



**Uniwersytet Jagielloński
w Krakowie
Wydział Chemii**

Autoreferat

**Rozwój termoporozymetrii
jako metody badania
materiałów mezoporowatych**

Dorota Majda

Załącznik nr 1

do wniosku o przeprowadzenie postępowania habilitacyjnego

Kraków 2017

Spis treści

1. Informacje o autorze	
1.1. Dane osobowe	2
1.2. Wykształcenie	2
1.3. Zatrudnienie w jednostkach naukowych	3
1.4. Doświadczenie naukowe w ośrodkach zagranicznych	3
2. Wskazanie osiągnięcia naukowego stanowiącego podstawę wniosku habilitacyjnego	
2.1. Tytuł osiągnięcia naukowego	4
2.2. Cykl publikacji wchodzących w skład osiągnięcia	4
2.3. Omówienie celu i najważniejszych wyników osiągnięcia naukowego	
2.3.1. Wstęp	6
2.3.2. Cele badawcze	8
2.3.3. Porównanie parametrów porowatości uzyskanych metodą termoporozymetrii z wynikami otrzymanymi innymi metodami. Określenie przyczyn rozbieżności	8
2.3.4. Termoporozymetria z użyciem n-alkanów	13
2.3.5. Termoporozymetria z użyciem wody	19
2.3.6. Zastosowanie termoporozymetrii do badania materiałów nietrwałych termicznie	23
2.3.7. Zastosowanie termoporozymetrii do badania porowatości chrząstek	24
2.4. Podsumowanie wyników osiągnięcia naukowego	26
3. Omówienie pozostałych osiągnięć naukowo-badawczych	
3.1. Pełna lista publikacji naukowych	27
3.2. Udział w realizacji projektów badawczych	36
3.3. Nagrody i wyróżnienia	37
3.4. Wykłady na zaproszenie	37
3.5. Recenzje	38
3.6. Udział w konferencjach naukowych	
3.6.1. Konferencje międzynarodowe	38
3.6.2. Konferencje krajowe	42
4. Działalność dydaktyczna i popularyzacja nauki	
4.1. Prowadzone zajęcia	47
4.2. Prowadzone szkolenia	48
4.3. Publikacje dydaktyczne	48
4.4. Udział w projektach edukacyjnych	48
4.5. Inne aspekty działalności dydaktycznej	49
5. Działalność organizacyjna	
5.1. Prowadzenie Pracowni Analiz Termicznych i Kalorymetrii	49
5.2. Udział w organizacji konferencji naukowych	50
5.3. Członkostwo w organizacjach naukowych	50

1. Informacje o autorze

1.1. Dane osobowe

Imię i nazwisko: Dorota Majda
Data i miejsce urodzenia: 27.02.1974 Kraków
Adres: os. Na Stoku 30/31
31-706 Kraków
Telefon: 600 274 692
Miejsce pracy: Uniwersytet Jagielloński w Krakowie
Wydział Chemii
Zakład Technologii Chemicznej
Zespół Technologii Materiałów i Nanomateriałów
Pracownia Analiz Termicznych i Kalorimetrii
ul. Ingardena 3
30-060 Kraków
tel. 12 663 22 03
e-mail: majda@chemia.uj.edu.pl

1.2. Wykształcenie

1994- 1999 Studia magisterskie na Wydziale Chemii Uniwersytetu Jagiellońskiego w Krakowie.
Kierunek: chemia.
Praca magisterska: „Właściwości fotofizyczne kumaryny 152” wykonana w Zespole Femtochemii.
Promotor: dr hab. Włodzimierz Jarzęba.
1999 Stopień naukowy: magister chemii.

1999-2004 Stacjonarne Studia Doktoranckie na Wydziale Chemii Uniwersytetu Jagiellońskiego w Krakowie.
Praca doktorska: „Zastosowanie termograwimetrii do badania sorpcji liniowych alkanów na wybranych zeolitach” wykonana w Pracowni Analizy Termicznej Środowiskowego Laboratorium Analiz Fizykochemicznych i Badań Strukturalnych Uniwersytetu Jagiellońskiego.
Promotor: prof. dr hab. Roman Dziembaj
2004 Stopień naukowy: doktor nauk chemicznych.

1.3. Zatrudnienie w jednostkach naukowych

10.2004 – 09.2008	Uniwersytet Jagielloński. Pracownia Analiz Termicznych i Kalorymetrii. Środowiskowe Laboratorium Analiz Fizykochemicznych i Badań Strukturalnych. Asystent naukowy.
10.2008 – obecnie	Uniwersytet Jagielloński w Krakowie. Pracownia Analiz Termicznych i Kalorymetrii Środowiskowego Laboratorium Analiz Fizykochemicznych i Badań Strukturalnych, przekształcona w Pracownię Analiz Termicznych i Kalorymetrii Wydziału Chemii. Adiunkt naukowy.

1.4. Doświadczenie naukowe w ośrodkach zagranicznych

2001/2002	Austria. Wiedeń. Technische Universität Wien. „Characterization and modification of zeolites”. 3-miesięczny staż doktorancki, w ramach programu TEMPUS, pod kierunkiem prof. H. Vinek.
2006	Wielka Brytania. Cambridge. University of Cambridge. „Discovering new zeolite structures”. 1-miesięczny staż pod kierunkiem prof. J. Klinowskiego
2006	Wielka Brytania. Milton Keynes. The Open University. „Properties of Giant Zeolite Crystals”. 2-miesięczny staż pod kierunkiem dra Richarda Waltona. Stypendium w ramach programu <i>Young Scientists Programme</i> organizowanego przez British Council we współpracy z Ministerstwem Edukacji i Szkolnictwa Wyższego.
2007	Wielka Brytania. Cambridge oraz Londyn. University of Cambridge oraz The Royal Institution of Great Britain. „Enumeration of hypothetical zeolitic frameworks” 1-miesięczny staż pod kierunkiem prof. J. Klinowskiego oraz dra Roberta Bella.
2016	Finlandia. Kuopio. University of Eastern Finland. “New approach to determine cartilage pore size distribution: NaCl-thermoporometry” 4-miesięczny staż w zespole prof. V-P. Lehto.

2. Wskazanie osiągnięcia naukowego stanowiącego podstawę wniosku habilitacyjnego

Osiągnięcie naukowe stanowi cykl siedmiu publikacji połączonych tematycznie

2.1. Tytuł osiągnięcia naukowego

Rozwój termoporozymetrii jako metody badania materiałów mezoporowatych

2.2. Cykl publikacji wchodzących w skład osiągnięcia naukowego

H1: **D. Majda**¹, W. Makowski, M. Mańko, "Pore size distribution of micelle-templated silicas studied by thermoporosimetry using water and n-heptane" *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 109 (2012) 663-669

IF= 1.982 MNiSW=20 Cytowań²: 10

Udział własny 85%: Koncepcja badań, zaplanowania i wykonanie wszystkich pomiarów termoporozymetrycznych, interpretacja wyników, dyskusja korelacji między wynikami TPM, a wynikami z innych metod, napisanie wstępnej wersji całości artykułu oraz wykonanie wszystkich ilustracji, redakcja całości, korespondencja z redaktorem czasopisma i recenzentami.

H2: **D. Majda**¹, W. Makowski M. Mańko, K. Mlekodaj, A. Michalik-Zym, B.D.

Napruszewska, M. Zimowska, E.M. Serwicka "Porosity characterization of SBA-15 silicas with thermoporosimetry of water and n-alkanes - The effect of the probe liquid nature" *Microporous and Mesoporous Materials* 201 (2015) 141-150

IF = 3.349 MNiSW =35 Cytowań: 3

Udział własny 70%: Koncepcja badań, zaplanowania i wykonanie wszystkich pomiarów termoporozymetrycznych, interpretacja wyników, dyskusja korelacji między wynikami TPM, a wynikami z innych metod, napisanie wstępnej wersji całości artykułu oraz wykonanie wszystkich ilustracji, redakcja całości, korespondencja z redaktorem czasopisma i recenzentami.

H3: **D. Majda**¹, A. Korzeniowska, W. Makowski, A. Michalik-Zym, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, E. M. Serwicka, „Thermoporosimetry of n-alkanes for characterization of mesoporous SBA-15 silicas - refinement of methodology”

Microporous and Mesoporous Materials 222 (2016) 33-43

IF = 3.349 MNiSW =35 Cytowań: 3

Udział własny 70%: Koncepcja badań, zaplanowania i wykonanie wszystkich pomiarów termoporozymetrycznych, interpretacja wyników, dyskusja korelacji między wynikami TPM, a wynikami z innych metod, napisanie wstępnej wersji całości artykułu oraz wykonanie wszystkich ilustracji, redakcja całości, korespondencja z redaktorem czasopisma i recenzentami.

¹ Autor korespondencyjny. Przy każdej z publikacji podano wartość współczynnika oddziaływania IF oraz wartości punktów MNiSW z roku wydania publikacji.

² Cytowania wg *Web of Science* z 2 lutego 2017

H4: **D. Majda**¹, K. Tarach, K. Góra-Marek, A. Michalik-Zym, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, E. M. Serwicka, "Thermoporosimetry of n-alkanes for characterization of mesoporous SBA-15 silicas – towards deeper understanding the effect of the probe liquid nature", *Microporous and Mesoporous Materials* 226 (2016) 25-33
IF = 3.349 MNiSW =35 Cytowań: 2

Udział własny 70%: Koncepcja badań, zaplanowania i wykonanie wszystkich pomiarów termoporozymetrycznych, interpretacja wyników, dyskusja korelacji między wynikami TPM a wynikami z innych metod, napisanie wstępnej wersji całości artykułu oraz wykonanie wszystkich ilustracji, redakcja całości, korespondencja z redaktorem czasopisma i recenzentami.

H5: **D. Majda**¹, M. Zimowska, K. Tarach, K. Góra-Marek, B. D. Napruszewska, A. Michalik-Zym, "Water thermoporosimetry as a tool of characterization of the textural parameters of mesoporous materials. Refinement of the methodology". *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 127 (2017) 207-220
IF = 1.781 MNiSW =20 Cytowań: 0

Udział własny 75%: Koncepcja badań, zaplanowania i wykonanie wszystkich pomiarów termoporozymetrycznych, interpretacja wyników, dyskusja korelacji między wynikami TPM, a wynikami z innych metod, napisanie wstępnej wersji całości artykułu oraz wykonanie wszystkich ilustracji, redakcja całości, korespondencja z redaktorem czasopisma i recenzentami.

H6: **D. Majda**¹, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, W. Makowski, "Porosity of SBA-15 after functionalization of the surface with aminosilanes", *Microporous and Mesoporous Materials* 234 (2016) 98-106
IF = 3.349 MNiSW =35 Cytowań: 0

Udział własny 80%: Koncepcja badań, zaplanowania i wykonanie wszystkich pomiarów termoporozymetrycznych oraz interpretacja wyników, zaplanowanie, wykonanie oraz dyskusja wyników termogravimetrycznych, dyskusja korelacji między wszystkimi wynikami, napisanie wstępnej wersji całości artykułu oraz wykonanie wszystkich ilustracji, redakcja całości, korespondencja z redaktorem czasopisma i recenzentami.

H7: **D. Majda**¹, A. Bhattarai, J. Riikonen, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, A. Michalik-Zym, J. Töyräs and V-P. Lehto¹, "New approach for determining cartilage pore size distribution: NaCl-thermoporometry", *Microporous and Mesoporous Materials* 241 (2017) 238-245
IF = 3.349 MNiSW =35 Cytowań: 0

Udział własny 65%: Zaplanowania i wykonanie wszystkich pomiarów termoporozymetrycznych, zarówno dla chrząstek jak i dla modelowej krzemionki, oraz interpretacja otrzymanych wyników. Zaproponowanie 4.5% NaCl jako cząsteczki - sondy. Napisanie wstępnej wersji całości artykułu oraz wykonanie ilustracji, redakcja całości, korespondencja z redaktorem czasopisma i recenzentami.

Podsumowanie

Publikacje wchodzące w skład zaprezentowanego powyżej cyklu charakteryzują się wskaźnikami scjentometrycznymi o następujących wartościach:

- sumaryczny współczynnik oddziaływania IF: 20.508
- średnia wartość IF: 2.930
- sumaryczna punktacja MNiSW: 215
- średnia liczna punktów MNiSW: 30.7

2.3. Omówienie celu i najważniejszych wyników osiągnięcia naukowego

W niniejszym rozdziale przedstawiono krótką charakterystykę najważniejszych aspektów osiągnięcia naukowego, stanowiącego podstawę wniosku habilitacyjnego. Dla przejrzystości w opisie pominięto odnośniki literaturowe, dotyczące metod czy wyników. Można je znaleźć w oryginalnych publikacjach, których ten opis dotyczy.

2.3.1. Wstęp

Ze względu na stale wzrastające zainteresowanie materiałami porowatymi coraz istotniejsza staje się dokładna ich charakterystyka, obejmująca określenie rozkładu rozmiaru porów, ich kształtu i objętości, połączeń między porami oraz powierzchni właściwej danego materiału. Najczęściej stosowane analityczne metody badania materiałów porowatych można podzielić na trzy kategorie: mikroskopia (SEM, TEM), rentgenografia strukturalna (XRD) oraz metody związane ze zjawiskiem wypełniania porów - porozymetria rtęciowa i techniki oparte na pomiarach izoterm adsorpcji/desorpcji azotu czy argonu. Pomimo tego, że zarówno porozymetria rtęciowa jak i metody adsorpcji azotu są znane i od lat szeroko stosowane, nie są one pozbawione swoich ograniczeń.

W porozymetrii rtęciowej wykorzystuje się toksyczną rtęć. Próbkę musi być dokładnie wysuszona, ponieważ rtęć nie zastąpi obecnej w porach wilgoci, co może prowadzić do błędów interpretacyjnych. Powoduje to utrudnienia w charakterystyce materiałów hydrofilowych. Dodatkowo, wysokie ciśnienie rtęci może deformować lub całkowicie zniszczyć pory, zwłaszcza w przypadku materiałów miękkich, np. papieru lub membran. Metody porozymetrii gazowej oparte są na wzajemnej zależności między ciałem stałym, cieczą i gazem znajdującymi się w stanie równowagi międzyfazowej. Kluczową rolę w tych zjawiskach odgrywa zmiana napięcia powierzchniowego przy przejściu z jednej fazy do drugiej, spowodowana zmianami temperatury czy ciśnienia, a także występowanie zjawiska kondensacji kapilarnej. Metody te nie uwzględniają jednak faktu, że właściwości cieczy zamkniętej w porach mogą być inne od tych, które opisują ciecz w stanie wolnym. Ponadto, w pomiarach izoterm adsorpcji, przy niskim ciśnieniu cieczy zapełniane są tylko najmniejsze pory, duże zaś mogą zostać pominięte. Natomiast przebieg izoterm desorpcji może być zakłócony przez samą strukturę porów: niskie ciśnienie powoduje szybkie wydostawanie się cząsteczek cieczy z porów otwartych, jednak tej samej wielkości

pory połączone z powierzchnią systemem wąskich kanałów pozostają dłużej wypełnione. To zmienia kształt rozkładu objętości porów. Dodatkowo zarówno porozymetria rtęciowa jak i metody adsorpcji azotu wymagają specjalistycznego sprzętu, długiego czasu przygotowania próbki i kilkunastogodzinnego pomiaru. Nie można przy ich pomocy badać związków nietrwałych termicznie oraz takich, w których kanały czy pory wypełnione są wodą.

Metodą, która wydaje się być wolna od ww. ograniczeń jest termoporozymetria (TPM). Jest to metoda oznaczania rozmiarów porów oparta na różnicy między temperaturą topnienia (krzepnięcia) substancji zamkniętej w porach i znajdującej się na zewnątrz. Zróżnicowanie wartości tych temperatur wynika z faktu, że temperatura przejścia fazowego ciecz-ciało stałe jest uzależniona od promienia krzywizny powierzchni styku obu faz. W przypadku cieczy zamkniętej w porze powierzchnia ta jest jasno określona i ściśle zależna od rozmiaru poru, zgodnie z równaniem Gibbsa-Thomsona:

$$\Delta T = T - T_0 = -\frac{\gamma_{ls} T_0}{\rho \Delta H} \frac{dA}{dV} = K \frac{dA}{dV} = \frac{K}{R_p} \quad (1)$$

gdzie ΔT to różnica temperatur topnienia cieczy zamkniętej w porach i cieczy znajdującej się na zewnątrz, T_0 - temperatura topnienia cieczy, γ_{ls} - napięcie powierzchniowe, ρ - gęstość, Δh - ciepło topnienia, dA/dV - krzywizna powierzchni styku ciała stałego i cieczy, równa $1/r$ dla porów cylindrycznych oraz $2/r$ dla sferycznych.

Metoda TPM jest bardzo prosta w stosowaniu, jest szybka i względnie tania, bowiem nie wymaga specjalnej aparatury, wystarczy różnicowy kalorymetr skaningowy (DSC). Dodanie wybranej cieczy do niewielkiej ilości próbki (ok. 2 mg) i pomiar temperatury topnienia bądź krzepnięcia wystarczają do uzyskania cennych informacji o porowatości badanego materiału.

Pomimo tych zalet, termoporozymetria nie jest metodą powszechnie wykorzystywaną. Wynika to przede wszystkim z faktu, że technika ta może być stosowana, jeśli wartości oraz zależności temperaturowe określonych parametrów cieczy (napięcia powierzchniowego, ciepła topnienia, gęstości) znane są *a priori*. Wartości tych parametrów są rzadko podawane w literaturze, co powoduje trudności interpretacyjne. Ponadto wiadomo, że na ściankach poru zawsze pozostaje warstwa niezamarzającej cieczy (t). Rzeczywisty promień poru (R_p) trzeba określić zatem jako:

$$R_p = \frac{K}{\Delta T} + t \quad (2)$$

Oznaczenie wielkości t stanowi dodatkową trudność w termoporozymetrii. Rozwiązaniem obu tych problemów jest kalibracja metody przy pomocy substancji referencyjnej, której porowatość została wcześniej określona innymi metodami. W literaturze można znaleźć przykłady równań kalibracyjnych otrzymanych dla różnych substancji, niestety nie ma spójności między nimi i do tej pory nieznane są powody, dla których wyniki badań TPM uzyskane w różnych laboratoriach są różne.

Osiągnięcie naukowe, stanowiące podstawę mojego wniosku habilitacyjnego, poświęcone zostało rozwojowi termoporozymetrii, prowadzącemu do zweryfikowania i opracowania standardowej procedury badawczej i interpretacyjnej tej metody.

Cykl stanowiący osiągnięcie habilitacyjne obejmuje 7 publikacji, powstałych w latach 2012-2017, dotyczących możliwości wykorzystania termoporozymetrii jako efektywnego narzędzia dedykowanego badaniom porowatości materiałów mezoporowatych. W publikacjach przedstawiono także dokładną charakterystykę parametrów wpływających na wyniki. Powstanie tych publikacji przyczyniło się do rozwoju termoporozymetrii, zwiększając tym samym spektrum metod stosowanych do charakterystyki materiałów mezoporowatych. Badania były finansowane przez Narodowe Centrum Nauki w ramach programu „OPUS4” (2012/07/B/ST5/00911).

