

Dr hab. inż. Adam Wójciak, prof. UPP

Poznań, 5.08.2023 r.

Katedra Chemicznej Technologii Drewna

Uniwersytet Przyrodniczy w Poznaniu

Recenzja

pracy doktorskiej mgr inż. Marty Krysztof pt.

Badania nad kompozytami włóknistymi wzmocnionymi powłoką celulozową regenerowaną z roztworu N-tlenku N-metylomorfoliny (NMMO)

1. Podstawa oceny

Recenzje wykonano na wniosek Rady do spraw Stopni Naukowych Politechniki Łódzkiej w dyscyplinie inżynieria mechaniczna, inżynieria materiałowa z dnia 12 maja 2023 r.

2. Przedmiot oceny

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska obejmuje łącznie 243 strony, w tym 160 rysunków zawierających schematy, wykresy i fotografie oraz 115 tabel prezentujących głównie wyniki doświadczeń. Układ pracy jest standardowy i obejmuje część teoretyczną zawartą na 58 stronach oraz część doświadczalną zawierającą cel i hipotezę badawczą pracy, opis materiałów i metod badawczych oraz omówienie wyników z wnioskami - wszystko mieszczące się na 163 stronach. Po tekście, Autorka zamieściła w pracy bibliografię złożoną z 176 aktualnych i merytorycznie dobranych pozycji literaturowych. Pracę kończy spis rysunków i tabel oraz wykaz osiągnięć naukowych autorki.

3. Informacje o doktorantce

Pani mgr inż. Marty Krysztof w 2006 r. rozpoczęła studia na Wydziale Chemicznym Politechniki Łódzkiej, na kierunku Papiernictwo i Poligrafia. W styczniu 2012 uzyskała tytuł magistra, a w roku 2014 rozpoczęła studia doktoranckie na Wydziale Technologii Materiałowych i Wzornictwa Tekstyliów. Od roku 2015 pracuje w burze projektów AFRY Poland Sp. z o.o. na stanowisku Projektanta oraz Koordynatora Zintegrowanego Systemu Zarządzania. Doktorantka jest współautorka 3 recenzowanych publikacji naukowych i patentu, ponadto współautorką 3 prac konferencyjnych.

3. Ocena pracy

Celem przedstawionej do recenzji rozprawy doktorskiej była ocena możliwości otrzymania płaskich kompozytów włóknistych (określenie stosowane w pracy przez Autorkę) na bazie znanych z papiernictwa naturalnych włókien celulozowych oraz włókien stosowanych w przemyśle włókienniczym (naturalnych i sztucznych), dodatkowo wzmacnianych powłoką z celulozy regenerowanej z N-tlenku N-metylomorfoliny (NMMO). Hipoteza badawcza zakładała, że nałożenie na powierzchnie włókien/płaskich kompozytów włóknistych powłoki z celulozy regenerowanej z NMMO zwiększy właściwości wytrzymałościowe i barierowe produktu. Do wytworzenia roztworu z NMMO zastosowano białą masę celulozową bukową. Doświadczenia prowadzono na arkusikach bazowych (papierowych) wytworzonych z sosnowej masy celulozowej białej. Autorka w części metodycznej zdefiniowała stosowane w dalszej części pracy nazewnictwo materiału badawczego, dzieląc go na "papier" (wytworzony z masy celulozowej) i "kompozyt" (materiał wytworzony z masy celulozowej z dodatkiem włókien odpadowych z przemysłu włókienniczego lub włókien Lyocell oraz papier wzmocniony powłoką z celulozy regenerowanej z NMMO). Jako włókna odpadowe przemysłu włókienniczego, autorka wykorzystała włókna bawełny, kokosu i poliestrowe. Podstawowym materiałem badawczym w pracy był zatem arkusik wytworzony na aparacie Rapid-Köthen, zawierający bądź samą masę celulozową lub tą samą masę z dodatkami różnych ilości włókien odpadowych i Lyocell, ale zawsze o gramaturze 70 g/m^2 . Otrzymane arkusiki były powlekane roztworem celulozy regenerowanej, na powlekarce automatycznej, przy czym stosowano dwa sposoby utrwalania powłoki:

- niezwłoczne wypłukanie rozpuszczalnika w kąpeli wodnej, a następnie suszenie kompozytu
- dodatkowe wygrzewanie w określonym czasie, naniesionej powłoki w temp. $80 \pm 2^\circ\text{C}$, a potem wypłukanie w kąpeli wodnej i suszenie.

