

Mgr inż. Wojciech Puacz

Oznaczanie śladów siarki pierwiastkowej za pomocą indukowanej nię reakcji azydku sodowego z jodem

Politechnika Poznańska, Wydział Chemiczny, Instytut Chemii Podstawowej

1976 r.

Promotor: prof. dr hab. Zbigniew Kurzawa

Recenzenci: doc. dr hab. Rajmund Sołowiec, Instytut Chemii Ogólnej Politechniki Łódzkiej

doc. dr inż. Z. Łukaszewski

OPIS FIZYCZNY

JĘZYK TEKSTU	polski
LICZBA TOMÓW	1
LICZBA STRON	105
FORMAT	30 cm
OKŁADKA I STAN TECHNICZNY VOLUMINU	– czarna okładka – stan dobry
LICZBA RYSUNKÓW	9
LICZBA TABEL	10
LICZBA ZDJĘĆ	brak
ZAŁĄCZNIKI	– 2 recenzje umieszczone z tyłu pracy, dokumenty samoistne
ZNAKI SZCZEGÓLNE	– jednostronny zapis maszynowy, kopia – na stronie 2 podziękowania dla dr. hab. Zbigniewa Kurzawy za wskazanie tematu pracy, życzliwą opiekę oraz cenne wskazówki udzielane podczas realizacji doktoratu – rozdziały w spisie treści numerowane cyframi rzymskimi – wzory numerowane cyframi rzymskimi w obrębie rozdz. 2 (łącznie 56) – wzory i symbole napisane maszynowo i uzupełnione ręcznie o znaki niedostępne maszynowo (np. symbol π) – tabele nazwane tablicami wykonane maszynowo (ramki ręcznie) – odniesienia do bibliografii (82 pozycje) dopisane odręcznie w formie przypisów górnych (por. str. 7) – rysunki wykonane ręcznie; rysunki nr 1 i 5 wykonane na osobnych kartach wklejonych do pracy i odpowiednio poskładanych – ręczna korekta litery ę w słowie <i>sugestię</i> na str. 86 – wyblakły tusz (patrz. str. 91)

ZAWARTOŚĆ

SPIS TREŚCI na podstawie s. 3-4

Praca obejmuje 6 rozdziałów, w tym bibliografię zawierającą łącznie 82 pozycje (s. 99-102). W spisie treści zaprezentowano szczegółową strukturę pracy naukowej poświęconej metodom oznaczania siarki pierwiastkowej.

W rozdziale 1. (s. 5-8) autor przedstawia problem badawczy, określa cel główny dysertacji oraz wymienia zadania (cele szczegółowe), jakie należy zrealizować, by go osiągnąć. Ponadto wskazuje istotność poruszanego zagadnienia w kontekście chemii analitycznej i uzasadnia wybór tematyki, akcentując jej znaczenie naukowe i praktyczne.

W rozdziale 2. (s. 9-44), stanowiącym teoretyczną część rozprawy, autor szczegółowo omawia zagadnienia związane z chemią siarki oraz jej reaktywnością. W podrozdziale 2.1 opisuje nowe aspekty budowy pierścienia siarki, przedstawiając aktualny stan wiedzy w tym zakresie. Następnie (rozdz. 2.2 i 2.3) podejmuje temat nukleofilowego rozpadu wiązania siarka-siarka, zarówno w siarce pierwiastkowej, jak i w różnych związkach siarkowych, analizując mechanizmy reakcji oraz wpływ warunków środowiskowych na ich przebieg. Podrozdział 2.4 poświęcony jest reakcji azydku sodowego z jodem, w tym omówieniu jej analitycznego zastosowania — zagadnienie to było kluczowe dla dalszych badań eksperymentalnych.