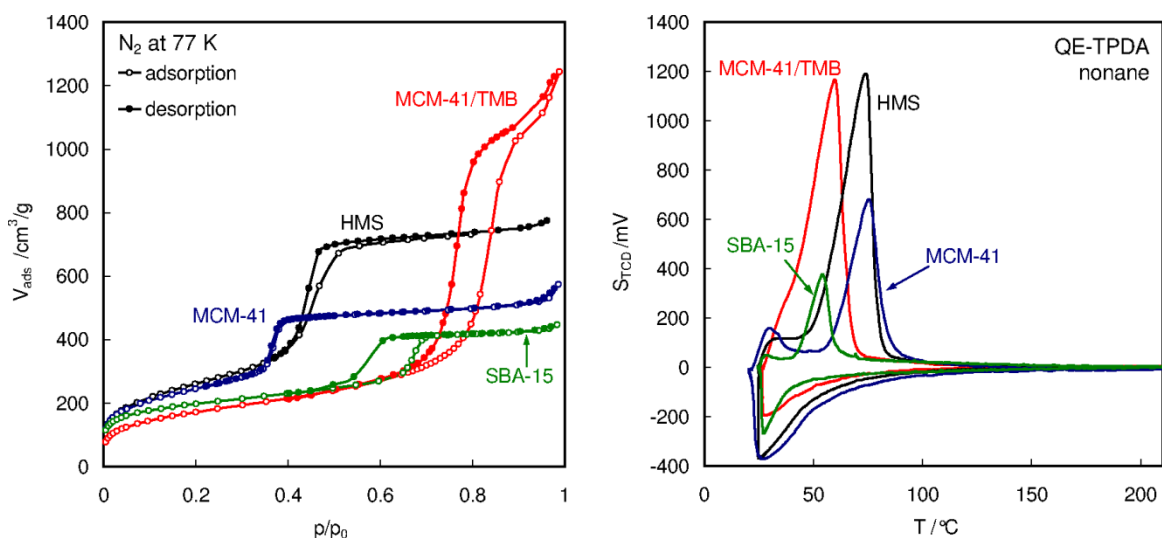
2.3.2. Cele badawcze

Celem badań było zweryfikowanie i opracowanie standardowej procedury badawczej i interpretacyjnej termoporozymetrii przez:

- porównanie parametrów porowatości uzyskanych metodą TPM z wynikami otrzymanymi innymi metodami. Określenie przyczyn rozbieżności;
- systematyczne badania wpływu doboru parametrów eksperymentalnych (szybkości ogrzewania i chłodzenia próbki oraz stosunku ilości zastosowanej cieczy do masy fazy stałej) na otrzymane wyniki;
- określenie optymalnych parametrów prowadzenia doświadczeń – standaryzacja metody;
- interpretacja zjawisk zachodzących wewnątrz porów;
- określenie znaczenia oddziaływania cieczy ze ściankami porów;
- wyznaczenie równań kalibracyjnych dla n-alkanów oraz wody w oparciu o badania z wykorzystaniem modelowych materiałów krzemionkowych;
- zastosowanie TPM do badania materiałów mezoporowatych, których badania innymi metodami są utrudnione;

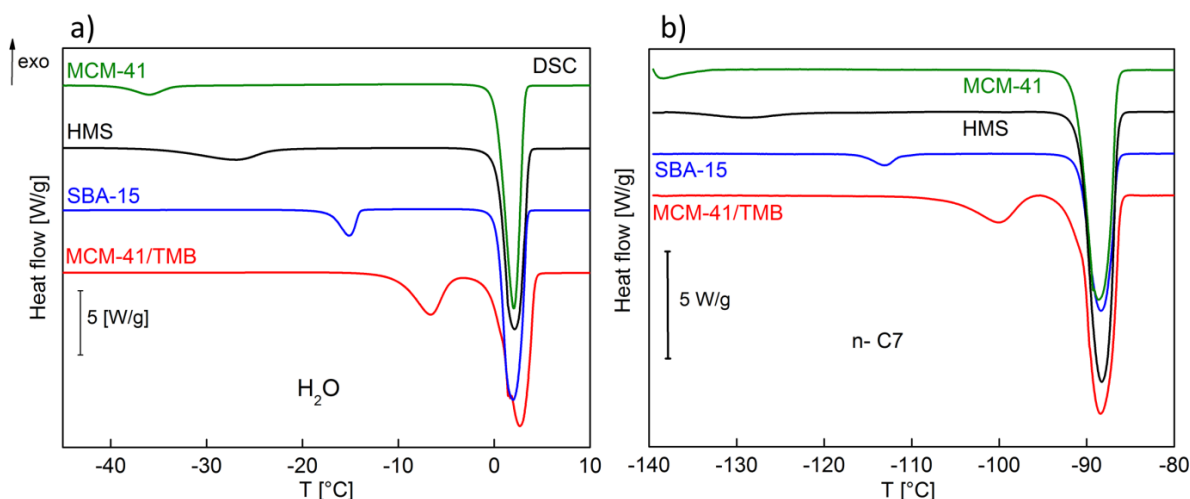
2.3.3. Porównanie parametrów porowatości uzyskanych metodą termoporozymetrii z wynikami otrzymanymi innymi metodami. Określenie przyczyn rozbieżności

Termoporozymetria z wykorzystaniem wody i n-heptanu jako cieczy wypełniającej pory została zastosowana do badania porowatości materiałów krzemionkowych, zsyntezowanych z wykorzystaniem micelarnego templaty (**H1**). Materiały MCM-41, HMS, SBA-15 oraz materiał MCM-41/TMB wytworzony przy zastosowaniu 1,3,5-trimetylobenzenu, zostały po syntezie scharakteryzowane przy pomocy sorpcji azotu oraz metodą równowagowej temperaturowej desorpcji i adsorpcji n-nonanu (rys. 1). Wyniki sorpcji potwierdziły obecność mezoporów w każdym z materiałów oraz wzrost średnicy porów od MCM-41 (3.7 nm) do MCM-41/TMB (11.2 nm).



Rys. 1. Charakterystyka porowatości krzemionek uzyskana przy pomocy sorpcji azotu (N_2 at 77K) oraz metodą równowagowej desorpcji i adsorpcji n-nonanu (QE-TPDA nonane)

Na profilach różnicowej kalorymetrii skaningowej (DSC), obrazujących przebieg topnienia wody oraz n-heptanu wypełniających pory badanych krzemionek, widoczne są dwa rodzaje pików (Rys. 2). Piki niskotemperaturowe obrazują topnienie substancji wewnątrz porów, wysokotemperaturowe – poza porami.



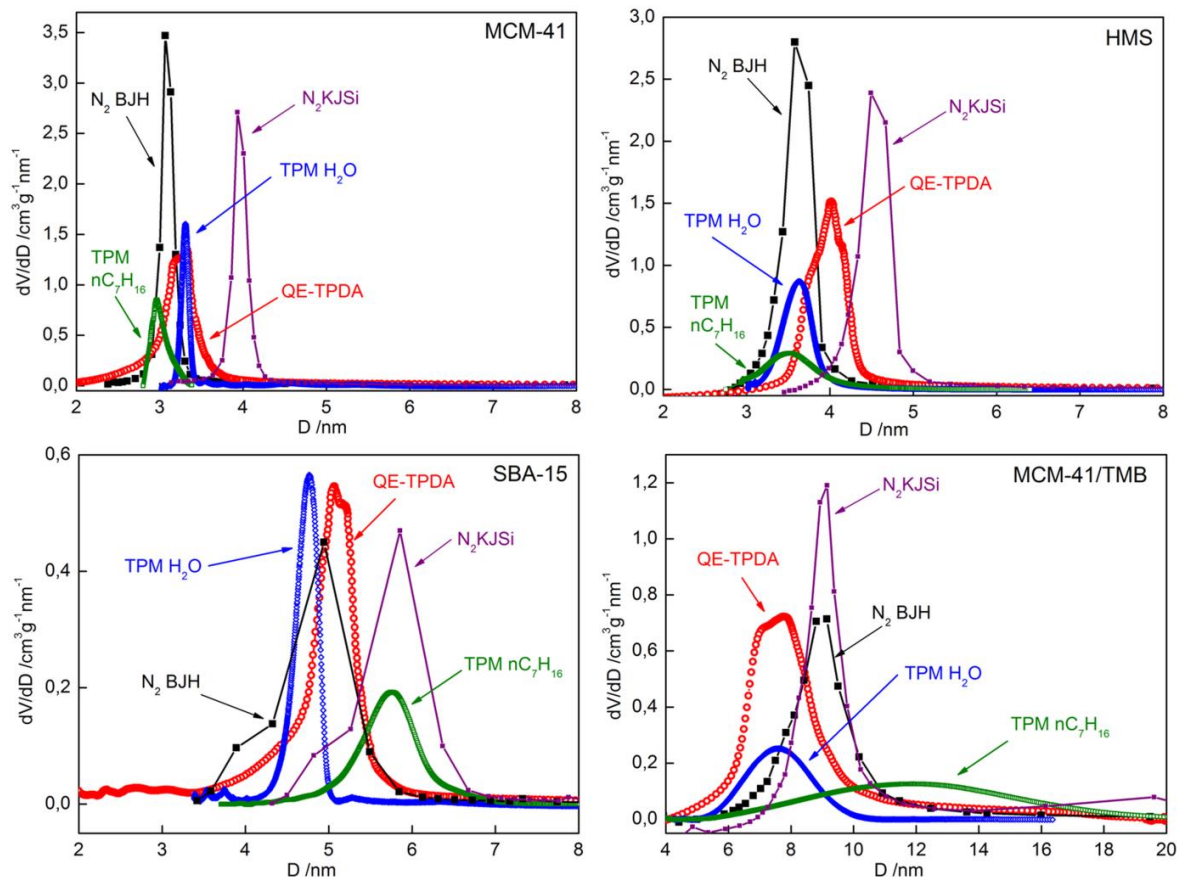
Rys. 2. Profile DSC topnienia wody (a) i n-heptanu (b) w porach badanych krzemionek

Otrzymane profile DSC pozwalają na zróżnicowanie wielkość porów – im mniejsze pory, tym większa różnica temperatur topnienia substancji w porach i poza nimi. Woda lepiej nadaje się jako sonda do badania materiałów o małym rozmiarze porów, ponieważ zbyt niska temperatura topnienia n-heptanu nie pozwala na zarejestrowanie wyraźnego pikę topnienia w porach materiału MCM-41.

Uzyskanie profilu rozkładu wielkości porów (PSD) z krzywej DSC wiąże się z koniecznością przeliczenia wartości temperatury (z osi x) na średnicę porów D , z wykorzystaniem równania Gibbsa-Thomsona lub równania opartego na kalibracji, a także wartości ciepła (z osi y) na objętość, przy zastosowaniu zmierzonej uprzednio entalpii topnienia substancji poza porami oraz jej gęstości. Do interpretacji wyników

uzyskanych z pomiarów DSC dla badanych krzemionek zastosowano najczęściej wykorzystywane równania kalibracyjne, dostępne w literaturze.

Otrzymane profile, w zestawieniu z wynikami uzyskanymi z sorpcji azotu oraz równowagowej temperaturowej desorpcji i adsorpcji n-nonanu, zostały przedstawione na rysunku 3.



Rys. 3. Porównanie profili PSD otrzymanych na podstawie TPM z użyciem wody (niebieskie krzywe), TPM z wykorzystaniem n-heptanu (krzywe zielone), z wynikami sorpcji azotu z użyciem formalizmu BJH (krzywe czarne) oraz formalizmu KJSi (krzywe fioletowe), a także QE-TPDA (krzywe czerwone).

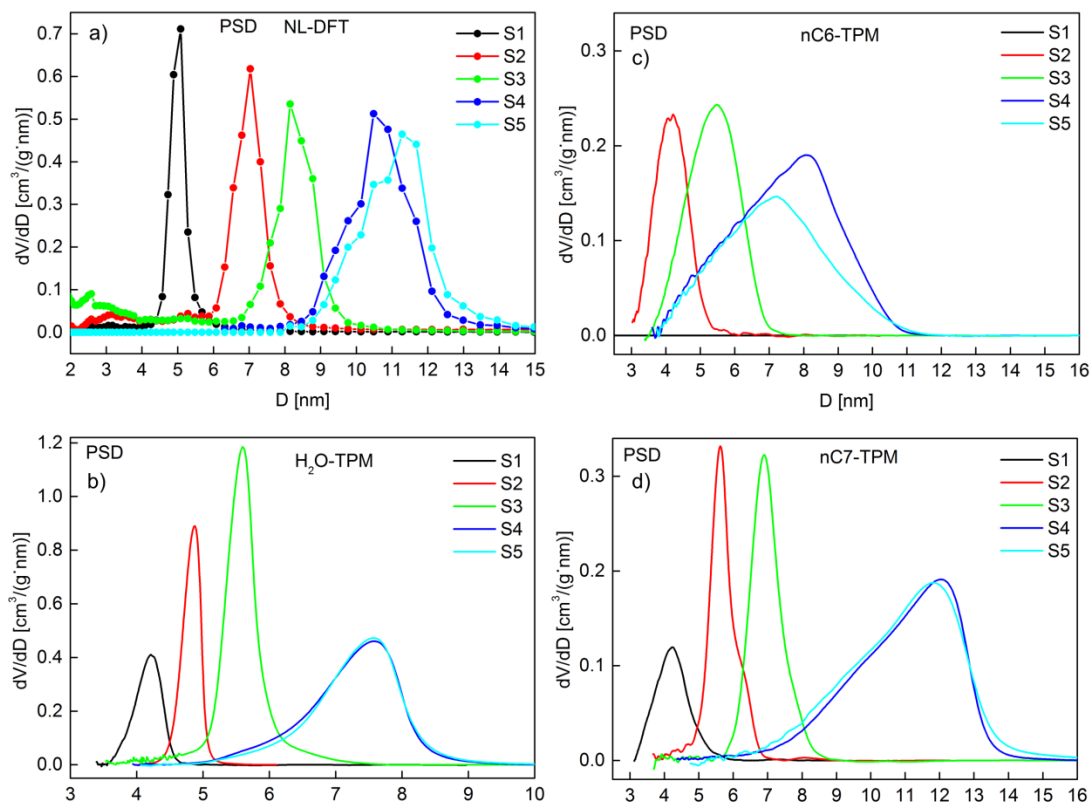
W oparciu o uzyskane wyniki wyciągnięto następujące wnioski:

- Profile PSD mają podobny przebieg, niezależnie od stosowanej metody;
- Średnice porów uzyskane z TPM dla materiałów o małych porach (MCM-41, HMS) są bardziej zbliżone do wyników otrzymanych z sorpcji azotu w oparciu o formalizm BJH, niż o bardziej dokładny model zaproponowany przez Kruka-Jarońca-Sayari'ego (KJSi).
- Dla materiału o większych porach, średnice porów uzyskane z metody TPM wykorzystującej wodę jako sondę są zbliżone do wyników BJH, ale mniejsze niż z KJSi, podczas gdy TPM wykorzystująca n-heptan daje wyniki takie same (SBA-15) lub większe (MCM-41/TMB) niż rezultaty otrzymane z modelu KJSi.
- Intensywność pików PSD uzyskanych metodami TPM jest 30% mniejsza niż otrzymanych z pozostałych metod.
- Równania wykorzystane do obliczeń nie dają wiarygodnych wyników.
- Przyczyny rozbieżności wymagają wyjaśnień w kontekście dalszych badań.

W dalszych badaniach skupiono się na określeniu roli doboru cieczy – sondy do pomiarów termoporozymetrycznych. Przy pomocy TPM z wykorzystaniem wody i liniowych alkanów (n-heksan i n-heptan) zbadano porowatość serii modelowych krzemionek typu SBA-15, różniących się wielkością porów (**H2**). Krzemionki SBA-15 zostały wybrane jako materiały modelowe ze względu na ich jednorodną strukturę porów oraz wysoką stabilność. Natomiast, wybór cieczy został podyktowany ich różnorodnymi właściwościami fizyko-chemicznymi, zwłaszcza różnicami w rozmiarze cząsteczki oraz polarności. Ponadto, wybranie n-heksanu i n-heptanu dało możliwość weryfikacji przypuszczenia, że alkanany o parzystej i nieparzystej ilości atomów w cząsteczce mogą zachowywać się inaczej wewnątrz porów krzemionki, a przez to wpływać na parametry porowatości otrzymane metodą TPM.

Po syntezie, otrzymane materiały SBA-15, nazwane S1-S5, zostały poddane charakterystyce fizykochemicznej przy pomocy dyfrakcji rentgenowskiej (XRD-SAXS), mikroskopii elektronowej (SEM/TEM), równowagowej temperaturowej desorpcji i adsorpcji n-nonanu (QE-TPDA) oraz sorpcji azotu (N_2). Wykonane pomiary potwierdziły obecność w strukturze krzemionek mezoporów o dobrze uporządkowanej strukturze oraz rosnącym rozmiarze porów od S1 do S5.

Profile rozkładu wielkości porów uzyskane z sorpcji azotu, z wykorzystaniem formalizmu NLDFT, oraz termoporozymetrii z użyciem wody, n-heksanu i n-heptanu jako cząsteczek sond, przedstawiono na rysunku 4.



Rys. 4. Porównanie profili PSD otrzymanych dla krzemionek SBA-15 różniących się rozmiarem porów na podstawie sorpcji azotu (a), TPM z użyciem wody (b), n-heksanu (c) oraz n-heptanu (d).

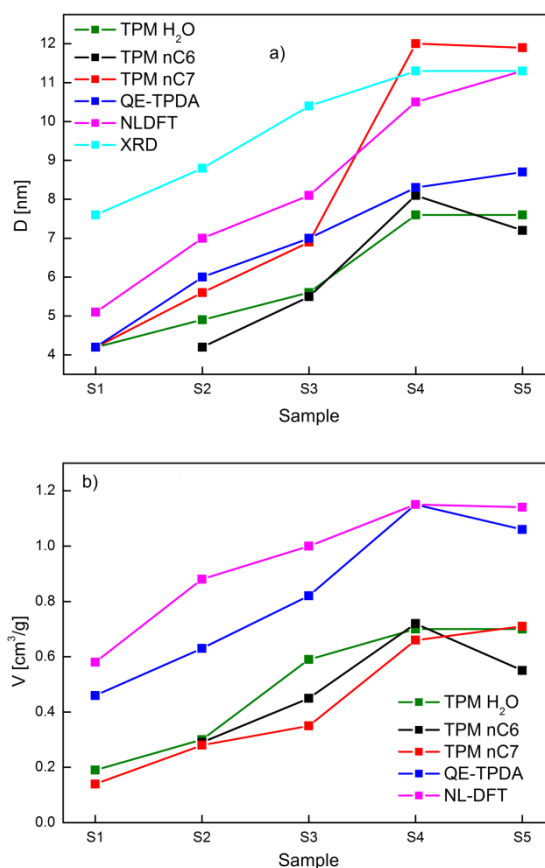
Do interpretacji wyników uzyskanych z pomiarów DSC z użyciem wody wykorzystano poprzednio stosowane równanie kalibracyjne, w przypadku gdy cząsteczkami sondy były alkanany zastosowano równanie Gibbsa-Thomsona.

Widoczne na rysunku 4 profile PSD uzyskane przy pomocy sorpcji azotu oraz TPM mają podobny przebieg, niezależnie od użytej cząsteczki sondy. Rozkłady PSD dla materiałów o dużych porach (krzywe niebieskie i granatowe) uzyskane w oparciu o TPM wody i n-heptanu pokrywają się ze sobą, wykazują jednak różnice gdy stosowany był n-heksan. Zjawisko to pozwala wnioskować o odmiennym charakterze przebiegu krzepnięcia/topnienia n-heptanu i n-heksanu wewnątrz porów krzemionki. Zatem przebieg profili PSD uzyskany z termoporozymetrii zależy nie tylko od architektury porów ale także od zastosowanej cząsteczki sondy.

Porównanie wartości średnicy oraz objętości porów otrzymanych różnymi metodami (Rys. 5) pozwoliło wyciągnąć następujące wnioski:

- Dobór cieczy istotnie wpływa na wyniki otrzymane metodą TPM;
- Wartości średnicy porów uzyskane metodą TPM z użyciem wody i n-heksanu wykazują tę samą tendencję co wyniki sorpcji azotu, ale wartości liczbowe są zaniżone;
- Średnice porów uzyskane z TPM z użyciem n-heptanu są znacznie zawyżone dla materiałów o dużych porach;
- Objętości porów otrzymane z TPM wykazują tę samą tendencję co wyniki sorpcji azotu, ale wartości liczbowe są znacznie zaniżone;
- Obniżone wartości objętości sugerują istotny wpływ oddziaływania cieczy wypełniającej pory z ich ściankami;
- Różnice między profilami PSD oraz wartościami średnicy i objętości porów otrzymanymi z nC6- i nC7-TPM świadczą o innym sposobie wypełniania porów przez oba alkanany. Może to wynikać albo

z różnicy w upakowaniu alkanów o parzystej i nieparzystej ilości atomów węgla w cząsteczce wewnątrz porów SBA-15 jak też z różnicy w ich oddziaływaniu ze ściankami porów. Ten aspekt wymaga dalszych badań i zostanie przedyskutowany w dalszej części autoreferatu.