W powyższy sposób przygotowany materiał badawczy poddano testom struktury, wytrzymałości, hydrofobowości i druku.

Wybór tematu pracy jest uzasadniony, zarówno w aspekcie poznawczym jak i użytecznym. Tytuł rozprawy jest sformułowany poprawnie i odpowiada generalnie celowi oraz treściom zawartym w tekście. Przedmiot badań Autorki nawiązuje do współczesnych trendów w rozwoju technologii materiałowych, zmierzających do poszukiwania materiałów o nowych

właściwościach użytkowych, przyjaznych dla środowiska i przydatnych do powtórnego wykorzystania (recykling). Nowatorskim aspektem pracy jest wykorzystanie celulozy regenerowanej z NMMO do wzmacniania papieru/kompozytów otrzymywanych również z włókien odpadowych. Na podkreślenie zasługuje bardzo szeroki zakres badań prowadzonych przez Autorkę, co sprawia, że praca jest bardzo obszerna i zawiera bardzo dużo wartościowych danych doświadczalnych i wyników.

We wstępie do części teoretycznej, Autorka w zwięzły i przejrzysty sposób zaznajamia czytelnika z pojęciem kompozytu oraz jego historycznymi i aktualnymi zastosowaniami przemysłowymi. Ważną konkluzją tej części pracy jest zaznaczenie rosnącej roli polimerów pochodzenia naturalnego w otrzymywaniu biokompozytów z surowców odnawialnych, biodegradowalnych lub zapewniających możliwość recyklingu. W kolejnych podrozdziałach zostały omówione kompozyty włókniste, pojecie biopolimerów i biokompozytów. Doktorantka przedstawiła różne sposoby klasyfikacji materiałów kompozytowych z uwzględnieniem surowców włóknistych wykorzystywanych do ich produkcji. Omawiając zalety i wady włókien celulozowych (str. 17) można było wspomnieć o podatności na degradację utleniającą i w konsekwencji, z czasem - możliwości obniżenia właściwości wytrzymałościowych. Zaznaczony przez Autorkę jako zaleta, brak jednakowych właściwości w kontekście składu chemicznego włókien roślinnych (str. 19), daje pewne możliwości produkcji i tworzenia np. wytworów papierniczych o zróżnicowanych właściwościach, ale w samym procesie otrzymywania mas włóknistych zaletą surowca jest zawsze jednolity i stały skład chemiczny. W kolejnych podrozdziałach Autorka przedstawiła budowę i właściwości włókien roślinnych, z uwzględnieniem struktury mikrofibrylarnej. Może przydałaby się informacja do rys. 6, że w rzeczywistości obszary amorficzne przenikają się z krystalicznymi w różnych miejscach przekroju włókna, a granice pomiędzy nimi są nieostre, przez co struktura mikrofibryli jest bardziej złożona. Ważnym podrozdziałem części teoretycznej, biorąc pod uwagę temat pracy, jest punkt zawierający omówienie rozpuszczania celulozy. Na zamieszczonym we wstępnej części podrozdziału 2.6 rysunku 16 (str. 29) doszło do pomyłki w opisie - metody pośrednie to te związane z izolowaniem pochodnych, a bezpośrednie - można podzielić na wodne i bezwodne. Omawiając pośrednie metody rozpuszczania celulozy Autorka, chcąc zapewne uniknąć powtórzeń słowa "celuloza", używa terminu "pulpa" drzewna (str. 30, wers 9). Użyłbym jednak terminu "masa celulozowa", pomijając dawniej stosowane niekiedy określenie "pulpa". Termin masa (celulozowa) "drzewna" wymagałaby doprecyzowania - do przerobu chemicznego. Masy drzewne to także masy mechaniczne, a że

zawierają one praktycznie cały podstawowy skład chemiczny surowca wyjściowego, w tym ligninę, jako takie nie nadają się do produkcji wiskozy. Masy celulozowe do przerobu chemicznego, to zwykle masy siarczanowe liściaste (taką masę kiedyś produkowano w ZCP Świecie n. Wisłą), poddane przed roztwarzaniem wstępnej hydrolizie, następnie bielone wielostopniowo, aż do uzyskania wysokiej zawartości α -celulozy.

