Piotr Kurcok

Gliwice 15 czerwca 2016r.