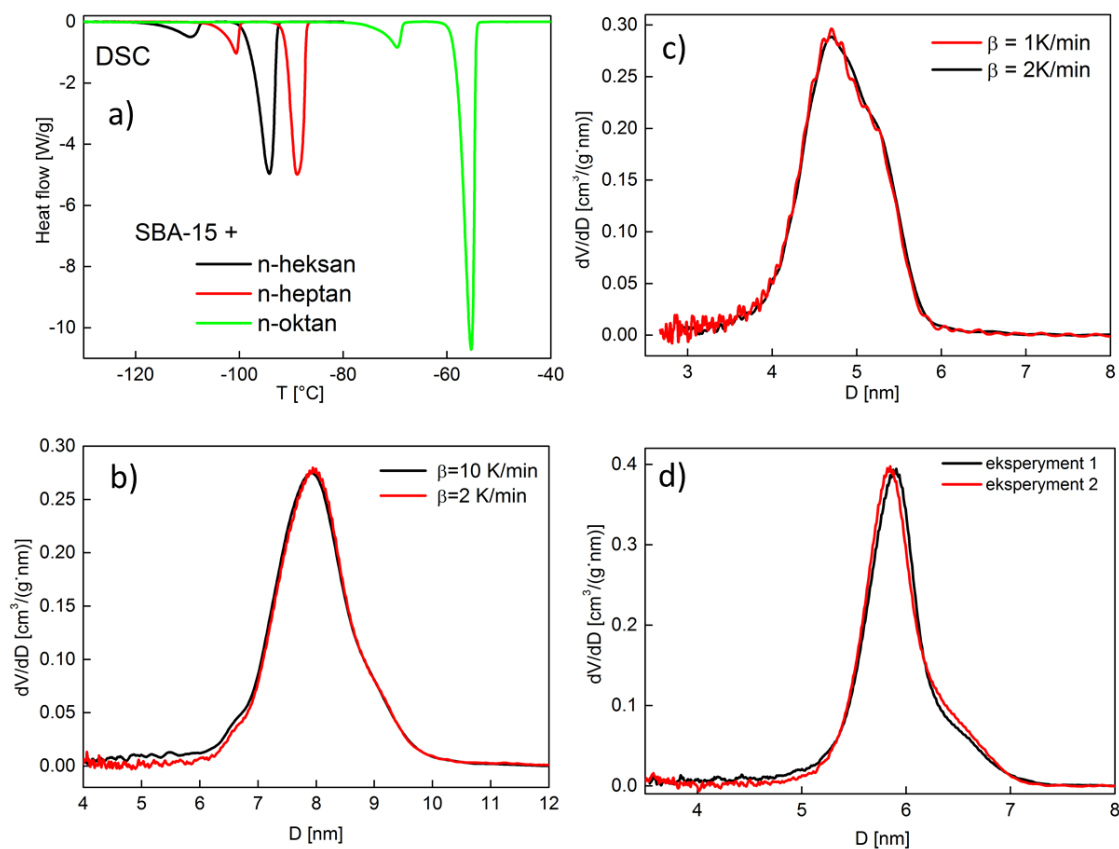


Rys. 5. Porównanie średnicy (a) i objętości porów (b) serii krzemionek SBA-15 uzyskanych na podstawie sorpcji azotu (różowa), QE-TPDA (niebieska), TPM z użyciem wody (zielona), n-heksanu (czarna) oraz n-heptanu (czerwona krzywa).

Złożoność wyników uzyskanych w pomiarach termoporozymetrycznych z wykorzystaniem n-alkanów, stanowiła motywację moich dalszych badań. W pierwszej kolejności dotyczyły one określenia wpływu warunków eksperymentalnych na uzyskane wyniki, następnie prowadzone badania pozwoliły na interpretację obserwowanych zjawisk.

2.3.4. Termoporozymetria z użyciem n-alkanów

Podobnie jak w poprzedniej części pracy, także tym razem badania oparto o serię modelowych krzemionek typu SBA-15 (H3). Materiały modelowe (M1-M8), których ilość zwiększono do ośmiu struktur, różniących się wielkością porów, scharakteryzowano w sposób opisany uprzednio. n-Heksan, n-heptan oraz n-oktan zostały wybrane jako cząsteczki sondy ze względu na ich względnie małe rozmiary, odpowiednią wartość temperatury topnienia jak i przebiegu samego procesu topnienia. Wykorzystanie alkanów o małej ilości atomów węgla n w cząsteczce ($n < 6$) nie jest możliwe – pierwsza ciecz w tym szeregu (pentan) ma temperaturę topnienia poniżej zakresu pracy aparatury. Wykorzystanie alkanów o $n > 8$ niesie ze sobą inne komplikacje – począwszy od n-nanonu, alkany wykazują złożony przebieg topnienia ze względu na pojawiającą się metastabilną fazę plastyczną, która utrudnia interpretację wyników uzyskanych metodą termoporozymetrii.



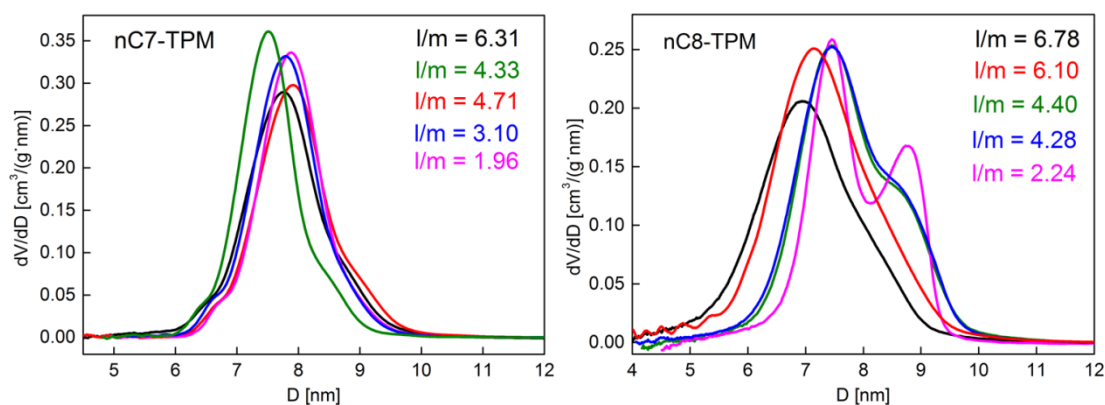
Rys. 6. Krzywe DSC topnienia alkanów wewnątrz SBA-15 (a), porównanie profili PSD otrzymanych po chłodzeniu próbki z szybkością 10 i 2K/min (b), porównanie profili PSD otrzymanych po ogrzewaniu próbki z szybkością 1 i 2K/min (c), porównanie profili PSD otrzymanych podczas różnych eksperymentów (d).

Krzywą DSC topnienia wybranych alkanów wewnątrz struktury SBA-15 przedstawiono na rysunku 6a, natomiast przykładowe profile PSD uzyskane z krzywych DSC - na rysunkach 6b-d. Do obliczeń wykorzystano równanie Gibbsa-Thomsona przy użyciu parametrów dla ciekłych alkanów.

Na rysunkach 6b i 6c przedstawiono wyniki badania wpływu szybkości ogrzewania i szybkości chłodzenia próbki na otrzymane parametry porowatości. Niewłaściwy dobór tego parametru może istotnie wpływać na wyniki. Zbyt wolne chłodzenie może wywoływać migrację cząsteczek na zewnątrz porów, natomiast zbyt szybkie może przyczyniać się do powstania niejednorodnej fazy krystalicznej, a tym samym skutkować uzyskiwaniem niepowtarzalnych wyników. Wybrane do badań dwa tempa chłodzenia próbki - 10K/min oraz 2K/min dobrze oddają różnice w dynamice procesu zamarzania, a jednocześnie pozwalają zaobserwować jej wpływ na rezultaty pomiarów porowatości uzyskanych metodą TPM. W badaniach wpływu szybkości ogrzewania także zastosowano dwa tempa: 2K/min oraz znacznie wolniejsze 1/min. Im wolniejsze tempo ogrzewania tym bliżej do oczekiwanych warunków równowagowych. Z drugiej strony, gdy szybkość ogrzewania jest zbyt mała stosunek sygnału DSC do szumu jest duży i pojawiają się trudności interpretacyjne, a także rośnie czas analizy, a tym samym jej koszty.

Rozkłady wielkości porów uzyskane dla próbki schłodzonej z szybkością 10K/min są identyczne z uzyskanymi dla materiału chłodzonemu z szybkością 2K/min, niezależnie od stosowanego alkanu (rys. 6b). To oznacza, że szybkość chłodzenia wybrana do eksperymentów nie wpływa na przebieg profili PSD. Do podobnych wniosków prowadzi analiza wpływu szybkości ogrzewania: widoczne na rys. 6c profile PSD są identyczne, niezależnie od tego, czy próbka była ogrzewana z szybkością 1K/min czy 2K/min. Najbardziej optymalne warunki to zatem takie, w których próbka jest chłodzona z szybkością 10K/min, a następnie ogrzewana z szybkością 2K/min. Stosowanie tych parametrów pozwala na uzyskanie powtarzalnych wyników (Rys. 6d).

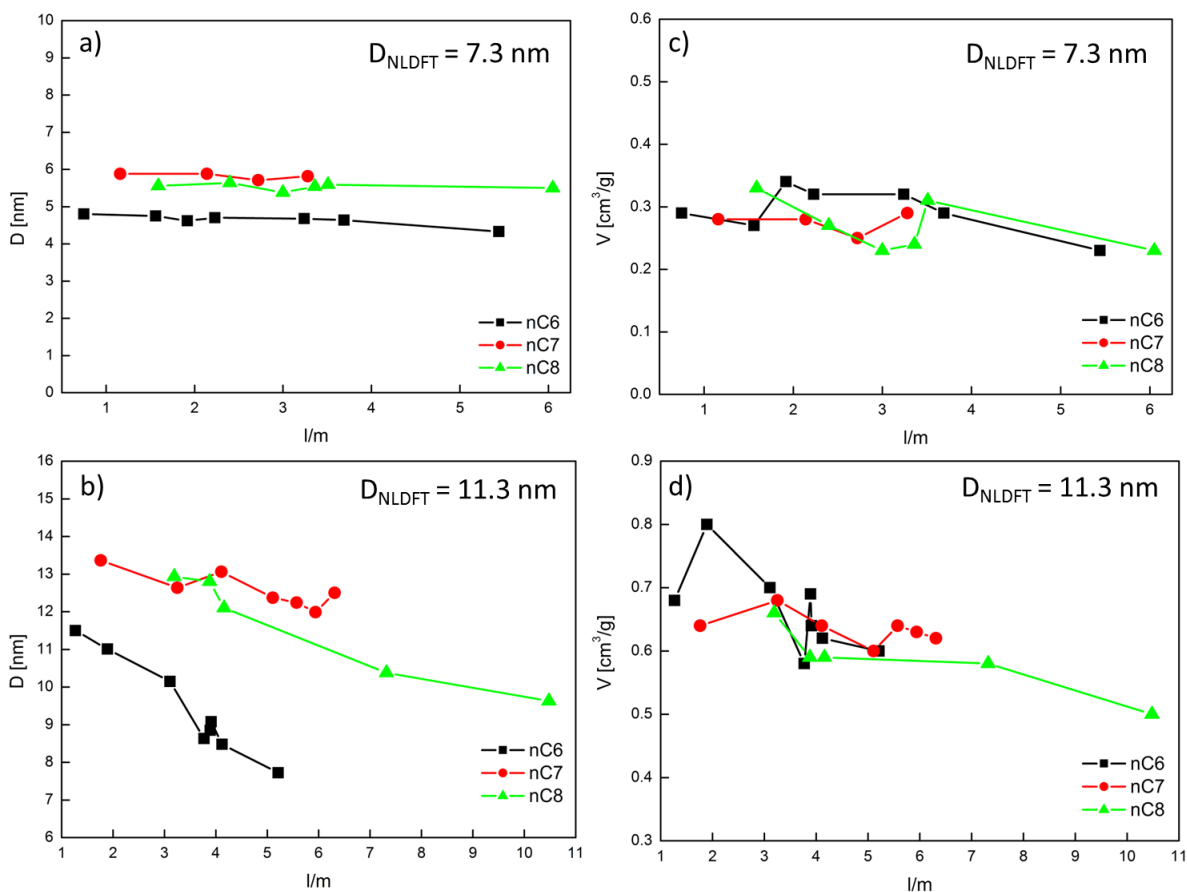
Kolejnym parametrem eksperymentalnym, który wpływa na przebieg profili PSD jest stosunek masy cieczy i próbki badanej (l/m) wziętych do pomiarów.



Rys. 7. Profile rozkładu wielkości porów PSD otrzymane przy wykorzystaniu n-heptanu (nC7-TPM) oraz n-oktanu (nC8-TPM) jako cieczy wypełniającej pory SBA-15, przy różnej wartości stosunku ilości cieczy do ilości materiału stałego (l/m) wykorzystywanych podczas eksperymentów.

Zauważono, że wartość l/m znacząco wpływa na wyniki uzyskiwane z TPM, gdy cieczą wypełniającą pory jest alkan o parzystej liczbie atomów węgla w cząsteczce. Dla n-heksanu i n-oktanu zmniejszanie wartości l/m powoduje powstawania asymetrii, a nawet rozdwojenia piku ilustrującego rozkład wielkości porów. Przykład takiego rozdwojenia pokazano dla n-oktanu na rysunku 7. Dla pomiarów prowadzonych z użyciem n-heptanu, podobnych zjawisk nie zaobserwowano.

Przed podjęciem próby interpretacji złożonego przebiegu profili PSD uzyskanych w oparciu o TPM wykorzystującą parzyste alkan, zbadano wpływ parametru l/m na wartości liczbowe średnicy (D) i objętości porów (V) dla wszystkich badanych krzemionek oraz wszystkich stosowanych alkanów. Systematyczne badania zależności wartości D oraz V od wartości l/m , których przykłady przedstawiono na rysunku 8, pozwoliły stwierdzić, że dla materiałów o porach o średnicy do 10 nm, wartości D otrzymane z TPM alkanów są praktycznie niezależne od stosunku ilości cieczy do ilości badanego materiału. Dla krzemionek o większych porach największy wpływ l/m na parametr D obserwuje się w sytuacji, gdy stosowaną sondą jest cząsteczka n-heksanu, najmniejszy – n-heptanu. Podobnie w przypadku wartości objętości porów, największą zależność wyników od parametru l/m obserwuje się dla n-heksanu.



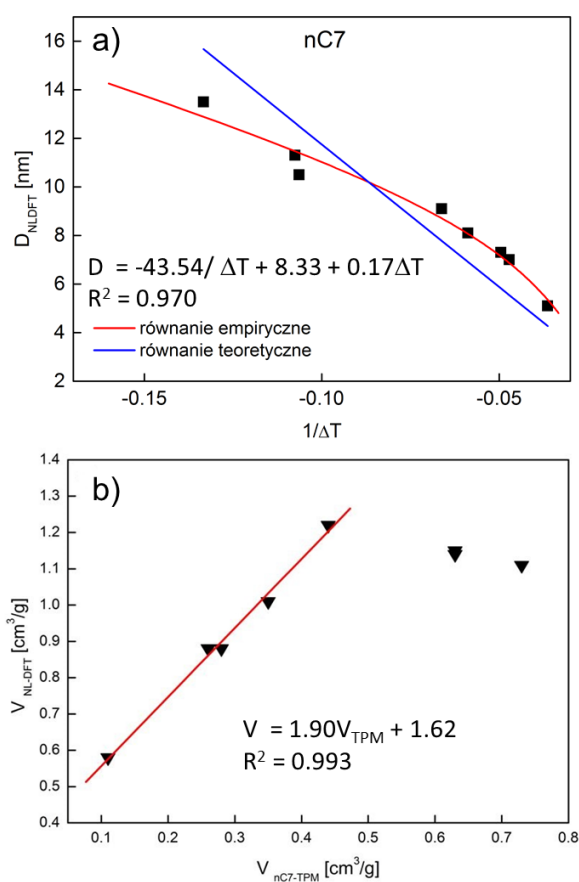
Rys. 8. Zależności średnicy porów (a, b) oraz objętości porów (c, d) uzyskane z pomiarów TPM wykorzystujących n-heksan (krzywe czarne), n-heptan (krzywe czerwone) oraz n-oktan (krzywe zielone) dla SBA-15, których średnice porów otrzymane z pomiarów sorpcji azotu przy wykorzystaniu modelu NLDFT były równe 7.2 nm (a, c) lub 11.3 nm (b, d).

Wyniki przedstawione powyżej pozwalają stwierdzić, że najbardziej rekomendowanym związkem z szeregu alkanów, który może być wykorzystywany jako sonda w pomiarach termoporometrycznych jest n-heptan. Parametry porowatości uzyskane z TPM z użyciem n-heptanu są najmniej zależne od warunków prowadzenia eksperymentu, a profile rozkładu wielkości porów mają jednorodny przebieg, niezależnie od ilości odczynników stosowanych podczas badań.

W celu znalezienia równań kalibracyjnych, które pozwoliłyby na interpretację wyników uzyskanych z TPM z użyciem n-heptanu, do wyników eksperymentalnych, łączących średnice porów otrzymane z sorpcji azotu z odwrotnością temperatury topnienia n-heptanu wewnątrz SBA-15, dopasowano nieliniową funkcję (Rys. 9a).

Wykazałam, że wynikające z równania Gibbsa-Thomsona założenie liniowej zależności rozmiaru porów od różnicy temperatur nie jest spełnione (niebieska linia na rysunku 9a). Nowe równanie kalibracyjne pozwala na uzyskiwanie wiarygodnych wartości średnicy porów badanych materiałów, nie daje jednak rzetelnej informacji na temat ich objętości. W celu uzyskania równania kalibracyjnego, pozwalającego na wyliczenie wartości objętości porów, wykreślono zależność tego parametru, otrzymanego metodą sorpcji azotu, względem odpowiadających mu wartości uzyskanych z nC7-TPM. Zaobserwowano, że zależność ta jest liniowa dla materiałów o porach, których średnica nie przekracza 10 nm (rys. 9b). Podobną procedurę kalibracyjną zastosowano do wyników uzyskanych z zastosowaniem n-oktanu, jako cieczy wypełniającej pory badanego materiału. Mimo tego, że zachowanie n-oktanu wewnątrz mezoporów jest bardziej uzależnione od stosowanej procedury pomiarowej, alkan ten ma znacznie wyższą temperaturę topnienia, co sprawia, że może być stosowany także w przypadku, gdy zakres pracy aparatury DSC nie osiąga temperatur potrzebnych do zarejestrowania przebiegu topnienia n-heptanu.

Uprzednio wspomniano, że istnieją istotne różnice w przebiegu topnienia n-heksanu, n-heptanu i n-oktanu wewnątrz materiałów porowatych. Dalszą część

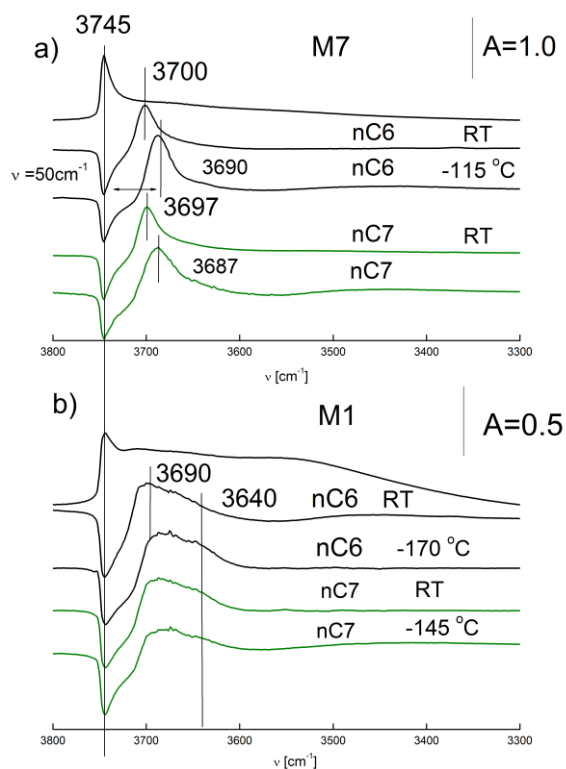


Rys. 9. Dopasowanie funkcji do zależności średnicy porów krzemionek SBA-15 uzyskanych z sorpcji azotu od odwrotności temperatury topnienia n-heksanu wewnątrz ich porów (a). Zależność objętości porów uzyskana z sorpcji azotu od tej uzyskanej z nC7-TPM (b). Linie czerwone – dopasowane funkcje, linia niebieska – ilustracja równania Gibbsa-Thomsona.

badani poświęcono zatem interpretacji obserwowanych różnic w przebiegu topnienia alkanów wewnątrz porów krzemionki SBA-15 o różnej wielkości porów (H4). Przebieg topnienia substancji znajdującej się wewnątrz porów jest uzależniony zarówno od wielkości tych porów jak i oddziaływań, które zachodzą między cząsteczkami substancji, a ściankami porów. Oddziaływania te, w przypadku amorficznej krzemionki SBA-15 mogą zachodzić za pośrednictwem grup silanolowych. W celu zbadania, czy obserwowane różnice w zachowaniu alkanów o parzystej i nieparzystej ilości atomów węgla w cząsteczce wynikają z różnic w sposobie ich oddziaływania ze ściankami porów, zastosowano technikę spektroskopii w podczerwieni (IR).