Rozdział 3. (s. 45-84), czyli część doświadczalna, rozpoczyna omówienie przyjętej metodyki pracy (rozdz. 3.1) oraz zastosowanych odczynników i roztworów (rozdz. 3.2). Zagadnienie rozpuszczalności siarki, omówione w rozdz. 3.3, stanowi wstęp do głębszej analizy reakcji, której szczegółową charakterystykę — zwłaszcza reakcji azydku sodowego z jodem indukowanej siarką pierwiastkową — autor ujmuje w rozdziale 3.4. W dalszych częściach pracy (rozdz. 3.5) przedstawia warunki przebiegu reakcji jodo-azydkowej indukowanej siarką rozpuszczoną w różnych rozpuszczalnikach, takich jak aceton, pirydyna, N,N-dwumetyloformaid, N-metyloformaid, dioksan oraz kwas octowy. W podrozdziale 3.6 omawia praktyczne zastosowania opracowanej metody, przedstawiając konkretne przykłady oznaczania mikroilości siarki. W rozdz. 3.6.1–3.6.3 prezentuje wyniki analiz dotyczących oznaczania śladów siarki w różnych próbkach, w tym w pierwiastkach takich jak selen, tellur, arsen i antymon o różnym stopniu czystości, w siarczku cynku o czystości spektralnej, a także w materiale polimerowym, jakim jest guma.

W rozdziale 4. (s. 45-98) autor poddaje krytycznej analizie uzyskane wyniki, odnosząc je do problemu badawczego oraz wcześniej omówionych zagadnień teoretycznych. Zwięźle prezentuje główne wnioski, jakie wynikają z przeprowadzonych badań, wskazując jednocześnie możliwe ograniczenia metody oraz określając kierunki jej dalszego doskonalenia. Na koniec stwierdza, że zaproponowane przez niego trzy metody oznaczania śladów siarczki w siarczku cynku są ciekawsze niż opisane przez normy.

Rozdział 5. (s. 99-102) stanowi bibliografię dokumentującą źródła wykorzystanie podczas pisania pracy, natomiast ostatnią część rozprawy stanowi streszczenie (s.103-104), które zawiera ogólny zarys pracy z omówieniem zawartości poszczególnych rozdziałów, w tym przedstawieniem etapów realizacji badań.

CEL PRACY s. 7-8	Autor pracy sformułował następujący cel i zakres zadań: „Celem niniejszej pracy jest opracowanie metody oznaczania mikrogramowych ilości siarki pierwiastkowej na podstawie indukowanej nią w określonych warunkach reakcji azydki sodowego z jodem: $2 \text{NaN}_3 + \text{J}_2 \xrightarrow{\text{induktor}} 2 \text{NaJ} + 3\text{N}_2$ (...) W związku z potrzebą wszechstronnego rozwiązania zagadnienia postanowiono: – zbadać zdolność indukowania siarki pierwiastkowej w roztworze wodnym po uprzednim rozpuszczeniu jej w sześciu wybranych rozpuszczalnikach mieszających się z wodą/acetone, dioksan, pirydyna, kwas octowy, N-metyloformaid, N,N-dwumetyloformaid/, – opracować metodę analityczną oznaczenia śladowych ilości siarki w oparciu o indukowaną nią reakcję azydki sodowego z jodem, – zaproponować mechanizm reakcji indukowanej siarką pierwiastkową, – zastosować opracowaną metodę do oznaczeń praktycznych”.
OPINIE RECENZENTÓW	<u>Doc. dr inż. Z. Łukaszewski:</u> „Najmocniejszą stroną ocenianej pracy jest, w moim przekonaniu, część analityczna. Opracowana metoda wejdzie zapewne trwale do metod oznaczania siarki pierwiastkowej”. (s. 2) <u>Doc. dr hab. Rajmund Sołowiec, Instytut Chemii Ogólnej Politechniki Łódzkiej</u> „W wyniku badań (...) otrzymaliśmy więc bardzo wygodną i ciekawą metodę oznaczania miligramowych i mikrogramowych ilości siarki w różnych produktach. Fakt ten zasługuje na uznanie, gdyż metody te znajdą na pewno szybko praktyczne zastosowanie”. (s. 2)

Opracowanie: Maria Żukowska