W podrozdziale 2.6.2., Autorka opisując wodne środki kompleksujące pominęła Cuen. Jest to zastanawiające, ponieważ rozpuszczanie celulozy w cuenie jest podstawą, znormalizowanego i stosowanego dość powszechnie od dawna w praktyce laboratoryjnej i przemysłowej sposobu oznaczania lepkości granicznej i wiskozymetrycznego stopnia polimeryzacji celulozy (SP). W tym samym podrozdziale doszło do drobnych usterek w edycji tekstu (str. 32 wers 33). Autorka słusznie zaznaczyła w tekście tego podrozdziału problem niepełnego rozpuszczania celulozy. Wskazuje na zależność rozpuszczalności od stopnia i typu krystaliczności, a można by to zagadnienie rozwinąć także podając np. wpływ rozdrobnienia surowca, a nawet samego sposobu rozdrabiania na właściwości rozpuszczonego włókna. Rozpuszczając włókna celulozowe we wspomnianym wyżej Cuenie, zgodnie z normami oznaczenia SP, nie otrzymuje się w istocie roztworu rzeczywistego, a celuloza w bardzo krótkim czasie wykazuje tendencję do wytracania się. Wadą rozpuszczalników opartych o roztwory alkaliczne jest ponadto możliwość degradacji utleniającej celulozy w czasie preparacji roztworu, co może prowadzić do obniżenia SP. Największą uwagę w tym podrozdziale Autorka skupiła na rozpuszczaniu celulozy w NMMO, co jest zasadne i wynika z tematyki pracy. W kolejnych podrozdziałach Autorka przedstawiła zagadnienia budowy sztucznych włókien celulozowych - wiskozy i Lyocell oraz struktury i właściwości materiałów otrzymywanych z roślinnych włókien celulozowych - przede wszystkim papieru. Ten obszar jest bardzo wnikliwie i przejrzysto opisany, przy czym Autorka, co jest istotne biorąc pod uwagę tematykę badań, wskazuje także wady zastosowania włókien sztucznych i syntetycznych (brak zdolności papierotwórczych). W opisie sposobów poprawy właściwości mechanicznych papieru Autorka zwięźle opisała efekty mielenia oraz zastosowanie chemicznych środków wiążących. Co prawda w opisie procesu kleikowania skrobi można znaleźć tę informację, ale w tabeli 9 przedstawiającej warunki tego procesu dobrze byłoby podać jednostkę. Część teoretyczną pracy kończą podrozdziały zawierające syntetyczny zarys współczesnych tendencji rozwojowych w wytwarzaniu wytworów papierniczych i kompozytów z udziałem włókien celulozowych. Autorka zwraca szczególną uwagę na problem zagospodarowania odpadów, zwłaszcza z

przemysłu włókienniczego, uzasadniając wstępnie wybór surowców odpadowych do prowadzonych przez siebie doświadczeń. Pewne zastanowienie budzi termin "recykling termiczny", czyli spalanie odpadów w celu pozyskania energii z tego procesu (str.57, wers 10). Słowo recykling bardziej kojarzy się z odzyskaniem, przerobem i ponownym wykorzystaniem odpadów. Oczywiście spalanie to też przerób, chociaż można rzec wykorzystanie odpadów jest w tym wypadku ostateczne.

W pierwszym punkcie części doświadczalnej pracy Autorka formułuje cel badań - określenie możliwości wytworzenia "płaskich kompozytów włóknistych...". Biorąc jednak pod uwagę zakres testów, związany głównie z właściwościami wytrzymałościowymi i drukowymi papieru, określenie płaski kompozyt włóknisty, chociaż zostało w części teoretycznej pracy i w p. 3.1. części doświadczalnej uzasadnione, skłania do postawienia pytania, czy nie można by użyć określenia "papierów " z udziałem włókien stosowanych w przemyśle włókienniczym i wzmacnianych powłoką z celulozy regenerowanej z NMMO? Autorka zresztą zamiennie używa terminów kompozyt i papier np. s. 168 wers 3 i 4 cytując: "na tej podstawie można domniemywać, że wraz ze zwiększającą się ilością włókien kokosowych w kompozycie zmniejsza się zwartość struktury papieru". Podobnie w tabelach zawarto w tytule określenie np. wskaźnik, zestawienie wyników pomiarów "dla kompozytów", a w podtytule poszczególnych rubryk z wynikami - "papier niepowlekany", "papier powlekany" itp. Jeżeli jednak Autorka zakłada stosowanie w/w kompozytów jako w istocie wytworu papierniczego, to czy nie warto stosować tradycyjnego nazewnictwa?