Istnieje kilka rodzajów grup silanolowych, które można rozróżnić na podstawie położenia pasma na widmie IR. Izolowane grupy Si-OH są reprezentowane przez pasmo przy liczbie falowej 3745 cm^{-1} , dwie grupy silanolowe związane wiązaniem wodorowym (wicynalne) – przy 3720 cm^{-1} , natomiast obecność pasm przy 3680 oraz 3550 cm^{-1} świadczy o obecności silanoli silniej usieciowanych. Tylko silanole izolowane i wicynalne stanowią potencjalne centra adsorpcji dla cząsteczek sond. Silanole o znacznie wyższym stopniu związania oddziaływaniami wodorowymi zdają się być obojętne na tego typu oddziaływania. Widma IR uzyskane dla badanych materiałów SBA-15 potwierdzają ten trend (Rys. 10). Sorpcja alkanów na krzemionce o dużych porach (M7) powoduje zanik pasma pochodzącego od izolowanych silanoli (3745 cm^{-1}) oraz pojawienie się nowego pasma przy częstotliwości 3700 (nC6) lub 3697 cm^{-1} (nC7). Wielkość przesunięcia wskazuje na powstawanie oddziaływań van der Waalsa między izolowanymi silanolami (dipol), a cząsteczkami heksanu lub heptanu (dipol indukowany). Schłodzenie próbki do temperatury do -115 dla n-heksanu i -105 °C dla n-heptanu powoduje dalsze przesunięcie pasma, spowodowane oddziaływaniami van der Waalsa między cząsteczkami alkanu w stanie stałym. Widmo IR dla SBA-15 przed wypełnieniem porów alkanem potwierdza, że efekty widoczne na rysunku 10a wynikają z oddziaływań alkanów ze ściankami porów.

Obecność cząsteczek alkanów wewnątrz kanałów materiału o mniejszych porach (M1, rys. 10b) powoduje podobne przesunięcie zarówno pasm pochodzących od izolowanych jak i wicynalnych grup silanolowych.



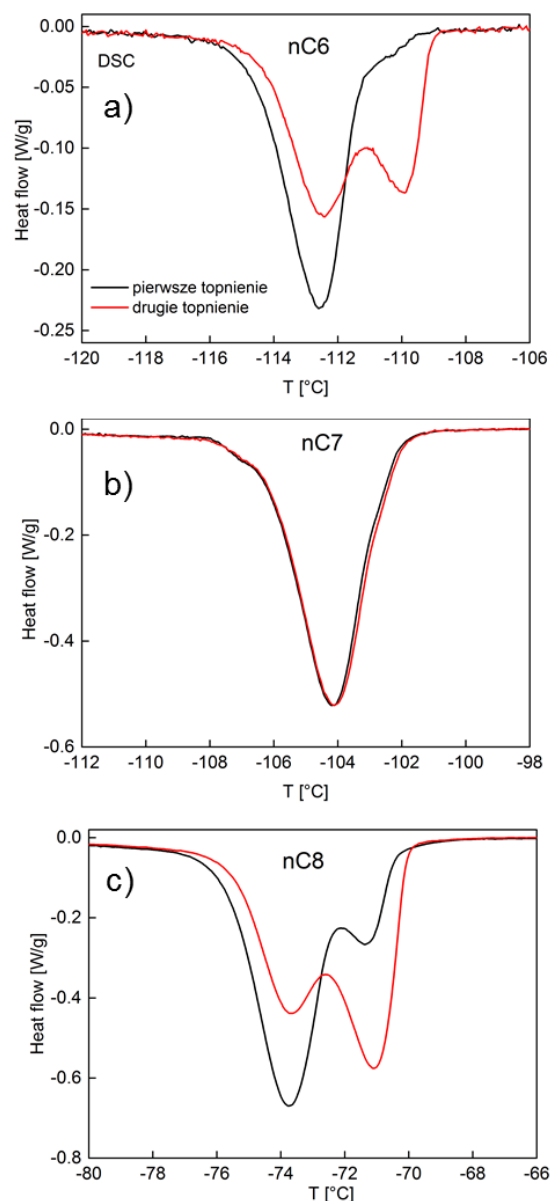
Rys. 10. Różnicowe widma IR grup silanolowych obecnych w SBA-15 o dużych (a) i małych porach (b) po sorpcji n-heksanu i n-heptanu w różnych temperaturach.

Przedstawione powyżej wyniki, a także analiza pasm odzwierciedlających deformacje grup metylowych i metylenowych w alkanach w czasie ich krystalizacji wewnątrz SBA-15, pozwoliły stwierdzić, że oddziaływania między ścianami porów, a cząsteczkami wypełniających je alkanów nie są odpowiedzialne za obserwowane różnice w profilach topnienia n-heksanu i n-heptanu wewnątrz porów krzemionki. Badania IR pozwoliły na wnioskowanie, że oddziaływanie między izolowanymi czy wycylnymi grupami silanolowymi, a cząsteczkami węglowodorów ma miejsce, niemniej oddziaływania te okazały się być tego samego typu niezależnie od długości łańcucha węglowego stosowanego alkanu. To oznacza, że oddziaływanie sonda-grupy Si-OH mezoporowatej krzemionki nie stanowi przyczyny rozdwojenia profilu PSD obserwowanego dla SBA-15 badanych metodą termoporozymetrii przy użyciu alkanów o parzystej ilości atomów węgla w cząsteczce, gdy wartość l/m jest niska. Wyżej wspomniany efekt może wynikać albo z niepełnego wypełnienia porów, albo z różnego sposobu upakowania cząsteczek alkanu wewnątrz porów krzemionki. Obliczenia wykorzystujące dane otrzymane z pomiarów sorpcji azotu pokazały, że wszystkie pomiary TPM były wykonywane przy całkowitym wypełnieniu porów, zatem złożony przebieg profilu PSD musi być spowodowany zróżnicowanym upakowaniem cząsteczek alkanu wewnątrz porów.

Rozdwojony pik na krzywej topnienia n-heksanu i n-oktanu, a także wynikający z niego złożony profil PSD (rys. 7), sugeruje występowanie wewnątrz porów SBA-15 dwóch faz stałych różniących się właściwościami. Gdy stosunek ilości cieczy do ciała stałego jest mały, udział fazy o większym stopniu uporządkowania jest większy. Stopień tej fazy wymaga dostarczenia większej energii, dlatego pojawiający się dodatkowy pik, jest przesunięty w stronę wyższych temperatur na krzywej DSC. Dodatkowy pik zanika wraz ze wzrostem wartości parametru l/m . Pojawienie się dwóch faz w czasie zamrażania cieczy wewnątrz porów można wytłumaczyć różnicami w warunkach, w których zachodzi krystalizacja. Gdy ilość cieczy użytej do eksperymentu jest duża, wszystkie pory są nie tylko całkowicie wypełnione, ale także przykryte warstwą cieczy znajdującą się poza nimi. W takiej sytuacji krystalizacja zachodzi w warunkach obniżonego ciśnienia, ponieważ tworzące się ciało stałe ma mniejszą objętość niż odpowiadająca mu ciecz. Gdy l/m jest małe, większa część porów pozostaje nieprzykryta warstwą cieczy, a przejście fazowe zachodzi w nich w warunkach niezmiennego ciśnienia. Ta druga sytuacja faworyzuje utworzenie bardziej zwartej struktury wewnątrz porów.

Aby odpowiedzieć na pytanie dlaczego obecność dwóch faz nie jest obserwowana w przypadku stosowania n-heptanu jako cząsteczki sondy w badaniach TPM, wykonano pomiary z zastosowaniem zatrzymanego topnienia. W pomiarach tych, próbkę schłodzono do odpowiednio niskiej temperatury, potem ogrzano do temperatury, w której substancja w porach uległa roztopieniu, a poza porami pozostała w stanie stałym (pierwsze topnienie), a następnie ponownie schłodzono i drugi raz ogrzano (drugie topnienie). Wyniki zestawiona na rysunku 11.

Wynika z nich, że przebieg pierwszego topnienia jest różny od drugiego tylko w przypadku alkanów o parzystej liczbie atomów węgla w cząsteczce. W czasie ich pierwszego zamrażania wewnątrz porów SBA-15 powstaje faza o niższym stopniu upakowania. Wzrost temperatury powoduje topnienie, ale pewien porządek w strukturze zostaje zachowany. Gdy temperatura ponownie maleje, cząsteczki parzystych węglowodorów tworzą w porach strukturę bardziej zwartą niż podczas pierwszego krzepnięcia, ponieważ krystalizacja zaczyna się od innego etapu. W efekcie profil DSC drugiego topnienia wskazuje na większy udział fazy bardziej upakowanej, niż to było obserwowane poprzednio. Topnienie n-heptanu wewnątrz kanałów krzemionki SBA-15 jest mniej złożone i niezależne od historii termicznej próbki. Krzywe DSC nie wskazują na występowanie dwóch faz o różnym stopniu upakowania cząsteczek wewnątrz porów, tworzy się tylko jedna faza, o niskim stopniu upakowania. Powyższe obserwacje potwierdzają wybór n-heptanu jako najlepszego związku z liniowych alkanów do wykorzystywania w roli sondy podczas pomiarów TPM.

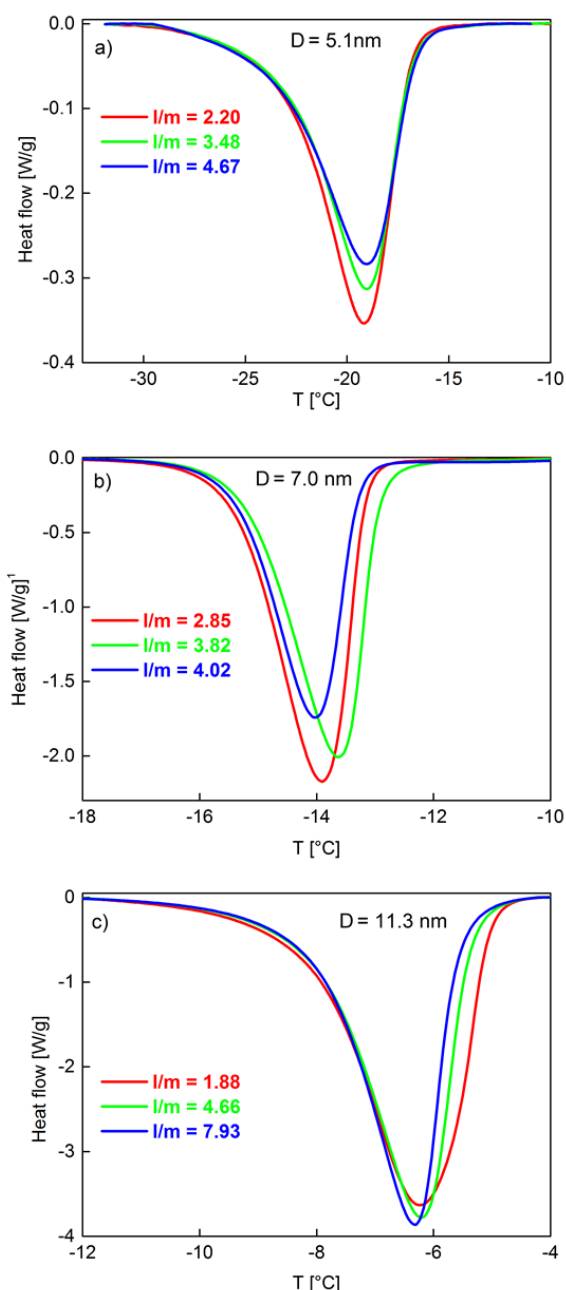


Rys. 11. Profile DSC topnienia n-heksanu (a), n-heptanu (b) oraz n-oktanu (c) w porach SBA-15 podczas pierwszego (krzywe czarne) i drugiego (krzywe czerwone) topnienia

2.3.5. Termoporozymetria z użyciem wody

Termoporozymetria z użyciem wody jako cząsteczki sondy ma szczególne znaczenie aplikacyjne. Metoda ta, jako jedyna, może być stosowana do badania porowatości materiałów, których struktura ulega degradacji w czasie suszenia. Wobec tej istotnej zalety wody jako sondy w TPM pojawia się jednak konieczność opracowania standardowej procedury tak doświadczalnej jak i interpretacyjnej. Temu właśnie zagadnieniu poświęcony był kolejny etap badań stanowiących moje osiągnięcie habilitacyjne (H5).

Podobnie jak poprzednio, w celu opracowania optymalnej procedury eksperymentalnej wykonano serię pomiarów dla modelowych krzemionek SBA-15, które pozwoliły określić wpływ szybkości chłodzenia i ogrzewania próbki, a także stosunku ilości cieczy do masy badanego materiału, na uzyskane profile topnienia wody w porach. Otrzymane wyniki pozwoliły na stwierdzenie, że dobór szybkości chłodzenia i ogrzewanie próbki nie wpływa na rezultaty pomiarów DSC i na zarekomendowanie szybkości chłodzenia 10K/min oraz szybkości ogrzewania 2K/min jako optymalnych do badań TPM.



Rys. 12. Profile DSC topnienia lodu w porach SBA-15 o średnicy 5.1 nm (a), 7.0 nm (b) oraz 11.3 nm (c) otrzymane dla różnych wartości l/m .

Wpływ stosunku ilości cieczy i badanego materiału (l/m) na uzyskane profile topnienia, okazał się istotny. Choć pozycja pików ilustrujących topnienie wody w porach o małej średnicy, praktycznie nie zmienia się wraz ze wzrostem l/m , to zmniejszenie intensywności tego pików jest wyraźnie widoczne (Rys. 12 a, b). Zmiany w intensywności sugerują, że ilość wody, która nie zamraża wewnątrz porów w czasie chłodzenia zależy nie tylko od temperatury, ale także od wartości parametru l/m . Im większa wartość l/m tym więcej wody pozostaje w stanie mniej skondensowanym. Wyniki obliczeń grubości warstwy niezamrażającej w porach SBA-15 potwierdziły tę hipotezę. Dla krzemionek o dużych porach (Rys. 12c) zależność położenia oraz intensywności pików topnienia wody w ich wnętrzu jest mała, co jest zgodne z przypuszczeniem, że wpływ grubości warstwy niezamrażającej na wartości wielkości porów dla materiałów o dużych porach jest nieznaczny.

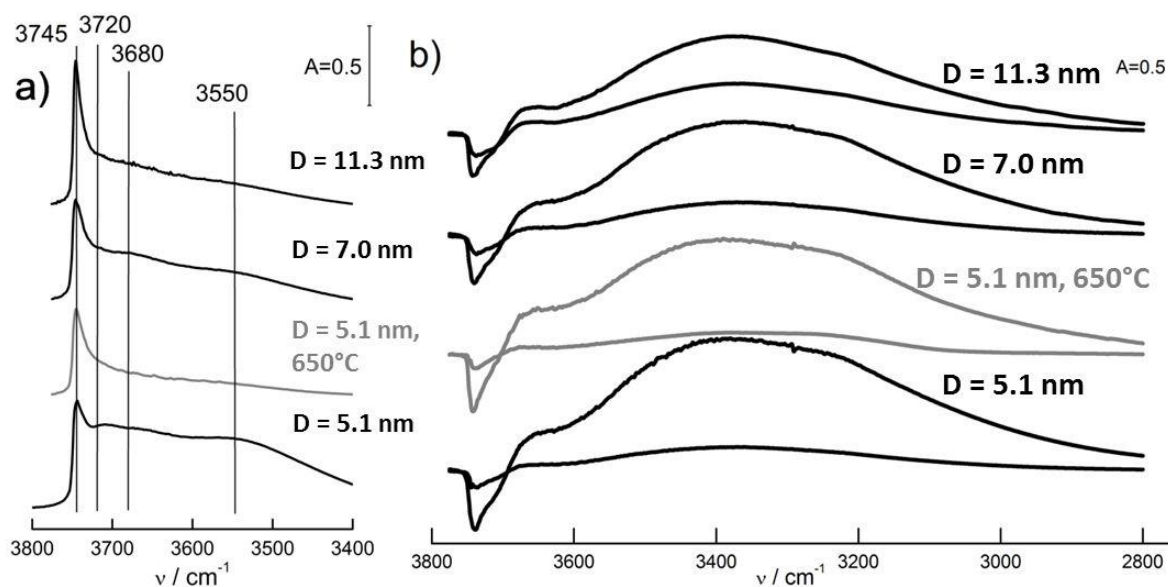
Obserwowane różnice w ilości wody, która nie ulega krystalizacji w porach SBA-15 o względnie małej średnicy, wynikają albo z oddziaływań cząsteczek wody ze ściankami porów, albo/i z różnic w warunkach, w których zachodzi proces krystalizacji.

Do zbadania oddziaływania jakie zachodzi między grupami silanolowymi, obecnych w porach krzemionki, a wodą do nich wprowadzoną, zastosowano

spektroskopię w podczerwieni. Ponieważ wiązanie wodorowe, tworzące się między protonem wody i tlenem grupy silanolowej jest znacznie silniejsze niż wzajemne oddziaływanie między cząsteczkami wody, możliwe jest określenie interakcji między wodą a silanolami na podstawie obserwacji odpowiednich pasm IR.

W zależności od średnicy mezoporów badane materiały SBA-15 zawierają różne typy grup silanolowych (Rys. 13). We wszystkich krzemionkach najwięcej jest izolowanych grup silanolowych, natomiast ilość silanoli wzajemnie połączonych wiązaniem wodorowym jest największa dla materiałów o najmniejszych porach i maleje stopniowo wraz ze wzrostem ich wielkości. Wygrzewanie próbki w temperaturze 650 °C powoduje redukcję ilości silanoli związanych wodorowo, niewpływa natomiast na populację silanoli izolowanych (Rys.13a, linia szara).

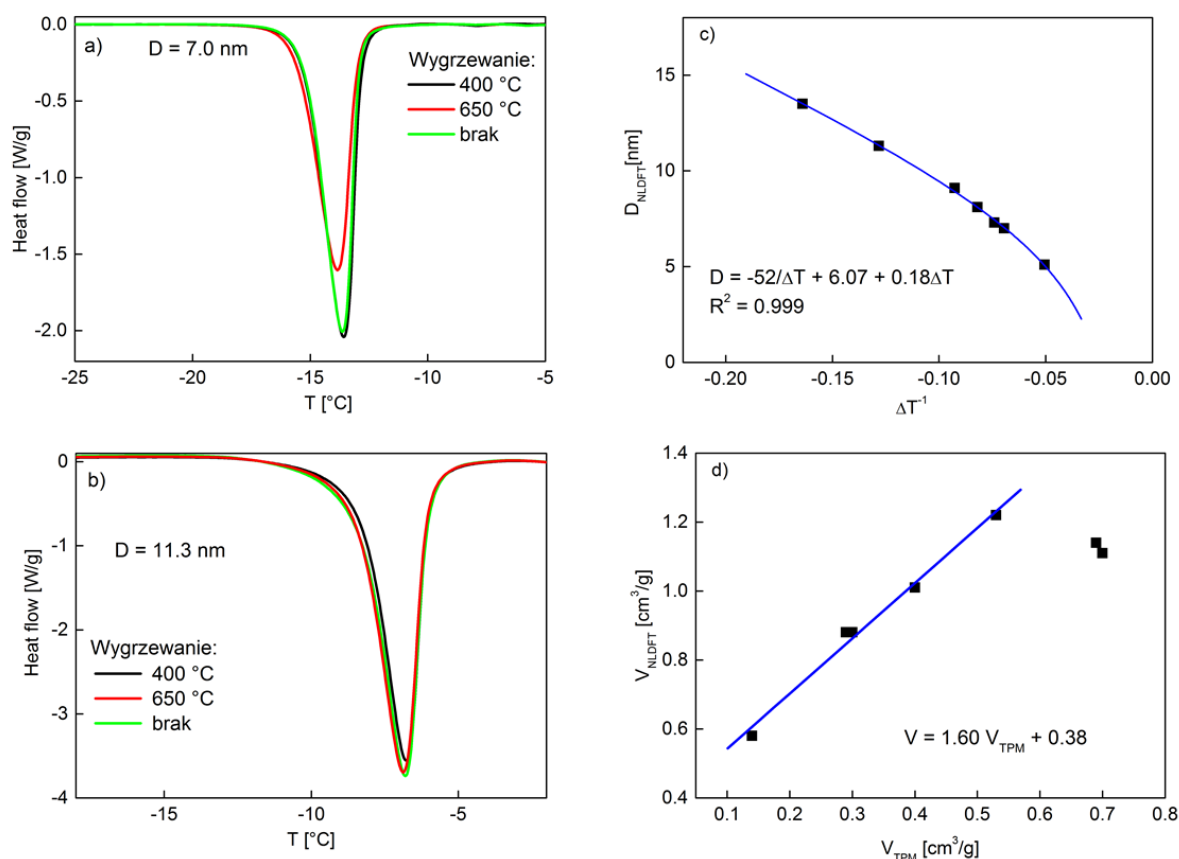
Niezależnie od wielkości porów, a tym samym ilości poszczególnych rodzajów grup silanolowych obecnych w porach sorpcja wody skutkuje powstawaniem wiązania wodorowego między cząsteczkami wody, a grupami silanolowymi; jako wynik tego oddziaływania w widmach IR pojawiają się szerokie intensywne pasma o niższej częstotliwości. (Rys. 13b). Obserwacja to pozwala na wnioskowanie, że ścianki porów krzemionki SBA-15 silnie oddziałują z zaadsorbowaną w nich wodą niezależnie od wielkości porów co może istotnie wpływać na grubość warstwy niezamarzającej. Gdy parametr l/m ma dużą wartość, wszystkie pory są przykryte warstwą cieczy. W takich warunkach krystalizacja wody w porach zachodzi w warunkach podwyższonego ciśnienia, ze względu na to, że powstający lód ma większą objętość niż woda, wypełniająca pory. Tym samym zwiększa się ilość cząsteczek wody, wchodzących w interakcje ze ściankami porów i nieulegających krystalizacji. Gdy część porów pozostaje odkrytych (małe l/m), zamarzanie zachodzi w warunkach normalnego ciśnienia i grubość warstwy wody niezamarzającej jest mniejsza.