W p. 2 części doświadczalnej Autorka scharakteryzowała użyte w pracy materiały. Dobrze byłoby podać jaką metodą oznaczono SP celulozy bukowej i sosnowej. Brakuje również informacji o producentach masy bukowej i sosnowej, ewentualnie czy zostały wytworzone w laboratorium. W przypadku celulozy sosnowej zawartość α -celulozy jest dość niska, pytanie co mogło złożyć się na resztę składników tej masy? Dobrze byłoby podać również nazwy producentów włókien odpadowych naturalnych i syntetycznych. W podrozdziale 3.1 nie wydaje się konieczne dublowanie określenia masa (pulpa). W podrozdziale 3.2. wers 6, Autorka podaje zakres zawartości celulozy regenerowanej w roztworze wynosiła od 2 do 4%, tymczasem w p. 5.3. podany zakres stężeń obejmuje również 1%.

Wspomniany wcześniej nowatorski charakter badań, brak danych literaturowych w zakresie wzmacniania papieru celulozą regenerowaną z NMMO znajduje odzwierciedlenie w strukturze części badawczej pracy. Doktorantka na początku tej części pracy przedstawiła

wyniki wszechstronnych testów dotyczących sposobu nanoszenia powłok na tego rodzaju podłoża (p. 5.2.). Jest to zagadnienie technologicznie nie łatwe, ze względu na właściwości roztworów celulozy regenerowanej z NMMO - konieczność stosowania względnie wysokiej temperatury (67°C) w czasie procesu i wymywania rozpuszczalnika (NMMO). Na potrzeby tych ostatnich badań, Autorka opracowała własną metodę oceny efektywności wymywania. Ponadto Autorka przebadła wpływ czasu ekspozycji podłoża na działanie w/w rozpuszczalnika, oraz wpływ grubości i ilości nanoszonych powłok. Biorąc pod uwagę bardzo dużą ilość wyników, istotną zaletą części opisującej rezultaty badań, ułatwiającą porównanie i analizę jest zastosowanie powtarzalnego schematu w ich opisie i interpretacji. Doktorantka ukazuje wpływ procesu na zmiany gęstości pozornej, przepuszczalności powietrza, szorstkości, właściwości wytrzymałościowych statycznych i dynamicznych papieru.

W zakresie opracowania sposobu nanoszenia powłok celulozy regenerowanej z NMMO Autorka wskazuje na czas wymywania 120 s i czas wygrzewania do 10 min jako najkorzystniejsze dla struktury i wytrzymałości materiału. Przydatne w części badawczej pracy byłoby odniesienie tych i innych wyników do parametrów technologicznych (np. czasy operacji jednostkowych) znanych z praktyki przemysłowej sposobów powlekania, wzmacniania wytworów papierniczych.

W przypadku niektórych badanych zależności (np. wpływ ilości powłok na l.p.z., czasu wygrzewania powłok na l.p.z, rozciągliwość i opór przedarcia), w pracy przedstawiono wyniki wskazujące na możliwy negatywny wpływ obecności rozpuszczalnika (NMMO) w materiale. Wyniki te są podstawą hipotezy Autorki o prawdopodobnym rozpuszczaniu części włókien celulozowych i frakcji drobnej. Jest to interesująca i uzasadniona zamieszczonymi w pracy danymi hipoteza, ale czy te zjawiska są związane z przechodzeniem do roztworu fragmentów łańcuchów celulozy, czy zmianami w strukturze fizycznej i wiązaniach pomiędzy łańcuchami, płaszczyznami w np. obszarach uporządkowanych celulozy, to zagadnienie wymagałoby jeszcze dalszych badań. W przypadku wyników doświadczeń wskazujących na spadek oporu przedarcia wydaje się, że hipoteza o rozpuszczaniu włókien i frakcji drobnej może być słuszna. Autorka przekonująco interpretuje również, znaną zależność pomiędzy długością włókien, a wskaźnikiem oporu przedarcia w odniesieniu do analizy wpływu czasu wymywania na ten wskaźnik (str. 87). W tym doświadczeniu, dłuższy czas ułatwił wymycie NMMO, a zatem ograniczył prawdopodobnie możliwość rozpuszczania celulozy, co pomimo podwyższenia w/w wskaźnika potwierdza spójność hipotezy z pozostałymi danymi obrazującymi obniżenie oporu przedarcia. Oczywiście, biorąc pod uwagę bardzo szeroki

zakres zrealizowanych w pracy doświadczeń i testów, ewentualne kolejne doświadczenia mogą być elementem kontynuacji tego ciekawego kierunku badań, który podjęła w swojej pracy Pani mgr inż. M. Krysztof.

Wśród innych danych badawczych zamieszczonych w p. 5.2. pracy, Autorka przekonująco interpretuje również zależności związane z testowaniem wskaźnika odporności na zerwanie, który dostarcza informacji głównie o sile wiązania pomiędzy włóknami. Analiza właściwości wytrzymałościowych papieru jest zagadnieniem niełatwym, przykładem są wyniki wskaźników przepuklenia i rozciągliwości, jak widać np. na wykresach opisujących analizę wpływu czasu wymywania (str. 86 i 88), nie zawsze w sposób oczywisty się ze sobą korelują. Podobnie nie wszędzie ujawniła się współzależność pomiędzy gęstością pozorną, a przepuszczalnością powietrza (rys. 73 i 74, str. 107/108), ale Autorka podjęła się próby wyjaśnienia tych zjawisk, również z uwzględnieniem innych analiz (mikroskopia), co uwiarygodnia jej interpretację. Badania efektów powlekania dwustronnego, wielowarstwowego i grubość powłoki potwierdziły możliwy negatywny wpływ przedłużonego kontaktu rozpuszczalnika NMMO z włóknami oraz nadmiernej jego ilości na wytrzymałość papierów testowych. Niekorzystne jest również powtarzanie operacji nanoszenia powłok w kontakcie z powierzchnią materiału. Bardzo istotną zaletą wszystkich doświadczeń przeprowadzonych w p. 5.2. jest opracowanie przez Autorkę oryginalnych wytycznych technologicznych do prowadzenia kolejnych testów. Badania te, już w części wstępnej (p. 5.2) wykazały generalnie pozytywny wpływ powlekania papieru roztworami celulozy regenerowanej z NMMO na właściwości wytrzymałościowe i barierowe i tym samym potwierdziły hipotezę pracy doktorskiej.

Kolejnym, bardzo ważnym, ze względu na cel podjętych zagadnień w ramach pracy doktorskiej, jest obszar badań dotyczący oceny wpływu powłoki z celulozy regenerowanej (głównie jej stężenia) na jej właściwości drukowe (p. 5.3.). Doktorantka w pierwszych zdaniach tego podrozdziału uzasadnia wybór masy celulozowej do badań. Dobrze byłoby uściślić w pierwszym zdaniu, że masy celulozowe siarczanowe niebielone nie nadają się do stosowania jako roztwór powlekający. Ligninę resztkową można usuwać skutecznie w wielostopniowych procesach bielenia, również z mas iglastych. Wysoka zawartość ligniny w tym surowcu i w pewnym stopniu morfologia włókien powodują, że standardowym półproduktem do przerobu chemicznego są masy celulozowe siarczanowe z drewna drzew liściastych (krótsze włókna), łatwiej poddającego się hydrolizie wstępnej, roztwarzaniu i bieleniu, a potem i rozpuszczaniu. Zamieszczając w pracy w tab. 53 wyniki testów z

zastosowaniem do powlekania celulozy z różnych mas (sosnowa, bukowa, eukaliptusowa) dobrze byłoby jednak podać więcej informacji o tych masach (nie wiadomo czy są to masy: niebielone/bielone, ewentualnie stopień rozтворzenia/lignina resztkowa/SP_{wiskozymetryczny}). Autorka po zbadaniu wpływu powłok z w/w mas na właściwości wytrzymałościowe i strukturalne kompozytów, wybrała do kolejnych doświadczeń celulozę bukową. Podsumowując wyniki bardzo ciekawych testów obrazujących wpływ stężenia celulozy regenerowanej na jakość zadruku, Doktorantka stwierdziła poprawę właściwości drukowych, zwłaszcza dla przedziału stężeń: 3-4%.