Rys. 13. Widma IR grup silanolowych obecnych w porach SBA-15 o różnej średnicy (a), różnicowe widma IR grup silanolowych po adsorpcji wody (b).

Zbadanie natury grup silanolowych występujących w porach SBA-15 oraz zrozumienie sposobu ich oddziaływania z cząsteczkami wody, pozwoliło także na wytłumaczenie różnic w profilu przebiegu topnienia wody w porach krzemionki wygrzewanej wcześniej w różnych temperaturach. Wpływ temperatury wstępnego wygrzewania próbki jest niezwykle ważny w pomiarach TPM z użyciem wody, ponieważ najbardziej oczekiwaną sytuacją jest taka, w której wstępne wygrzewanie próbki w ogóle nie jest konieczne.

Profile topnienia wody w porach SBA-15 o różnej średnicy otrzymane dla krzemionki uprzednio wygrzewanej w temperaturze 400 °C oraz w 650 °C w porównaniu do krzemionki nieogrzewanej przed wprowadzeniem wody do jej kanałów, przedstawiono na rysunku 14. Największe różnice widoczne są w przebiegu profili uzyskanych dla SBA-15 o najmniejszych porach (rys. 14a). Dla materiału o dużych porach wygrzewanie nie wpływa na rejestrowane krzywe DSC: wygrzewanie w 400 °C prowadzi do praktycznie takich samych wyników jak w przypadku próbki niewygrzewanej (Rys. 14b). Oznacza to, że obecność związanych wodorowo grup silanolowych (wygrzewanie krzemionki SBA-15 w 400 °C nie powoduje zmniejszenia ich ilości, w przeciwieństwie do wygrzewania w 650°C) sprzyja badaniom TPM, a wstępne wygrzewanie próbki jest nie tylko niekonieczne, ale i niewskazane.



Rys. 14. Profile DSC topnienia lodu w porach krzemionki o średnicy porów 7 nm (a) oraz 11.3 nm (b) wygrzewanych wstępnie w różnych temperaturach. Dopasowanie funkcji nieliniowej do zależności średnicy porów uzyskanych z pomiarów sorpcji azotu do odwrotności temperatur topnienia wody w ich wnętrzu (c). Dopasowanie funkcji liniowej do zależności objętości porów otrzymanych z pomiarów sorpcji azotu od odpowiadających im wartości uzyskanych metodą TPM wody (d).

W oparciu o uzyskane wyniki badań, zaproponowano optymalną procedurę eksperymentalną oraz przeprowadzono kalibrację metody TPM z użyciem wody w oparciu o serię siedmiu mezoporowatych krzemionek SBA-15, różniących się rozmiarem porów. Podobnie jak w przypadku TPM wykorzystującej n-heptan, do wyników eksperymentalnych, łączących średnice porów otrzymane z sorpcji azotu z odwrotnością temperatury topnienia n-heptanu wewnątrz SBA-15, dopasowano nieliniową funkcję (Rys. 14c), natomiast do zależności wartości objętości porów uzyskanych metodą sorpcji azotu od odpowiadających im wartości uzyskanych z termoporozymetrii wody dopasowano funkcję liniową (Rys. 14d). Porównanie wyników badania porowatości innego materiału otrzymanych na podstawie TPM z wykorzystaniem nowych równań kalibracyjnych z wynikami opartymi o równania dostępne w literaturze pozwoliło stwierdzić, że nowe równania najlepiej odzwierciedlają wyniki otrzymane metodą sorpcji azotu.

Dalszą część pracy poświęcono zastosowaniu termoporozymetrii do badania materiałów łatwo degradowalnych w kontekście ich porowatości, a które trudno jest charakteryzować innymi metodami, ze względu na ich niską odporność termiczną.

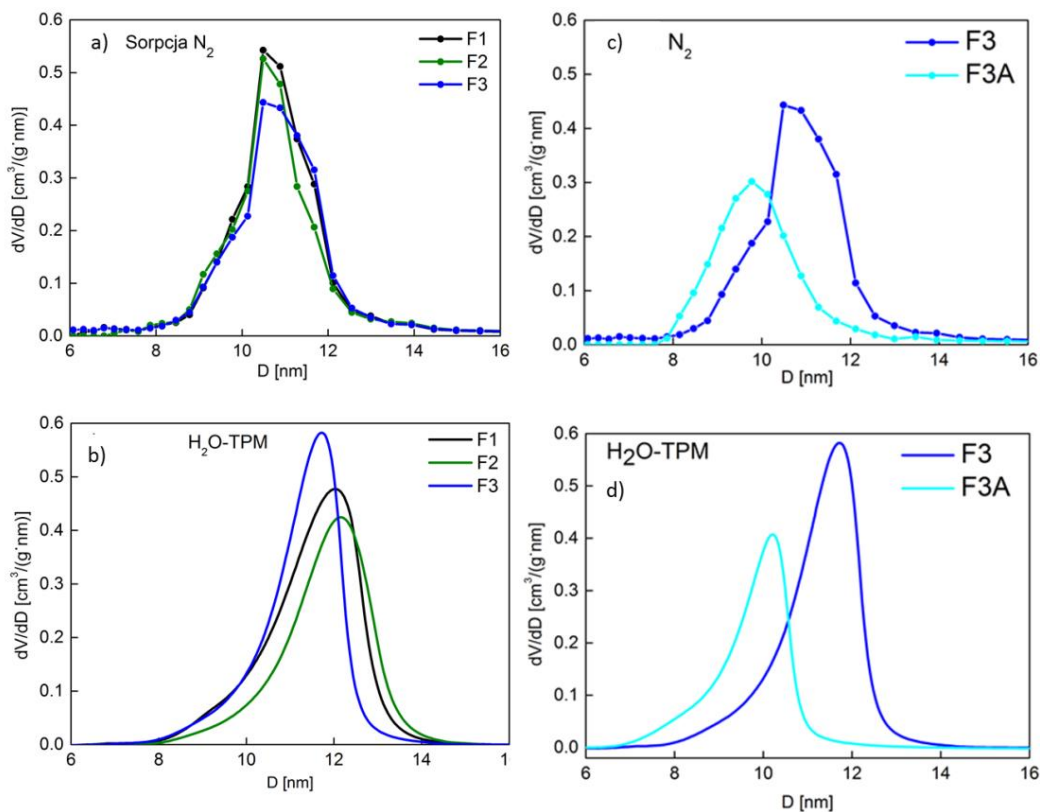
2.3.6. Zastosowanie termoporozymetrii do badania materiałów nietrwałych termicznie

Funkcjonalizowanie mezoporowatych krzemionek poprzez wprowadzenie cząstek organicznych pozwala na uzyskanie materiałów, których właściwości mogą być szeroko wykorzystywane w wielu dziedzinach. Konieczna jest jednak wcześniejsza charakterystyka ich porowatości, utrudniona przez to, że materiały te są zwykle nietrwałe termicznie. Zastosowanie termoporozymetrii wody i n-heptanu do badań porowatości krzemionek SBA-15 przed i po ich funkcjonalizowaniu przy pomocy amin, pozwoliło stwierdzić, że TPM z użyciem wody najlepiej pozwala zarejestrować małe różnice porowatości i daje najlepsze wyniki w najkrótszym czasie (H6).

Krzemionka SBA-15, syntezowana trzykrotnie, wg tej samej procedury, została następnie funkcjonalizowana przy pomocy trzech różnych amin. Materiał oznaczony jako F1 został funkcjonalizowany przez wszczepienie 3-aminopropyltrietoksyilanu, F2 przy zastosowaniu 3-aminopropyltrimetoksyilanu, natomiast F3 przy użyciu N-(2-aminoetyl)-3(trimetoksyilyl)propylaminy.

Według wyników uzyskanych metodą sorpcji azotu, profile rozkładu porów materiałów wyjściowych są praktycznie identyczne, podczas gdy odpowiadające im wyniki otrzymane z użyciem TPM wody wyraźnie wskazują na istniejące między preparatami różnice (Rys. 15a, b). Także porównanie rezultatów uzyskanych dla krzemionek przed i po ich funkcjonalizowaniu, pokazują, że TPM wody znacznie lepiej odzwierciedla subtelne różnice w wielkości porów badanych materiałów (Rys. 15 c, d). Inne metody, także termoporozymetria wykorzystująca n-heptan jako sondę, okazały się mniej czułe. Dodatkowo fakt, że tylko w przypadku stosowania H₂O-TPM do charakterystyki materiału, próbka przed pomiarem nie musi być poddawana

żadnym modyfikacją, czyni metodę termoporozymetrii z użyciem wody najbardziej rekomendowaną do badań porowatości materiałów funkcjonalizowanych.



Rys. 15. Profile PSD otrzymane dla SBA-15 z wykorzystaniem sorpcji azotu (a) oraz TPM z użyciem wody (b). Porównanie profili PSD przed i po funkcjonalizowaniu krzemionki F3 aminosilanem, otrzymane w oparciu o sorpcję azotu (c) oraz TPM z użyciem wody (d).

2.3.7. Zastosowanie termoporozymetrii do badania porowatości chrząstek

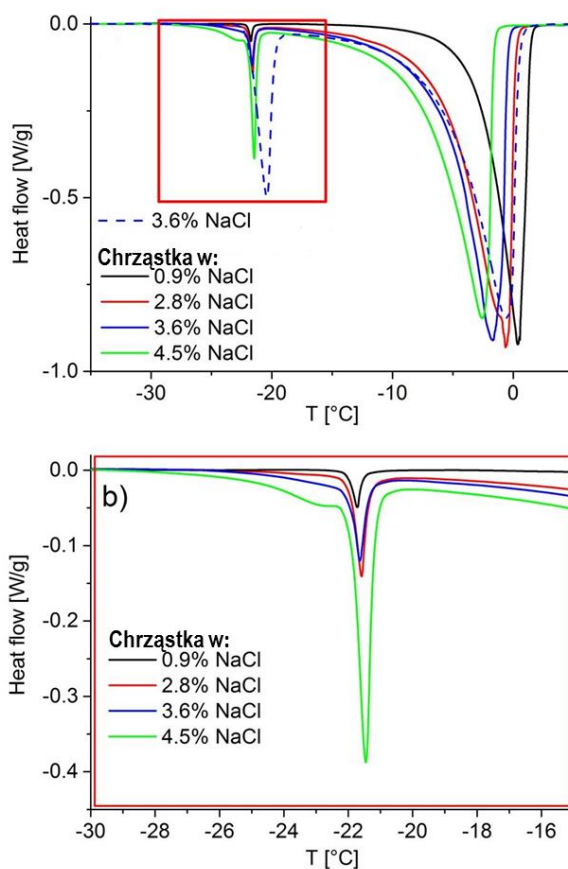
Analiza porowatości materiałów biologicznych stanowi duże wyzwanie, wobec faktu iż materiały te są wrażliwe nie tylko na suszenie ale i zmiany składu cieczy znajdującej się w ich wnętrzu. Wiadomo, że chrząstki są porowate oraz, że porowatość ta zmienia się wraz z poziomem degradacji tkanki. Znalezienie skutecznej metody charakterystyki porowatości chrząstek mogłoby przyczynić się do zwiększenia możliwości diagnostycznych przez ułatwienie poszukiwania nowych kontrastów, stosowanych w tomografii komputerowej czy obrazowaniu rezonansem magnetycznym. Jednak nie jest to proste zadanie.

Chrząstki składają się głównie z sieci włókien kolagenowych, między którymi znajduje się przestrzeń wypełniona wodą, zawierającą chondrocyty, proteoglikany oraz różnorakie jony. Struktura porowata jest zatem niejednorodna i niejasno określona, poza tym zmienia się lub całkiem zanika w czasie suszenia. Badanie jej przy pomocy klasycznych metod analizy nie jest możliwe, termoporozymetria

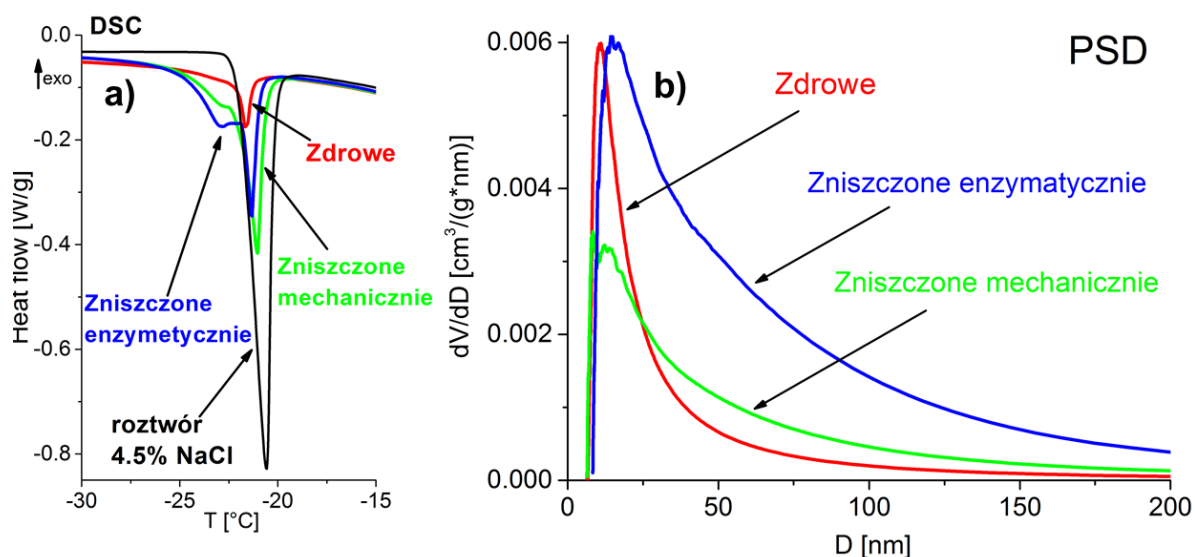
natomiast wydaje się być jedyną metodą, pozwalającą na tego typu charakterystykę. Dlatego dalszą część mojej pracy poświęciłam temu zagadnieniu (H7).

Woda okazała się nieskuteczna jako sonda do badania chrząstek przy pomocy TPM. Chrząstka zanurzona w wodzie zmienia bowiem swoją objętość (puchnie), a co za tym idzie, jej porowatość także się zmienia. Dlatego pierwszą część badań poświęcono znalezieniu odpowiedniej sondy. Najlepszym kandydatem, ze względu na naturalne występowanie w tkankach organizmów żywych, był roztwór chlorku sodu. Roztwór ten, jak każdy eutektyk, ma złożony przebieg topnienia. Dwa pikiny występujące na krzywej DSC (Rys. 16 a) ilustrują odpowiednio topnienie fazy hydrohalitu (pik przy ok. $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$) oraz fazy lodu (pik przy $0\text{ }^{\circ}\text{C}$). Zauważono, że na pikie topnienia hydrohalitu pojawia się dodatkowe ramię lub osobny pik, gdy stężenie soli, w której zanurzona była chrząstka, jest odpowiednio wysokie. Dalsze rozważania możliwych interakcji między cząstkami wchodzącymi w skład tkanki chrząstki, a jonami sodu i chloru pozwoliły na stwierdzenie, że dodatkowe ramię odzwierciedla topnienie fazy hydrohalitu wewnątrz porów chrząstki, a tym samym pozwala na charakterystykę porowatości tej tkanki przy pomocy termoporozymetrii. Ilościowa interpretacja wyników pomiarów uzyskanych z TPM przy użyciu 4.5% roztworu NaCl jako sondy, była możliwa po przeprowadzonej przeze mnie wstępnej kalibracji metody. Wykonano ją w oparciu o wcześniejsze doświadczenie i stosowane uprzednio modelowe krzemionki SBA-15. Otrzymane równanie kalibracyjne zastosowano do określenia porowatości chrząstek zdrowych oraz tkanek zniszczonych mechanicznie i enzymatycznie (Rys. 17).

Uzyskane wyniki badania porowatości chrząstek z wykorzystaniem termoporozymetrii potwierdzają hipotezę, że porowatość chrząstek rośnie w wyniku degradacji – największą porowatość wykazały chrząstki zniszczone enzymatycznie. Szeroki profil rozkładu wielkości porów wskazuje na niejednorodność badanego materiału. Otrzymane rezultaty korespondują z danymi literaturowymi dotyczącymi porowatości struktur złożonych z włókien kolagenu.



Rys. 16. Profile DSC zdrowej chrząstki zanurzonej w roztworze NaCl o różnym stężeniu, w porównaniu do przebiegu topnienia roztworu 3.6% NaCl (a). Powiększenie fragmentu rysunku a (b).



Rys. 17. Profile DSC otrzymane dla chrząstki zdrowej, zniszczonej mechanicznie oraz enzymatycznie po zanurzeniu w 4.5% roztworze NaCl w porównaniu do krzywej DSC dla samego roztworu (a). Rozkłady wielkości porów (PSD) otrzymane na podstawie TPM z wykorzystaniem 4.5% NaCl (b).

Możliwość badania porowatości chrząstek może zaowocować odkryciem nowych materiałów kontrastowych do stosowania w tomografii komputerowej czy obrazowaniu rezonansem magnetycznym. Jednak zaproponowana metoda termoporozymetrii z użyciem NaCl-TPM może przyczynić się nie tylko do zwiększenia możliwości diagnostycznych uszkodzonych chrząstek, ale także do badania porowatości innych materiałów biologicznych, jeśli pory w nich występujące nie są zbyt małe.

2.4. Podsumowanie osiągnięcia naukowego

Przedstawione wyniki ukazują ogromne możliwości zastosowania TPM do charakterystyki materiałów porowatych, wskazując jednocześnie konieczność stosowania metod komplementarnych, w celu pełniejszej charakterystyki badanych związków. Dla substancji nietrwałych termicznie termoporozymetria okazuje się jedyną metodą możliwą do zastosowania. Opisane tutaj osiągnięcie naukowe może przyczynić się do rozpowszechnienia termoporozymetrii i uczynienia z niej standardowego sposobu badania porowatości. Wyniki pracy można podsumować następująco:

- I. Znaczący wkład w rozwój termoporozymetrii (TPM), przez:
 1. Pokazanie kluczowej roli doboru cieczy wykorzystywanej do pomiarów TPM.
 2. Określenie parametrów wpływających na wyniki pomiarów TPM oraz zaproponowanie optymalnej procedury doświadczalnej dla pomiarów TPM z wykorzystaniem n-alkanów oraz wody;
 3. Określenie możliwości wykorzystania n-alkanów jako cząsteczek sond w pomiarach TPM oraz wybór n-heptanu jako najbardziej rekomendowanego związku z tego szeregu;

4. Zaproponowanie interpretacji złożonego przebiegu topnienia alkanów oraz wody w porach krzemionki SBA-15;
5. Przeprowadzenie kalibracji dla termoporozymetrii z wykorzystaniem alkanów oraz wody w oparciu o serię porowatych krzemionek SBA-15 o znanej wielkości porów, a także znalezienie empirycznych równań kalibracyjnych pozwalających na szersze wykorzystanie metody TPM;
- II. Wykazanie zalet TPM w stosunku do tradycyjnych metod badania porowatości w odniesieniu do modyfikowanych materiałów mezoporowatych;
- III. Opracowanie sposobu badania zmian porowatości chrząstek wywołanych różnego rodzaju schorzeniami metodą TPM, z wykorzystaniem wodnego roztworu NaCl (4.5%).
- IV. Wykazanie konieczności korzystania z komplementarnych metod badania porowatości ciał stałych;

Nie wszystkie problemy związane z metodą termoporozymetrii zostały rozwiązane. Kwestia dokładności wyników badania objętości porów dla materiałów o porach większych niż 10 nm pozostaje otwarta. Także możliwość stosowania TPM do charakterystyki porowatości materiałów biologicznych wymaga szerszych badań. Tematom tym planuję poświęcić czas mojej dalszej pracy. Metoda termoporozymetrii oferuje proste narzędzie do badań istotnych parametrów nanomateriałów, których możliwości aplikacyjne są ogromne, a także próbek biologicznych, niemożliwych do charakteryzacji innymi metodami. To sprawia, że metoda ta jest godna uwagi i warto inwestować w jej dalszy rozwój.