Do kluczowych części badań prowadzonych przez Doktorantkę należy ocena wpływu mielenia masy papierniczej na właściwości kompozytów z powłoką z celulozy regenerowanej (p. 5.4.). Opisując uzyskane rezultaty, Autorka wykazała się umiejętnością kompleksowej analizy złożonych danych. Wyniki badań zostały wnikliwie przedstawione, jednak przydałaby się również ocena z odniesieniem do praktyki produkcji wytworów papierniczych. Dotyczy to zwłaszcza problemu zmniejszenia efektu nanoszenia powłoki na właściwości wytrzymałościowe przy smarności 30°SR. Mielenie w bardzo dużym stopniu decyduje o właściwości wytrzymałościowych i strukturalnych papieru, a masy poddaje się mieleniu do różnych stopni smarności w zależności od przeznaczenia wytworu. Przedstawione w tej części pracy wyniki badań skłaniają do pytania, jakie zastosowania praktyczne może mieć technologia nanoszenia powłok z celulozy regenerowanej w przypadku np. mas niemielonych lub słabo zmielonych?

Ostatnie dwa podrozdziały pracy (p. 5.5 i 5.6.) zawierają wyniki badań wpływu powlekania celulozą regenerowaną na właściwości wytrzymałościowe i strukturalne papieru/kompozytu wytworzonego z mas makulaturowych (OCC) lub odpadowych włókien naturalnych (kokos, bawełna), syntetycznych (poliester) i włókien sztucznych (Lyocell). W przypadku mas makulaturowych, papiery bazowe wytworzono z mas niemielonych i mielonych. Uzyskane wyniki testów strukturalnych i wytrzymałościowych w zasadzie są spójne z rezultatami badań przedstawionymi w p. 5.4. - wytworzenie powłoki celulozowej poprawiło wytrzymałość przede wszystkim papierów niemielonych, a w mniejszym stopniu mielonych. Doktorantka właściwie interpretuje wyniki testów, wskazując na znaczące zdolności celulozy regenerowanej do wiązania włókien. Bardzo interesującym kierunkiem badań Doktorantki, są testy z zakresu wykorzystania włókien odpadowych (p. 5.6.). W dobie sporych trudności z przerobem odpadów, każda praca, nowa technologia, która pozwoli na ich opłacalne ekonomicznie wykorzystanie jest szczególnie cenna. Pewne zastanowienie budzi pominięcie

w tabelach i na wykresach danych dla prób bez dodatku włókien odpadowych. Autorka, wskazuje, że zamieszczenie tych danych utrudniłoby interpretację. Zabieg taki jest w pewnym stopniu zrozumiały, bo pozwala skoncentrować się na ocenie wpływu dodatku samych włókien odpadowych. Jednak w sposób naturalny nasuwa się chęć odniesienia tych danych do próbek wytworzonych bez tego dodatku. Przydatne byłoby nieco szersze wyjaśnienie takiego sposobu interpretacji danych. Trzeba zaznaczyć, że Autorka w tej części pracy przedstawiła bardzo bogaty materiał badawczy, pozwalający nie tylko na ocenę możliwości wykorzystania włókien odpadowych, ale i zastosowania celulozy regenerowanej w procesie otrzymywania kompozytów włóknistych. W przypadku włókien odpadowych naturalnych i poliestrowych, relatywnie najkorzystniejsze rezultaty uzyskano przy najniższych udziałach dodatku. Cennymi obserwacjami są dane wskazujące na możliwość poprawy niektórych właściwości strukturalnych i wytrzymałościowych poprzez wprowadzenie powłoki z celulozy regenerowanej. Być może warto byłoby kontynuować badania zwłaszcza z udziałem włókien bawełnianych, ale silniej zmielonych (skróconych)? Obserwacje dotyczące słabych zdolności papierotwórczych włókien poliestrowych są słuszne, ale i jak sądzę oczekiwane - Autorka zresztą podaje przyczyny m.in. gładka powierzchnia, budowa chemiczna, i in. (str. 186). Część doświadczalna pracy kończy się podrozdziałem zawierającym wyniki badań nad wykorzystaniem włókien Lyocell w otrzymywaniu kompozytów włóknistych. To bardzo interesujący fragment badań, ze względu na obiecujące technologicznie podobieństwo włókna Lyocell do naturalnej, nie modyfikowanej celulozy, jego zdolność do fibrylacji i skracania oraz biodegradowalność. Doktorantka interpretując wyniki w/w doświadczeń wykazuje dużą wiedzę z zakresu papiernictwa, chociaż rezultaty badań nie zawsze są jednoznaczne. Dodatek 50% włókien Lyocell objawił się najwyższym oporem przedarcia, co wskazywałoby na brak skracania włókien w czasie mielenia (tab.106, rys.151), ale Autorka wzrost przepuszczalności powietrza przy tym samym udziale włókien interpretuje wcześniej jako efekt skracania (tab. 101, rys. 146). Wyniki doświadczeń z włóknami Lyocell, nawet mielonymi nie przyniosły znaczącej poprawy wszystkich właściwości wytrzymałościowych, ale należy odnotować ich wyraźne zwiększenie w przypadku naniesienia powłoki z celulozy regenerowanej z NMMO (przy 50% udziale włókien Lyocell w kompozycie). Ważną w tej części podrozdziału 5.6.4. jest oparta o wiedzę Doktorantki, konkluzja wskazująca na możliwość poprawy zdolności papierotwórczej włókien Lyocell, poprzez modyfikacje warunków mielenia. Autorka, wskazuje również możliwość kontynuacji badań w tym kierunku. Doprecyzowania wymaga interpretacja wyników oznaczeń wskaźnika zerwania (tab. 111, rys. 156) - autorka, wskazuje, iż największa wartość uzyskano dla papierów powlekanych (73 N×m/g), jednak oznaczenie

RefM dotyczy materiału bez powłoki (str. 204). Po omówieniu wyników doświadczeń, autorka zawarła w p. 6 podsumowanie procesu nanoszenia powłoki, z uwzględnieniem różnych czynników technologicznych, a w p. 7, ogólne podsumowanie rezultatów badań. Pracę kończy 13 poprawnie sformułowanych wniosków, które merytorycznie odpowiadają postawionym w pracy celom. Treść wniosków wskazuje na uzyskanie w wyniku wykonanych badań potwierdzenia przyjętej w pracy, głównej hipotezy badawczej.

4. Podsumowanie

Pani mgr inż. Marta Krysztof prawidłowo zaplanowała i wykonała program badawczy, stosując odpowiednie metody doświadczalne i analityczne. Na podkreślenie zasługuje bardzo obszerna i wartościowa baza danych uzyskana w czasie prowadzonych badań, co świadczy o konsekwencji i wysokim zaangażowaniu Autorki rozprawy w dążeniu do osiągnięcia wyznaczonych celów naukowych. Uzyskane wyniki badań dostarczają cennych informacji na temat wpływu zróżnicowanych czynników technologicznych na właściwości strukturalne i wytrzymałościowe kompozytów włóknistych. Ponadto, istotną wartością pracy jest wskazanie możliwości nowych rozwiązań technologicznych o charakterze naukowym i aplikacyjnym. Praca doktorska Pani mgr inż. Marty Krysztof odznacza się odpowiednim poziomem naukowym, wnosi wartościowy wkład w dyscyplinę inżynieria materiałowa, a pojawiające się w recenzji uwagi krytyczne nie stanowią podstawy do poddania w wątpliwość jej istotnej wartości merytorycznej, którą oceniam bardzo pozytywnie. Przytaczane przez recenzenta uwagi mają najczęściej charakter systematyzujący lub korygujący i mogą podlegać dyskusji.

Stwierdzam, że przedstawiona mi do oceny praca spełnia wymagania stawiane dysertacjom doktorskim, zawarte w Ustawie z dn. 14 marca 2003 roku, o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. z 2017 r. poz. 1789 z późn. zm.) i stanowi podstawę do ubiegania się o stopień naukowy doktora w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa. Wnoszę więc o dopuszczenie Pani mgr inż. Marty Krysztof do publicznej obrony wyżej wymienionej rozprawy.



Dr hab. inż. Adam Wójciak, prof. UPP