3. Omówienie pozostałych osiągnięć naukowo-badawczych

3.1. Pełna lista publikacji naukowych

Autor korespondencyjny został zaznaczony gwiazdką. Przy każdej z publikacji podano wartość współczynnika oddziaływania IF z roku wydania publikacji, jeśli nie zaznaczono inaczej. Wartości punktów MNiSW podano wg najnowszych danych zawartych na stronie Ministerstwa. Ilość cytowań podano wg Web of Science z 2 lutego 2017.

Publikacje w czasopiśmie z bazy JCR

przed uzyskaniem stopnia naukowego doktora:

1. P. Kuśtrowski, A. Rafalska-Łasocha, **D. Majda**, D. Tomaszewska, R. Dziembaj*, *Preparation and characterization of new Mg-Al-Fe oxide catalyst precursors for dehydrogenation of ethylbenzene in the presence of carbon dioxide*, Solid State Ionics, 141-142 (2001) 237-242
 IF= 1.534 MNiSW=35 Cytowań: 34
 Wkład własny 10%: wykonanie pomiarów TGA oraz zilustrowanie otrzymanych wyników.

2. J. Surman, **D. Majda**, A. Rafalska-Łasocha, P. Kuśtrowski, L. Chmielarz, R. Dziembaj*, *Potassium ferrites formation in promoted hematite catalysts for dehydrogenation. Thermal and structural analyses*, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol.65 (2001) 445-450
 IF= 0.545 MNiSW=20 Cytowań: 4
 Wkład własny 20%: wykonanie pomiarów TGA oraz zilustrowanie otrzymanych wyników.

3. L. Chmielarz, P. Kuśtrowski, A. Rafalska-Łasocha, **D. Majda**, R. Dziembaj*; *Catalytic activity of Co-Mg-Al, Cu-Mg-Al and Cu-Co-Mg-Al mixed oxides derived from hydrotalcites in SCR of NO with ammonia*; Applied Catalysis B: Environmental 35 (2002) 195-210
 IF= 2.866 MNiSW=45 Cytowań: 78
 Wkład własny 10%: pomiary termogravimetryczne oraz analiza produktów rozkładu.

4. K. Kingler, **D. Majda**, H. Vinek*, *n-Heptane hydroisomerization over Pt containing mixtures of zeolites with inert materials* Applied Catalysis A: General 225 (2002) 301-312
 IF= 1.915 MNiSW=40 Cytowań: 43
 Wkład własny 30%: pomiary IR dla benzenu, n-heptanu oraz n-heksanu adsorbujących się na zeolitach HMC-22 oraz HBeta. Interpretacja wyników, wykonanie ilustracji.

5. R. Dziembaj*, M. Molenda, **D. Majda**, S. Walas, *Synthesis, thermal and electrical properties of $Li_{1+\delta}Mn_{2-\delta}O_4$ prepared by sol-gel method*, Solid State Ionics, 157 (2003) 81-87
 IF= 1.599 MNiSW=35 Cytowań: 34
 Wkład własny 10%: wykonanie pomiarów TGA oraz zilustrowanie otrzymanych wyników.

6. W. Makowski*, **D. Majda**, R. Dziembaj, *Badania adsorpcji alkanów na zeolitach HZSM-5 i HY metodą termogravimetryczną*, Przemysł Chemiczny, 82/3 (2003) 226-229
 IF= 0.367^a MNiSW=15 Cytowań: 1
 Wkład własny 35%: wykonanie pomiarów sorpcji alkanów na zeolitach przy wykorzystaniu termogravimetru, zilustrowanie otrzymanych wyników.

7. W. Makowski*, **D. Majda**, *Temperature-programmed equilibrated desorption of n-hexane as a tool for characterization of the microporous structure of zeolites*, Thermochimica Acta, 412 (2004) 131-137
 IF= 1.161 MNiSW=25 Cytowań: 16
 Wkład własny 40%: wykonanie pomiarów sorpcji alkanów na zeolitach przy wykorzystaniu termogravimetru, zilustrowanie otrzymanych wyników oraz ich interpretacja. Udział w dyskusji nad całością pracy.

^a Wg danych zawartych na stronie czasopisma

8. A. Migdał-Mikuli*, E. Mikuli, R. Dziembaj, **D. Majda**, Ł. Hetmańczyk, *Thermal decomposition of $[Ni(NH_3)_6](NO_3)_2$, $[Ni(ND_3)_6](NO_3)_2$ and $[Mg(NH_3)_6](NO_3)_2$* , Thermochimica Acta, 419 (2004) 223-229

IF= 1.161 MNiSW=25 Cytowań: 17

Wkład własny 10%: pomiary termogravimetryczne, analiza produktów rozkładu, udział w dyskusji wyników.

po uzyskaniu stopnia naukowego doktora:

9. M. Molenda, R. Dziembaj*, **D. Majda**, M. Dudek; *Synthesis and characterisation of sulphided lithium manganese spinels $LiMn_2O_{4-y}S_y$ prepared by sol-gel method*, Solid State Ionics, 176 (19-22): 1705-1709 Sp. Iss. SI JUN (2005)

IF= 1.571 MNiSW=35 Cytowań: 16

Wkład własny 10%: wykonanie analiz TGA oraz DSC.

10. **D. Majda** and W. Makowski*, *Thermogravimetric studies of the equilibrated thermodesorption of n-alkanes from selected zeolite*, Studies in Surface Science and Catalysis 158 (2005) 1161-1168

IF= 0.307 MNiSW=0 Cytowań: 5

Wkład własny 45%: wykonanie pomiarów sorpcji alkanów na zeolitach przy wykorzystaniu termogravimetru, zilustrowanie otrzymanych wyników oraz ich interpretacja. Udział w dyskusji nad całością pracy i w redakcji tekstu.

11. W. Makowski*, **D. Majda**, *Equilibrated thermodesorption studies of adsorption of n-hexane and n-heptane on zeolites Y, ZSM-5 and ZSM-11*, Applied Surface Science 252 (2005) 707-715

IF= 1.263 MNiSW=35 Cytowań: 22

Wkład własny 45%: wykonanie pomiarów sorpcji alkanów na zeolitach przy wykorzystaniu termogravimetru, zilustrowanie otrzymanych wyników oraz ich interpretacja. Udział w dyskusji nad całością pracy i w redakcji tekstu.

12. M. Rachwalska*, **D. Majda** *Non-equivalent water molecules in $[Ni(H_2O)_6](ClO_4)_2$ and in $[Ni(D_2O)_6](ClO_4)_2$ in the thermogravimetric investigations*, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 89 (1) July 2007, 277-281

IF= 1.483 MNiSW=20 Cytowań: 5

Wkład własny 40%: pomiary termogravimetryczne, analiza produktów rozkładu metodą QMS, analizy DSC, wykonanie rysunków, udział w dyskusji wyników i w redakcji tekstu.

13. W. Makowski*, **D. Majda** *Temperature programmed desorption of n-hexane and n-heptane from MFI and FAU zeolites*, Journal of Porous Materials 14 (1) Mar 2007, 27-35

IF= 1.000 MNiSW=20 Cytowań: 11

Wkład własny 45%: wykonanie pomiarów sorpcji alkanów na zeolitach przy wykorzystaniu termogravimetru, zilustrowanie otrzymanych wyników oraz ich interpretacja. Udział w dyskusji nad całością pracy i w redakcji tekstu.

14. W. Makowski*, B. Gil, **D. Majda** *Characterization of acidity and porosity of zeolite catalysts by the equilibrated thermodesorption of n-hexane and n-nonane* Catalysis Letters 120 (1-2) January **2008**, 154-160
IF= 1.867 MNiSW=25 Cytowań: 16
Wkład własny 20%: wykonanie pomiarów sorpcji alkanów na zeolitach przy wykorzystaniu termograwimetrii, zilustrowanie otrzymanych wyników oraz ich interpretacja.
15. **D. Majda**, F.A.A. Paz, O. Delgado Friedrichs, M.D. Foster, A. Simplerler, R.G. Bell* and J. Klinowski*, *Hypothetical Zeolite Frameworks: In search of potential heterogeneous catalysts* Journal of Physical Chemistry C, 112 (4) **2008**, 1040-1047
IF= 3.396 MNiSW=35 Cytowań: 21
Wkład własny 20%: wykonanie obliczeń struktur zeolitowych przy wykorzystaniu programu GULP, udział w dyskusji wyników.
16. **D. Majda**, A. Korobov, U. Filek, B. Sulikowski, P. Midgley, D. Vowles and J. Klinowski* *Low-temperature thermal decomposition of large single crystals of ammonium perchlorate* Chemical Physics Letters 454 (**2008**) 233–236
IF= 2.169 MNiSW=25 Cytowań: 9
Wkład własny 30%: wykonanie analiz TGA wraz z analizą produktów gazowych QMS, oraz pomiary DSC. Analiza otrzymanych wyników, wykonanie rysunków, udział w dyskusji całości pracy.
17. B. Garbarz-Glos*; R. Bujakiewicz-Korońska; **D. Majda**; M. Antonova; A. Kalvane; C. Kuś „*Differential scanning calorimetry investigation of phase transition in BaZr_xTi_{1-x}O₃*” Integrated Ferroelectrics 108 (1) **2009**, 106-115
IF= 0.329 MNiSW=15 Cytowań: 5
Wkład własny 5%: wykonanie pomiarów DSC oraz analiza otrzymanych wyników.
18. A. Węgrzyn*, A. Rafalska-Łasocha, **D. Majda**, R. Dziembaj, H. Papp *The influence of mixed anionic composition of Mg–Al hydrotalcites on the thermal decomposition mechanism based on in situ study* Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 99 (**2010**) 443–457
IF= 1.752 MNiSW=20 Cytowań: 21
Wkład własny 5%: wykonanie pomiarów TGA-QMS.
19. **D. Majda***, W. Makowski *Studies on the equilibrated thermodesorption of n-hexane from ZSM-5 zeolite. The influence of the extraframework cations.* Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 101 (**2010**) 519-526
IF= 1.752 MNiSW=20 Cytowań: 7
Wkład własny 60%: koncepcja badań, wykonanie pomiarów sorpcji alkanów na zeolitach przy wykorzystaniu termograwimetrii, zilustrowanie otrzymanych wyników oraz ich interpretacja. Plan całości pracy, napisanie pierwszej wersji manuskryptu.

20. A. Krupa*, **D. Majda**, R. Jachowicza, W. Mozgawa, *Solid-state interaction of ibuprofen and Neusilin US2* Thermochimica Acta 509 (2010) 12-17
 IF= 1.908 MNiSW=25 Cytowań: 20
 Wkład własny 25%: wykonanie analiz TGA-QMS, wykonanie analiz DSC, interpretacja wyników, dyskusja całości pracy, udział w edycji ostatecznego tekstu.
21. W. Przybylski, R. Gryboś*, **D. Majda**, J.T. Szklarzewicz *Effect of alkali metal ion and hydrogen bonds on thermal stability of $M[VO(O_2)_2bpy] \cdot nH_2O$ ($M = Li^+ - Rb^+$) and $Cs[VO(O_2)_2bpy] \cdot H_2O_2$ complexes* Thermochimica Acta 514 (2011) 32-36
 IF= 1.805 MNiSW=25 Cytowań: 1
 Wkład własny 10%: wykonanie pomiarów TGA-QMS.
22. **D. Majda**, A. Korobov, U. Filek, B. Sulikowski, P. Midgley, D. A. Nicol, J. Klinowski* *Low-temperature thermal decomposition of crystalline partly and completely deuterated ammonium perchlorate* Chemical Physics Letters 504 (2011) 185-188
 IF= 2.337 MNiSW=25 Cytowań: 3
 Wkład własny 30%: wykonanie analiz TGA wraz z analizą produktów gazowych QMS, oraz pomiary DSC. Analiza otrzymanych wyników, wykonanie rysunków, udział w dyskusji całości pracy.
23. M. Rachwalska*, I. Natkaniec, Z. Urbanek, **D. Majda** *Inelastic neutron scattering (INS) study of low frequency vibrations of acid K salt of (E)-2-hydroxyimino-2-cyanoacetic acid ethyl ester and its phase situation by DSC method* Zeitschrift fur Physikalische Chemie 226, Issue 4, (2012) 291-314
 IF= 1.128 MNiSW=15 Cytowań: 2
 Wkład własny 10%: wykonanie analiz DSC, wykonanie rysunków, udział w dyskusji wyników i w ostatecznej redakcji tekstu.
24. **D. Majda***, W. Makowski, M. Mańko *"Pore size distribution of micelle-templated silicas studied by thermoporosimetry using water and n-heptane"* Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 109 (2012) 663-669.
 IF= 1.982 MNiSW=20 Cytowań: 10
 Udział własny 85%. Praca wliczona do cyklu (H1).
25. L. Kolek, M. Massalska-Arodź*, **D. Majda**, B. Wantusiak, S. Zalewski, P. Kula *Studies of phase diagram of a liquid crystal with 4-[2-(3-fluorophenyl) ethyl]biphenyl core of molecules* Acta Physica Polonica A (2012) 122 (2) , pp. 370-374
 IF= 0.525^a MNiSW=15 Cytowań: 3
 Wkład własny 5%: wykonanie analiz DSC.
26. E. Mikuli*, A. Migdał – Mikuli and **D. Majda**, *Thermal decomposition of polycrystalline $[Ni(NH_3)_6](NO_3)_2$* , Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. 112 (2013) 1191-1198
 IF= 2.206 MNiSW=20 Cytowań: 3

^a Wg danych zawartych na stronie czasopisma

Wkład własny 30%: wykonanie analiz TGA, QMS oraz DSC, interpretacja wyników, wykonanie rysunków, udział w dyskusji wyników i w redakcji tekstu.

27. W. Makowski*, K. Mlekodaj, **D. Majda** *Characterization of acidic zeolite catalysts by thermodesorption and cracking of n-nonane* Microporous and Mesoporous Materials 166 (2013) 137-143.

IF= 3.209 MNiSW=35 Cytowań: 2

Wkład własny 10%: wykonanie analiz TGA oraz QMS, interpretacja wyników.

28. Ł. Kolek, M. Massalska-Arodź*, **D. Majda**, B. Suchodolska and S. Zalewski *Studies of Phase Diagram and Glass Transitions of a Liquid Crystal with Ferro- and Antiferroelectric Phases* Acta Physica Polonica A 124 (2013) 909-912

IF= 0.525^a MNiSW=15 Cytowań: 0

Wkład własny 5%: wykonanie analiz DSC.

29. Ł. Kolek*, M. Massalska-Arodź, M. Paluch, Karolina Adrjanowicz, Tomasz Rozwadowski, **D. Majda**, *Dynamics in ferro- and antiferroelectric phases of a liquid crystal with fluorinated molecules as studied by dielectric spectroscopy* Liquid Crystals 40 (8), (2013), 1082-1088

IF= 2.349 MNiSW=30 Cytowań: 4

Wkład własny 5%: wykonanie analiz DSC.

30. E. Markiewicz*, R. Bujakiewicz-Korońska, **D. Majda**, L. Vasylechko, A. Kalvane, M. Matczak *Effect of cobalt doping on the dielectric response of Ba_{0.95}Pb_{0.05}TiO₃ ceramics* Journal of Electroceramics (2014) 32:92-101

IF= 1.744 MNiSW=35 Cytowań: 3

Wkład własny 5%: wykonanie analiz DSC, wykonanie rysunków, interpretacja wyników.

31. M. Molenda*, M. Świętosławski, A. Wach, **D. Majda**, P. Kuśtrowski, R. Dziembaj. *Stability of C/Li₂MnSiO₄ composite cathode material for Li-ion batteries towards LiPF₆ based electrolyte* Solid State Ionics, 262 (2014) 98-101

IF= 2.561 MNiSW=35 Cytowań: 4

Wkład własny 5%: wykonanie analiz DSC.

32. W. Makowski*, M. Mańko, P. Zabierowski, K. Mlekodaj, **D. Majda**, J. Szklarzewicz, W. Łasocho, *Unusual adsorption behavior of volatile hydrocarbons on MOF-5 studied using thermodesorption methods* Thermochimica Acta 587 (2014) 1-10

IF= 2.184 MNiSW=25 Cytowań: 5

Wkład własny 5%: wykonanie analiz TGA

33. **D. Majda***, W. Makowski M. Mańko, K. Mlekodaj, A. Michalik-Zym, B.D. Napruszewska, M. Zimowska, E.M. Serwicka *Porosity characterization of SBA-15*

^a Wg danych zawartych na stronie czasopisma

- silicas with thermoporosimetry of water and n-alkanes - The effect of the probe liquid nature* Microporous and Mesoporous Materials 201 (2015) 141-150.
IF= 3.349 MNiSW=35 Cytowań: 3
Udział własny 70%: Praca wliczona do cyklu (H2).
34. B. Gil*, W. J. Roth, W. Makowski, B. Marszalek, **D. Majda**, Z. Olejniczak, P. Michorczyk, *Facile evaluation of the crystallization and quality of the transient layered zeolite MCM-56 by infrared spectroscopy* Catalysis Today 243 (2015) 39-45
IF= 4.312 MNiSW=35 Cytowań: 2
Wkład własny 5%: wykonanie analiz TGA
35. M. Molenda*, M. Bakierska, **D. Majda**, M. Świętosławski, R. Dziembaj, „*Structural and electrochemical characterization of sulphur-doped lithium manganese spinel cathode materials for lithium ion batteries*” Solid State Ionics, 272 (2015) 127-132
IF= 2.380 MNiSW=35 Cytowań: 4
Wkład własny 5%: wykonanie analiz DSC.
36. M. Jabłońska, L. Chmielarz*, A. Węgrzyn, K. Góra-Marek, Z. Piwowarska, S. Witkowski, E. Bidzińska, P. Kuśtrowski, A. Wach, **D. Majda**; *Hydrotalcite derived (Cu, Mn)-Mg-Al metal oxide systems doped with palladium as catalysts for low-temperature methanol incineration*, Applied Clay Science, 114 (2015) 273-282
IF= 2.586 MNiSW=35 Cytowań: 3
Wkład własny 5%: wykonanie analiz TGA-QMS.
37. I. Zarzyka*, B. Łukasiewicz-Czul, T. Pacześniak, R. Stagraczyński, **D. Majda**, *Effect of the Additive Fire Retardants on the Properties of Rigid Polyurethane Foams, Obtained Using Hydroxyethyl Derivatives of Oxamide and Polymeric 4,4'-diphenylmethane Diisocyanate*” Polymer - Plastics Technology and Engineering, 54 (2015) 1280-1288
IF= 1.511 MNiSW=0 Cytowań: 0
Wkład własny 5%: wykonanie analiz TGA.
38. **D. Majda***, A. Korzeniowska, W. Makowski, A. Michalik-Zym, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, E. M. Serwicka, *Thermoporosimetry of n-alkanes for characterization of mesoporous SBA-15 silicas - refinement of methodology* Microporous and Mesoporous Materials 222 (2016) 33-43
IF= 3.349 MNiSW=35 Cytowań: 3
Udział własny 70%: Praca wliczona do cyklu (H3).
39. **D. Majda***, K. Tarach, K. Góra-Marek, A. Michalik-Zym, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, E. M. Serwicka, *Thermoporosimetry of n-alkanes for characterization of mesoporous SBA-15 silicas – towards deeper understanding the effect of the probe liquid nature*, Microporous and Mesoporous Materials 226 (2016) 25-33
IF= 3.349 MNiSW=35 Cytowań: 2
Udział własny 70%: Praca wliczona do cyklu (H4).

40. M. Bakierska, M. Świętosławski, M. Gajewska, **D. Majda**, M. Drozdek and M. Molenda* *Study on stability and electrochemical properties of Nano-LiMn_{1.9}Ni_{0.103}99S_{0.01}-based li-ion batteries with liquid electrolyte containing LiPF₆*, Journal of Nanomaterials, <http://dx.doi.org/10.1155/2016/1497983>, Volume 2016 (2016), Article ID 1497983, 9 pages
IF= 1.758 MNiSW=25 Cytowań: 0
Wkład własny 5%: wykonanie analiz DSC.
41. M. Bakierska, M. Świętosławski, A. Chojnacka, **D. Majda**, R. Dziembaj, M. Molenda*, *Effect of electrolyte composition on thermal stability and electrochemical performance of LiMn₂O_{4-y}Sy cathodes for Li-ion batteries*, Materials Technology, 31 (2016) 614-622
IF= 0.746 MNiSW=20 Cytowań: 1
Wkład własny 5%: wykonanie analiz DSC.
42. **D. Majda***, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, W. Makowski, *Porosity of SBA-15 after functionalization of the surface with aminosilanes*, Microporous and Mesoporous Materials 234 (2016) 98-106
IF= 3.349 MNiSW=35 Cytowań: 0
Udział własny 80%: Praca wliczona do cyklu (H6).
43. **D. Majda***, M. Zimowska, K. Tarach, K. Góra-Marek, B. D. Napruszewska, A. Michalik-Zym, *Water thermoporosimetry as a tool of characterization of the textural parameters of mesoporous materials. Refinement of the methodology*. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 127 (2017) 207-220
IF= 1.781 MNiSW=20 Cytowań: 0
Udział własny 75%: Praca wliczona do cyklu (H5).
44. A. Chojnacka, M. Molenda*, **D. Majda**, P. Natkański, R. Dziembaj, *Leak testing of carbon-tin nanocomposites by thermal analysis methods*, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 127 (2017) 47-53.
IF= 1.781 MNiSW=20 Cytowań: 0
Udział własny 10%: Wykonanie analiz TGA, QMS oraz DSC. Udział w interpretacji wyników oraz końcowej edycji tekstu.
45. R. Bujakiewicz-Korońska, D.M. Naęcz, A.M. Majcher, E. Juszyńska-Gałązka, M. Gałązka, L. Vasylechko, E. Markiewicz, **D. Majda**, A. Kalvane, K. Koroński, *Structural, magnetic, dielectric and mechanical properties of (Ba,Sr)MnO₃ ceramics*. Journal of the European Ceramic Society 37 (2017) 1477-1486.
IF= 2.933 MNiSW=50 Cytowań: 0
Udział własny 3%: Wykonanie analiz oraz interpretacja wyników DSC.

46. **D. Majda***, A. Bhattarai, J. Riikonen, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, A. Michalik-Zym, J. Töyräs and V-P. Lehto*, *New approach for determining cartilage pore size distribution: NaCl-thermoporometry*, *Microporous and Mesoporous Materials* 241 (2017) 238-245

IF= 3.349 MNiSW=35 Cytowań: 0

Udział własny 65%: Praca wliczona do cyklu (H7).

47. A. Krupa*, **D. Majda**, W. Mozgawa, J. Szlęk and R. Jachowicz, *Physicochemical Properties of Bosentan and Selected PDE-5 Inhibitors in the Design of Drugs for Rare Diseases*, *AAPS PharmSciTech* DOI: 10.1208/s12249-016-0599-7. Dostępne on-line od 5 sierpnia 2016.

IF= 1.954 MNiSW=25 Cytowań: 0

Udział własny 10%: Wykonanie analiz TGA, QMS oraz DSC. Udział w interpretacji wyników oraz końcowej edycji tekstu.

Rozdziały w pracach monograficznych oraz publikacje w czasopismach spoza bazy JCR

przed uzyskaniem stopnia naukowego doktora:

brak

po uzyskaniu stopnia naukowego doktora:

48. W. Ojczyk, J. Marzec, K. Świerczek, W. Zając, M. Molenda, R. Dziembaj, **D. Majda**, J. Molenda*; *Zarys technologii otrzymywania kompozytowych materiałów katodowych na bazie LiFePO₄*, *Ceramika/Ceramics* 96 (2006) 389

Udział własny 5%: Wykonanie analiz TGA.

49. F.A. Almeida Paz, **D. Majda**, R.G. Bell and J. Klinowski* *Discovering new crystal architectures. Chapter in book Turning Points in Solid-State, Materials and Surface Science A Book in Celebration of the Life and Work of Sir John Meurig Thomas (K.D.M. Harris and P.P. Edwards, Eds.), Royal Society of Chemistry, chapter 13, pp. 221-238 (2007) ISBN: 978-0-85404-114-5*

Wkład własny 20%: wykonanie obliczeń struktur zeolitowych przy wykorzystaniu programu GULP, udział w dyskusji wyników.

50. **D. Majda***, *Thermoporosimetry - an underestimated method to study the properties of porous materials Chapter in book: Monographic studies in molecular sieves: synthesis, characterization and applications.*, p. 89-94 Vol. 1, ISBN: 978-83-929430-2-0 Polish Zeolite Association, Poznań (2010) 31-39

Udział własny 100%.

51. M. Bakierska, M. Molenda*, **D. Majda**, R. Dziembaj, *Functional Starch Based Carbon Aerogels for Energy Applications*, *Procedia Engineering* 98 (2014) 14 - 19.

Wkład własny 5%: wykonanie analiz DSC.

Podsumowanie dorobku naukowego:

❖ liczba publikacji w czasopismach z bazy JCR:	47
❖ liczba publikacji w czasopismach spoza bazy JCR:	4
❖ sumaryczny współczynnik oddziaływania IF:	90.987
❖ średnia wartość IF:	1.936
❖ sumaryczna punktacja MNiSW:	1250
❖ średnia punktacja MNiSW:	26.6
❖ cytowania (wg bazy <i>Web of Science</i> , z dnia 02.02.2017):	
• całkowita liczba cytowań:	443
• liczba cytowań bez samocytowań:	406
• średnia liczba cytowań na 1 artykuł:	10.30
• indeks Hirscha (h):	12

3.2. Udział w projektach badawczych

1. Grant zamawiany PAN NrPBZ-KBN-116/T09/2004

Nowe materiały katalityczne jako podstawa procesów chemicznych przyjaznych dla środowiska w zakresie „Opracowanie innowacyjnych układów katalitycznych na podstawie struktur porowatych o kontrolowanej architekturze w zastosowaniu do reakcji oczyszczania powietrza ze szkodliwych zanieczyszczeń oraz do przyjaznej środowisku syntezy organicznej”, w temacie „Opracowanie innowacyjnych katalizatorów o kontrolowanej strukturze porowatej na podstawie flogopitowych i wermikulitowych minerałów warstwowych dla procesów konwersji tlenków azotu”.

Czas realizacji: 2006-2009

Charakter udziału: **wykonawca**

2. Projekt badawczy MNiSW Nr N507 108 32/3175

Zastosowanie równowagowej termodesorpcji n-alkanów jako metody badania materiałów mikro- i mezoporowatych

Czas realizacji: 2007-2010

Charakter udziału: **wykonawca**

3. Projekt badawczy MNiSW N N209 088638

Opracowanie stabilnych, nanokompozytowych katod C/Li₂MSiO₄ dla akumulatorów litowych o wysokiej pojemności

Czas realizacji: 2010-2013

Charakter udziału: **wykonawca**

4. Projekt badawczy COOPERATION 7PR UE

MOF jako katalizatory o adsorbenty: odkrycie i modyfikacja materiałów dla zastosowań przemysłowych

Czas realizacji: 2009-2013

Charakter udziału: **wykonawca**

5. FS0 Fundusze Strukturalne UDA-POIG.01.03.01-12-174/09-00
Kompleksy wanadu-innowacyjne metalofarmaceutyki w leczeniu cukrzycy
Czas realizacji: 2009-2014
Charakter udziału: **wykonawca**
6. Grant NCN ("OPUS4") 2012/07/B/ST5/00904
Sieci metalo-organiczne MOF oparte na polifunkcyjnych ligandach hydrazonowych: synteza, struktura i właściwości fizykochemiczne.
Czas realizacji: 2013-2016
Charakter udziału: **wykonawca**
7. Grant NCN ("OPUS4") 2012/07/B/ST5/00911
Rozwój termoporozymetrii jako metody badania materiałów mezoporowatych
Czas realizacji: 2013-2016
Charakter udziału: **kierownik**
8. Grant NCN ("OPUS5") 2013/09/B/ST5/00066
Charakterystyka właściwości kwasowo/redoksoowych oraz parametrów teksturalnych materiałów hierarchicznych w perspektywie ich zastosowań jako katalizatorów.
Czas realizacji: 2014-2017
Charakter udziału: **główny wykonawca**

3.3. Nagrody i wyróżnienia

2004	Stypendium Małopolskiej Fundacji Stypendialnej „Sapere Auso” dla studentów szczególnie aktywnych edukacyjnie
2005/2006	Stypendium z Rektorskiego Funduszu Stypendialnego UJ
2016	Nagroda Rektora UJ zespołowa I stopnia za osiągnięcia naukowe

3.4. Wykłady na zaproszenie

1. „Thermoporometry as a method to characterize porous materials” .
Seminarium of Department of Applied Physics in University of Eastern Finland. 14 kwietnia 2016, Kuopio, Finlandia (prezentacja w j. angielskim)
2. „Termoporozymetria jako metoda badania materiałów mezoporowatych” .
II Seminarium Analizy Termicznej, 17-20 kwietnia 2016, Zakopane
3. „Termoporozymetria jako metoda badania materiałów mezoporowatych” .
Zaproszenie do wygłoszenia wykładu w ramach seminarium w Instytucie Katalizy i Fizykochemii Powierzchni im. Jerzego Habera PAN, 22 marca 2017, Kraków

3.5. Recenzje

a. publikacji

1. Microporous and Mesoporous Materials, 8 artykułów w latach 2014-2017
2. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 4 artykuły w latach 2014-2016
3. Adsorption, 1 artykuł w 2017 roku

b. skryptów

1. Przemysław Kolek. *Chemia*. Skrypt dla studentów kierunku Inżynieria Materiałowa. Wydawnictwo Uniwersytetu Rzeszowskiego, Rzeszów 2014

3.6. Udział w konferencjach naukowych

3.6.1. Konferencje międzynarodowe

Nazwisko autora prezentującego zaznaczono pogrubioną czcionką. Językiem wszystkich prezentacji podczas konferencji o zasięgu międzynarodowym był język angielski.

Prezentacje ustne:

1. **D. Majda**, K. Tarach, K. Góra-Marek, A. Michalik-Zym, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, E. M. Serwicka
Thermoporosimetry of n-alkanes for characterization of mesoporous SBA-15 silicas
CEEC-TAC3, 24-29 sierpnia 2015, Lublana, Słowenia

Postery:

1. W. Makowski, **D. Majda**, R. Dziembaj
Thermogravimetric studiem of temperature programmed desorption of n-hexane and n-heptane from zeolites
EuropaCat, Austria, Innsbruck, 31 sierpnia – 4 września 2003
2. W. Makowski, **D. Majda**
Determination of enthalpy and entropy of adsorption of linear alkanes on selected zeolites by means of equilibrium controlled temperature programmed desorption
EURESCO Conference, Zeolite Molecular Sieves, Germany, Hattingen, 20-25 marca 2004
3. **D. Majda**, W. Makowski
Thermogravimetric studies of the equilibrated thermodesorption of n-alkanes from selected zeolites
3rd FEZA Conference, Czech Republic, Prague, 23-26 sierpnia 2005

4. **D. Majda**, W. Makowski, R. Dziembaj
Thermodesorption of n-hexane and n-heptane from selected zeolites
International Symposium Catalytic processes on advanced micro- and mesoporous materials, Bulgaria, Nessebar 2-5 września 2005
5. **D. Majda**, R. G. Bell and J. Klinowski
Discovering New Zeolite Structures
Marie Curie Conference and Training courses: „Nanostructured material and membrane modelling and simulation”, 18-27 czerwca 2008, Patras, Greece
6. **D. Majda**, W. Makowski,
Study the influence of the extraframework cations on the thermodesorption of n-hexane on ZSM-5 zeolites.
10th Conference on Calorimetry and Thermal Analysis and 2nd joint Czech - Hungarian - Polish - Slovakian Thermoanalytical Conference, Zakopane, Poland, 30 sierpnia - 3 września 2009
7. **D. Majda**, K. Mlekodaj, M. Mańko, W. Makowski, M. Zimowska, A. Michalik-Zym, B. D. Napruszewska, E. Serwicka
Thermoporosimetry – underestimated tool of studying properties of mesoporous materials
FEZA 8-11 września 2014, Lipsk, Niemcy.
8. **D. Majda**, K. Tarach, K. Góra-Marek, A. Michalik-Zym, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, E. M. Serwicka
Water thermoporosimetry as a tool of characterization of the textural parameters in mesopore systems
CEEC-TAC3, 24-29 sierpnia 2015, Lublana, Słowenia

Współautorstwo prezentacji:

1. M. Molenda, D. Majda, R. Dziembaj
Synthesis, thermal and electrical properties of $Li_{1+\delta}Mn_{2-\delta}O_4$ prepared by sol-gel method.
6th International Symposium on System with Fast Ionic Transport - 9-12 May 2001 Kraków
2. W. Makowski, D. Majda
Adsorption of linear hydrocarbons on zeolites studied by TG and DSC methods
XIII Kraków-Jena Seminar on Physical Chemistry Kraków, 30th September - 4th October 2003
3. W. Makowski, D. Majda, R. Dziembaj
Thermodesorption studies of entropy effects in adsorption of n-hexane on ZSM-5 and ZSM-11 zeolites
Fifth International Symposium Surface Heterogeneity Effects in Adsorption and Catalysis on Solids Gdańsk, września 2004

4. D. Majda, R. Bell, F.A. Almeida Paz and Jacek Klinowski
Discovering new crystal architectures
International Conference "Modern physical chemistry for advanced materials"
26-30 czerwca 2007, Kharkiv, Ukraine
5. O. Musiał, D. Majda, S. Hoste, M. Najbar
Catalytic oxidation of diesel particulates on MnO₂ pure and doped with Cu or Pt
International symposium on air and water pollution abatement, 21-23 czerwca
2007 Zakopane, Polska
6. D. Majda, A. Korobov, J. Klinowski
Chemistry of form in understanding solid state reactions
International Conference "Modern physical chemistry for advanced materials"
26-30 June 2007, Kharkiv, Ukraina
7. B. Garbarz-Glos, R. Bujakiewicz-Korońska, D. Majda, M. Antonova, A. Kalvane,
DSC investigation of polycrystalline BaTi_{1-x}Zr_xO₃ FOR 0 ≤ x ≤ 0.125
International conference "Functional materials and nanotechnologies", 31 marca
- 3 kwietnia 2009, Ryga, Łotwa
8. D. Majda, A. Korobov, U. Filek, B. Sulikowski, P. Midgley, D. Vowles, J. Klinowski
Thermal behaviour of single crystals of deuterated ammonium perchlorate
International Conference Dynamics And Structure In Physics And Chemistry To
The 70-Th Anniversary Of I.V. Krivoshey (1939-1995), 25-28 maja 2009, Kharkiv,
Ukraina
9. A. Krupa, R. Jachowicz, B. Vajna, Gy. Marosi, D. Majda
Orodispersible tablets containing ibuprofen - neusilin® US2 solid dispersion,
7th World Meeting on Pharmaceutics, Biopharmaceutics and Pharmaceutical
Technology, 8-11 marca 2010, Valletta, Malta,
10. M. Molenda, M. Świętosławski, A. Milewska, D. Majda, R. Dziembaj
Advanced cathode materials for Li-ion batteries in transport applications
18 International Conference on Solid State Ionics, Warszawa, 3-8 lipca 2011
11. B. Marszalek, B. Gil, W. Makowski, D. Majda, N. Reimer, N. Stock
*Molecular spectroscopies as tool for solving structural changes of MOF
materials*
School of Molecular Sieves, Prague, 3 kwietnia 2012, Czech Republic
12. B. Gil, B. Marszalek, A. Adamski, W. Makowski, D. Majda
*Properties of the copper Lewis-type centers in CuBTC MOF material: ageing
by water and temperature treatment*
6th International Workshop: Characterisation of Porous Materials from
Angströms to Millimeters, Delray Beach, USA, 30.04-02.05.2012

13. B. Marszałek, B. Gil, W. Makowski, D. Majda, N. Reimer, N. Stock
On stability of MOFs: detailed characteristics of highly stable Al-MIL-53-COOH
International Symposium on Zeolites and Microporous Crystals, 28 lipca-1 sierpnia 2012 Hiroshima, Japonia,
14. B. Gil, N. Stock, B. Marszałek, W. Makowski, D. Majda
Thermal activation as the key factor for tuning catalytic properties of active centres in MOF materials
5th Czech-Italian-Spanish Conference on Molecular Sieves and Catalysis, 16-19 czerwca 2013, Segovia, Hiszpania.
15. Anna Krupa, Dorota Majda, Renata Jachowicz
Thermal stability of selected phosphodiesterase-5 inhibitors
9th WORLD MEETING on Pharmaceuticals, Biopharmaceutics and Pharmaceutical Technology, 31 marca - 3 kwietnia 2014, Lisbon, Portugalia
16. A. Krupa, D. Majda, J. Kacperczyk, R. Jachowicz,
Solid suspensions of tadalafil in Kollidon VA 64 Fine obtained by supercritical carbon dioxide processing
2nd Poorly Soluble Drugs Workshop, 2 lipca 2014, Lille, Francja
17. A. Chojnacka, M. Molenda, D. Majda, P. Natkański, P. Kuśtrowski, R. Dziembaj
Leak testing of carbon-tin nanocomposites by thermal analysis methods
CEEC-TAC3, 24-29 sierpnia 2015, Lublana, Słowenia
18. M. Bakierska, M. Molenda, A. Chojnacka, D. Majda, M. Świętosławski, R. Dziembaj
Structural, thermal and chemical stability of LiMn₂O₄-ySy cathode materials
CEEC-TAC3, 24-29 sierpnia 2015, Lublana, Słowenia.
19. M. Radko, A. Węgrzyn, D. Cież, T. Dańko, L. Chmielarz, M. Rutkowska, D. Majda,
Incorporation of Functional Organic Groups into Silicate Structures with Different Porosity
International Workshop on Functional Nanoporous Materials "FuNaM", 13-14 października 2016, Kraków, Polska
20. A. Korzeniowska, J. Grzybek, B. Gil, W. Roth, W. Makowski, D. Majda, P. Michorczyk,
Determination of the Porosity of Mesoporous SBA-15 Silicas by Various Complementary Methods
International Workshop on Functional Nanoporous Materials "FuNaM", 13-14 października 2016, Kraków, Polska

3.6.2. Konferencje krajowe

Prezentacje ustne:

1. **D. Majda**, G. Kinger, W. Makowski, R. Dziembaj and H. Vinek
Pt/MCM-22 – badanie właściwości adsorpcyjnych i katalitycznych w reakcji izomeryzacji n-heptanu
VIII Forum Zeolitowe, Wysowa 23-27 września 2001
2. **D. Majda**, W. Makowski, R. Dziembaj
Zastosowanie termograwimetrii do badania zeolitów metodami temperaturowo programowanej desorpcji i reakcji
X Forum Zeolitowe, Tuczno, 21-26 września 2003
3. **D. Majda**, W. Makowski, M. Kawałek
Wpływ wymiany jonowej na przebieg równowagowej termodesorpcji n-heksanu zeolitu ZSM-5
XII Forum Zeolitowe, Ciężen 19-23 czerwca 2005
4. **D. Majda**, R. G. Bell, O. Delgado-Friedrichs and J. Klinowski
Discovering New Zeolite Crystal Architectures
XIII Forum Zeolitowe, 10-15 września 2006, Polańczyk, Polska (prezentacja w języku angielskim)
5. **D. Majda**, M. Leżańska
Study the porosity of mesoporous materials with Differential Scanning Calorimetry
XVI Forum Zeolitowe, 29 czerwca – 3 lipca 2009, Skorzęcin, Polska (prezentacja w języku angielskim)
6. **D. Majda**,
Thermoporosimetry - an underestimated method to study the properties of porous materials
VII Forum Zeolitowe, 4-8 maja 2010, Będlewo, Polska
7. **D. Majda**, W. Makowski, M. Makuch, M. Mańko, A. Galarneau
Pore size distribution of mesoporous silicas studied by thermoporosimetry
10th Seminar on Thermal Analysis and Calorimetry to the memory of Prof. Stanisław Bretsznajder, 28-30 września 2011, Płock, Polska (prezentacja w języku angielskim)
8. **D. Majda**
Termoporozymetria jako metoda badania materiałów mezoporowatych
II Seminarium Analizy Termicznej, 17-20 kwietnia 2016, Zakopane.
9. **D. Majda**, A. Bhattarai, J. Riikonen, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, A. Michalik-Zym, J. Töyräs, V-P. Lehto
New approach to determine cartilage pore size distribution: NaCl-thermoporometry
XXI Forum Zeolitowe, 7-11 lutego 2017, Boszkowo k/Leszna.
(w planach, prezentacja w języku angielskim)

Postery:

1. **D. Majda**, J. Surman, P. Kuśtrowski, L. Chmielarz, A. Rafalska-Łasocha, R. Dziembaj
Activity and thermal stability of K-Fe-O catalysts for ethylbenzene dehydrogenation
8th Conference on Calorimetry and Thermal Analysis, Zakopane, 4-9 września 2000
2. **D. Majda**, W. Makowski, R. Dziembaj
Badanie sorpcji i desorpcji n-heksanu na zeolitach HY i HZSM-5 metodą termogravimetryczną
XXXIV Ogólnopolskie Kolokwium Katalityczne, Kraków 20-22 marca 2002
3. **D. Majda**, W. Makowski, R. Dziembaj
Zastosowanie termogravimetrii do badania adsorpcji i desorpcji izopropanolu i n-heksanu na zeolitach typu HZSM-5 i HY
III Szkoła Analizy Termicznej, Zakopane 12-14 kwietnia 2002
4. **D. Majda**, F.A. Almeida Paz, R. Bell and Jacek Klinowski
Discovering new zeolitic frameworks
Technologie Informacyjne dla Chemików, Kraków, 19-20 września 2008
5. **D. Majda**, M. Zimowska, K. Mlekodaj, M. Mańko, K. Tarach, A. Michalik-Zym, B. D. Napruszewska, W. Makowski, E. Serwicka
Charakterystyka materiałów mezoporowatych metodą termoporozymetrii
XLVI Ogólnopolskie Kolokwium Katalityczne, Kraków 19 - 21 marca 2014
6. **D. Majda**, M. Zimowska, K. Mlekodaj, M. Mańko, A. Michalik-Zym, B. D. Napruszewska, W. Makowski, E. Serwicka
Termoporozymetria jako metoda badania materiałów mezoporowatych
I Seminarium Analizy Termicznej, SeAT'2014, 6-9 kwietnia 2014, Zakopane, Polska
7. **D. Majda**, K. Mlekodaj, A. Michalik-Zym, B. D. Napruszewska, M. Zimowska, E. M. Serwicka
Thermoporosimetry of n-alkanes in comparison with other methods of characterization of the mesoporous SBA-15 silica
XX Forum Zeolitowe, 22-26 września 2015, Stryszawa

Współautorstwo prezentacji:

1. P. Kuśtrowski, A. Rafalska-Łasocha, D. Majda, R. Dziembaj, D. Tomaszewska,
Preparatyka i charakteryzacja prekursorów Fe-Mg-Al do katalitycznego odwodornienia etylobenzenu w obecności dwutlenku węgla
XXXII Ogólnopolskie Kolokwium Katalityczne "Quo vadis, katalizo?", Kraków, 15-17 marca 2000

2. M. Molenda, R. Dziembaj, D. Majda, R. Chyży, W. Łasocha
Równowagi fazowe w układzie Li-Mn-O
III Szkoła Analizy Termicznej, Zakopane 12-14 kwietnia 2002
3. M. Molenda, R. Dziembaj, D. Majda
Wpływ temperatury kalcynacji na właściwości strukturalne i elektryczne spinelu $Li_{1+\delta}Mn_{2-\delta}O_4$ otrzymanego metodą zol-żel
Zjazd PTCH, Kraków, 9-13 września 2002
4. W. Makowski, D. Majda, R. Dziembaj
Wyznaczenie ciepła adsorpcji heksanu i heptanu dla zeolitów HZSM-5 i HY na podstawie izobar adsorpcji
IX Forum Zeolitowe - 22-26 września 2002, Wysowa
5. W. Makowski, D. Majda, R. Dziembaj
Badania adsorpcji alkanów na zeolitach HZSM-5 i HY metodą termogravimetryczną
Konferencja z okazji jubileuszu Prof. dr hab. T. Paryjczaka pt. „Zastosowanie technik temperaturowo programowanych w badaniach adsorbentów i katalizatorów” Konopnica, 26-28 września 2002
6. B. Krajewska, M. Chudy, M. Drozdek, D. Majda, Z. Brzózka
O ureazie: potencjometryczny pomiar aktywności, miareczkowanie, analiza termiczna
XXXV Ogólnopolskie Kolokwium Katalityczne, Kraków 2 - 4 kwietnia 2003
7. W. Makowski, D. Majda, R. Dziembaj
Temperaturowo programowana równowagowa desorpcja liniowych alkanów jako metoda badania struktury porowatej zeolitów
XXXV Ogólnopolskie Kolokwium Katalityczne, Kraków 2 - 4 kwietnia 2003
8. W. Makowski, D. Majda
Zastosowanie równowagowej termodesorpcji do wyznaczania entalpii i entropii adsorpcji liniowych alkanów na zeolitach typu ZSM-5, ZSM-11 i Y
X Forum Zeolitowe, Tuczno, 21-26 września 2003
9. M. Molenda, D. Majda, A. Bronkowska, R. Dziembaj
Stabilność termiczna i strukturalna spinelu litowo-manganowego podstawionego siarką
VI Szkoła Analizy Termicznej, Zakopane 13-16 kwietnia 2004
10. A. Węgrzyn, D. Majda, A. Rafalska-Łasocha, B. Dudek, R. Dziembaj
Modyfikacja struktury hydrotalkitów poprzez odmienne podstawienie anionowe i jej wpływ na teksturę otrzymanych tlenków mieszanych
XI Forum Zeolitowe, Wysowa Zdrój 29 sierpnia –3 września 2004

11. W. Makowski, D. Majda
Zastosowanie TPD n-alkanów do wyznaczania objętości mikroporów w zeolitach
XII Forum Zeolitowe, Ciężen 19-23 czerwca 2005
12. O. Musiał, D. Majda, M. Najbar
Utlenianie cząstek sadzy z silników Diesla samochodów ciężarowych na braunsztynie dotowanym Cu i Pt
XXXIX Ogólnopolskie Kolokwium Katalityczne, Kraków, 14-16 marca 2007
13. W. Makowski, D. Majda
Badania wpływu kationów pozasieciowych oraz zawartości Al na adsorpcję n-heksanu na zeolitach ZSM-5
XIV Forum Zeolitowe, Kocierz, September 16 - 21, 2007
14. A. Węgrzyn, P. Knihnicki, A. Mitoń, D. Majda, R. Dziembaj
Adsorption of polar (phenol) and non-polar (toluene) organic molecules on hydrotalcite-derived mesoporous materials
XIV Forum Zeolitowe, Kocierz, September 16 - 21, 2007
15. W. Makowski, D. Majda, P. Kuśtrowski, L. Chmielarz
Quasi-equilibrated temperature programmed desorption and adsorption (QE-TPDA) of n-alkanes – a new method for porosity characterisation of zeolite and mesoporous catalysts
XL Annual Polish Conference on Catalysis „Catalysis for Society” 12-15 May 2008, Kraków, Poland
16. A. Węgrzyn, W. Makowski, M. Mańko, D. Majda, R. Dziembaj
Chemical composition of hydrotalcite precursor as a key factor in formation of porous Mg-Al double oxides
XL Annual Polish Conference on Catalysis „Catalysis for Society” 12-15 may 2008, Kraków, Poland
17. W. Makowski, A. Rzezińska, A. Węgrzyn, D. Majda, S. Witkowski, A. Rafalska-Łasocho
Wpływ sposobu dotowania miedzią prekursorów hydrotalkitowych na aktywność i selektywność katalizatorów Cu-Zn-Al w parowym reformingu metanolu
XLI Ogólnopolskie Kolokwium Katalityczne, Kraków, 30 marca - 1 kwietnia 2009
18. W. Makowski, M. Mańko, J. Szklarzewicz, P. Zabierowski, D. Majda, W. Łasocho
Adsorpcja lotnych węglowodorów na porowatym polimerze koordynacyjnym MOF-5 – badania metodą quasi-równowagowej termodesorpcji
XLII Ogólnopolskie Kolokwium Katalityczne, Kraków 15-17 marca 2010
19. Ł. Kolek, M. Massalska-Arodź, T. Rozwadowski, J. Krawczyk, P. Kula, R. Dąbrowski, D. Majda
Badania przejść fazowych i dynamiki w ciekłym kryształach z fazą antyferroelektryczną

VII Ogólnopolska Konferencja "Rozpraszanie neutronów i metody komplementarne w badaniach faz skondensowanych" Chlewiska k/Siedlec 12-16 czerwca 2011r.

20. Ł. Kolek, M. Massalska-Arodź, M. Paluch, K. Adrjanowicz, D. Majda
Badania dielektryczne i kalorymetryczne ciekłego kryształu z 4-[2-(3-fluorofenylo) etylo]bifenylowym rdzeniem molekularnym posiadającego fazy ferro-i antyferroelektryczne
XVIII Ogólnopolska Konferencja „Kryształy Molekularne 2012”, Gdańsk 12.09.2012
21. W. Łasocha, D. Majda, M. Oszejca, W. Przybylski, J. Szklarzewicz
Struktura i badania fizykochemiczne dla wybranych Oksobiperoksoanadonów(v)z ligandami polipirydynowymi
I Ogólnopolskie Forum Chemii Nieorganicznej, Kraków, 6-8 grudnia 2012
22. Ł. Kolek, M. Massalska-Arodź, K. Adrjanowicz, B. Suchodolska, A. Rudzki, D. Majda
Badanie polimorfizmu fazowego i własności dielektrycznych ciekłego kryształu 4H6 posiadającego fazy ferro- i antyferroelektryczne
VIII Ogólnopolska Konferencja "Rozpraszanie neutronów i metody komplementarne w badaniach faz skondensowanych", Chlewiska 17.06.2013
23. A. Chojnacka, M. Molenda, D. Majda, P. Natkański, P. Kuśtrowski, R. Dziembaj
Leak testing of carbon-tin nanocomposites by thermal analysis methods
12th Conference on Calorimetry and Thermal Analysis (CCTA 12), 6-10.09.2015, Zakopane
24. M. Bakierska, M. Molenda, A. Chojnacka, D. Majda, M. Świętosławski, R. Dziembaj,
Structural, thermal and chemical stability of LiMn₂O₄-ySy cathode materials
12th Conference on Calorimetry and Thermal Analysis (CCTA 12), 6-10.09.2015, Zakopane
25. M. Bakierska, M. Molenda, M. Świętosławski, D. Majda, R. Dziembaj
Effect of Electrolyte Composition on Electrochemical Performance of LiMn₂O₄-ySy Cathodes for Li-ion Batteries
5th Polish Forum SMART ENERGY Conversion & Storage, Together with 14th Symposium on Fast Ionic Conductors, 22-25.09.2015, Białka Tatrzańska
26. A. Korzeniowska, J. Grzybek, B. Gil, W. Roth, W. Makowski, D. Majda, M. Kubu,
Synteza i badanie porowatości materiałów typu SBA-15 III Ogólnopolskim Forum Chemii Nieorganicznej, Kraków, Polska, 7-9.12.2016
27. A. Korzeniowska, J. Grzybek, B. Gil, W. Roth, W. Makowski, D. Majda, P. Michorczyk,
Komplementarne badania porowatości i centrów adsorpcji w krzemionkowych sitach molekularnych typu SBA-15, X Seminarium Doktoranckie w Toruniu, Toruń, Polska, 23-25.05.2016

Podsumowanie udziału w konferencjach

Konferencje międzynarodowe

Prezentacje ustne:	1
Postery:	8
Współautorstwo prezentacji:	20

Konferencje krajowe

Prezentacje ustne:	9
Postery:	7
Współautorstwo prezentacji:	27

4. Działalność dydaktyczna i popularyzacja nauki

Ze względu na typ zatrudnienia (pracownik naukowy ŚLAFiBS/Wydział Chemii) moje możliwości działalności dydaktycznej były ograniczone, ponieważ nie należą do zakresu obowiązków pracowniczych na tego typu stanowisku. Prowadzenie zajęć dydaktycznych lub opieka naukowa nad studentami w ramach takiego stosunku pracy byłaby niezgodne z kodeksem pracy. Przedstawiony poniżej wykaz dotyczy działalności dydaktycznej w czasie studiów doktoranckich lub podejmowanych przeze mnie w oparciu o dodatkowe umowy cywilno-prawne.

4.1. Prowadzone zajęcia

Wydział Chemii UJ:

- Chemia fizyczna – ćwiczenia laboratoryjne (kierunek Chemia, jednolite magisterskie, III rok), w latach 2000-2001
- Instrumentalne metody badania chemicznych zanieczyszczeń środowiska – ćwiczenia laboratoryjne (kierunek Ochrona Środowiska, jednolite magisterskie, III rok), w latach 2000-2002
- Analiza Instrumentalna – ćwiczenia laboratoryjne (kierunek Ochrona Środowiska, I stopień, III rok), w latach 2004-2009
- Podstawy technologii chemicznej – ćwiczenia laboratoryjne (kierunek Chemia, I stopień, III rok), w latach 2006-2009
- Technologia i inżynieria chemiczna w ochronie środowiska – ćwiczenia laboratoryjne (kierunek Ochrona Środowiska, I stopień, III rok), w latach 2006-2009
- Chemia nieorganiczna i strukturalna. Laboratorium otwarte - zajęcia laboratoryjne (kierunek Chemia, II stopień, I rok), w latach 2014-2015

Wyższa Szkoła zawodowa w Tarnowie:

- Kataliza Chemiczna i Technologia Zielonej Chemii – ćwiczenia laboratoryjne (III rok), w latach 2005-2015

V LO w Krakowie:

- Podstawy Chemii – laboratorium (zajęcia dla uczniów klas II o profilu matematyczno-chemicznym), w latach 2013-2017

Fundacja *Pro Chemia* – „Warsztaty Olimpijskie” dla uczniów szkół średnich przygotowujących się do udziału w olimpiadzie chemicznej

- Wykłady, w latach 2014-2017
- Zajęcia laboratoryjne, w latach 2013 -2017

4.2. Prowadzone szkolenia z Analizy Termicznej dla pracowników nauki i przemysłu, m.in:

- Politechnika Częstochowska. 2010. *Wykorzystanie kwadrupolowego spektrometru masowego do analizy produktów reakcji zachodzących podczas pomiarów termogravimetrycznych.*
- Zakłady chemicznej w Nowej Sarzynie. 2011. *Praktyczne zastosowanie technik analizy termicznej.*
- Firma Volkswagen. 2012. *Obsługa urządzeń analizy termicznej oraz programu STAR.*
- Firma Bitron. 2012. *Obsługa urządzeń stosowanych do analizy termicznej oraz możliwości wykorzystania oprogramowania STAR.*

4.3. Publikacje dydaktyczne

1. **Dorota Majda**, *Badanie wpływu wymiany jonowej na właściwości katalityczne zeolitów*, Rozdział w książce: „Jak kształcić studentów chemii i kierunków pokrewnych. Podręcznik nauczyciela akademickiego”. red. I. Maciejowska. Kraków (2008). ISBN 978-83-921505-8-9.
2. Sébastien Gagneur, **Dorota Majda**, *Icebreaker and Evening Introduction* rozdział w “Proceeding of Newly Appointed Chemistry Teaching Staff - Second Summer School” Malta, 12-16 June 2007, 24-25 (2008).

4.4. Udział w projektach edukacyjnych

1. FS0 Fundusze Strukturalne UDA -POKL.04.01.02-00-097/09-0
Zwiększenie liczby wysoko wykwalifikowanych absolwentów kierunków ścisłych UJ
Czas realizacji: 2009-2012
Charakter udziału: wykonawca
Dzieło: Opracowanie 12 zagadnień i pytań kursu e-learningowego z Technologii Chemicznej w ramach programu *Wspomaganie zajęć z wykorzystaniem zaawansowanych metod ICT prowadzonych na Wydziale Chemii UJ*
2. FS0 Fundusze Strukturalne UDA –POKL.04.01.02-00-168/11-00
Zwiększenie liczby absolwentów innowacyjnych kierunków studiów: Zaawansowane materiały i nanotechnologia oraz Studia matematyczno-przyrodnicze na Uniwersytecie Jagiellońskim

Charakter udziału: wykonawca

Czas realizacji: 2011-2015

Dzieło: Opracowanie 32 pytań do kursu e-learningowego z Podstaw Chemii.

4.5. Inne aspekty działalności dydaktycznej

- Ukończenie Studium Pedagogicznego Uniwersytetu Jagiellońskiego i uzyskanie kwalifikacji pedagogicznych do pracy nauczycielskiej w roku 1999;
- Opracowanie instrukcji do ćwiczeń realizowanych w ramach kursu Analizy Instrumentalnej oraz Technologii Chemicznej przeznaczonych dla studentów Chemii i Ochrony Środowiska;
- Udział w *Second Residential Summer School for Newly Appointed University Chemistry Teaching Staff* (European Chemistry Thematic Network) Malta 12-16.07.2007

5. Działalność organizacyjna

5.1. Prowadzenie Pracowni Analiz Termicznych i Kalorymetrii

Pracownia Analiz Termicznych i Kalorymetrii, pierwotnie należąca do Środowiskowego Laboratorium Analiz Fizykochemicznych i Badań Strukturalnych, a obecnie będąca pracownią wydziałową Wydziału Chemii UJ, dysponuje sprzętem pozwalającym na wieloaspektową analizę próbek w szerokim zakresie temperatur. Dzięki współpracy z firmą Mettler Toledo oraz dotacji ATOMIN oferuje analizy o wysokim standardzie. Dzięki temu cieszy się popularnością wśród pracowników nie tylko Wydziału Chemii, ale także innych ośrodków naukowych czy firm komercyjnych.

Efektom mojej działalności związanej z prowadzeniem Pracowni w latach 2004 – 2016 było:

- Opracowanie Regulaminu Pracowni ATiK
- Wykonywanie ponad 2500 analiz metodami TG, TG-QMS oraz DSC, zleconych przez Pracowników Uniwersytetu Jagiellońskiego, innych jednostek naukowych oraz firm komercyjnych.
- Interpretacja otrzymanych wyników
- Utrzymywanie sprawności aparatury poprzez prowadzenie okresowej kontroli urządzeń oraz zaopatrywanie w części wymienne, zakup odczytników i materiałów eksploatacyjnych.
- Rozwijanie współpracy z innymi ośrodkami naukowymi oraz firmami komercyjnymi, m.in. Collegium Medicum UJ, Instytut Fizyki Jądrowej PAN, Politechnika Rzeszowska, Gdański Uniwersytet Medyczny, Uniwersytet

Rolniczy w Krakowie, Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie, firma farmaceutyczna F1 Pharma, firma Mettler Toledo.

- Wykonywanie ekspertyz materiałów firmy F1 Pharma, w latach 2013-2016.
- Przyjmowanie i dokumentacja badań prowadzonych w Pracowni Analiz Termicznych i Kalorymetrii;
- Koordynacja rozliczania finansowego zrealizowanych zleceń
- Prowadzenie inwentaryzacji sprzętu znajdującego się w Pracowni.

5.2. Udział w organizacji konferencji naukowych:

1. XVIII Forum Zeolitowe, 13-17 września 2011 w Małym Cichym k. Zakopanego.
Udział w Komitecie organizacyjnym
2. XIX Forum Zeolitowe, 11-15 września 2012 w Małym Cichym k. Zakopanego.
Przewodnicząca komitetu organizacyjnego
3. XX Forum Zeolitowe, 22-26 września 2015 w Stryszawie k. Suchej Beskidzkiej
Przewodnicząca komitetu organizacyjnego
4. II Seminarium Analizy Termicznej, 17-20 kwietnia 2016, Zakopane.
Udział w Komitecie programowym.

5.3. Członkostwo w organizacjach naukowych:

Polskie Towarzystwo Zeolitowe:

- Członkostwo od roku 2001 do chwili obecnej
- W Komisji Rewizyjnej w latach 2009-2012
- W Zarządzie od 2015 roku do chwili obecnej

