

WPLYNĘŁO DNIA	
03.08.2022	data
Kierownik administracji	podpis
nr pisma	

Toruń, 01.08.2022 r.

mgr Kamila Czerniak

Dr hab. n. techn. Rafał Malinowski
Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut
Inżynierii Materiałów Polimerowych i Barwników
ul. M. Skłodowskiej-Curie 55
87-100 Toruń

RECENZJA

***rozprawy doktorskiej mgr inż. Olgi Mysiukiewicz pt.: „Właściwości
przetwórcze i użytkowe kompozytów polilaktydowych modyfikowanych
makuchami lnianymi”***

Podstawą formalną przygotowania niniejszej recenzji jest zlecenie Dziekana Wydziału Inżynierii Mechanicznej Politechniki Poznańskiej, Pana dr hab. inż. Olafa Ciszaka, prof. PP, przesłane mi pismem (znak DM.075.281.2022) z dnia 07.06.2022 r. Po wstępnym zapoznaniu się z treścią rozprawy, stwierdziłem, że przedstawiona w niej tematyka jest zgodna z moimi zainteresowaniami naukowymi, przez co mogłem przystąpić do opracowania jej recenzji. Jednocześnie oświadczam, że nie prowadziłem i nie prowadzę z Doktorantką żadnych wspólnych badań naukowych oraz, że nie jesteśmy współautorami jakiegokolwiek publikacji naukowej.

1. Tematyka rozprawy

Zagadnienia ochrony środowiska naturalnego w aspekcie stosowania tworzyw polimerowych są od wielu przedmiotem licznych prac naukowo-badawczych. Jednym ze sposobów ograniczenia niekorzystnych zmian zachodzących w środowisku naturalnym jest zastępowanie niebiodegradowalnych tworzyw polimerowych tworzywami biodegradowalnymi, a zwłaszcza jeżeli do ich wytwarzania wykorzystuje się surowce odnawialne. Obecnie dostępne komercyjnie biodegradowalne tworzywa polimerowe ustępują jednak miejsca, pod względem właściwości użytkowych oraz ceny, klasycznemu tworzywom niebiodegradowalnym. Jest to powodem prowadzenia wielu badań naukowych, a także prac technologicznych nad modyfikowaniem właściwości tego typu tworzyw. Jednym z najważniejszych sposobów opracowywania nowych rodzajów tworzyw biodegradowalnych o pożądanymi właściwościami jest wytwarzanie ich kompozytów lub nanokompozytów. Co więcej, szczególnie

wartościowych cech nabierają te kompozyty, których fazę rozproszoną stanowią składniki naturalne, a w tym roślinne. Wykorzystanie napełniaczy roślinnych, w tym tych będących produktami ubocznymi pochodzącymi z przemysłu rolno-spożywczego, do wytwarzania kompozytów biodegradowalnych ma w ostatnich latach coraz większe znaczenie.

Przedmiotem recenzowanej rozprawy jest modyfikowanie właściwości polilaktydu (PLA) makuchami lnianymi, tj. wyłokami powstałymi jako odpad w procesie produkcyjnym oleju lnianego. Zastosowany w rozprawie PLA to jeden z najbardziej znanych polimerów biodegradowalnych o dużym potencjale aplikacyjnym, korzystnych parametrach przetwórczych, dobrej kompostowalności, stosunkowo niskiej cenie oraz względnie łatwej dostępności. To także polimer, którego niektóre właściwości (np. kruchość, mała barierowość lub niedostateczna stabilność w podwyższonej temperaturze) muszą być odpowiednio modyfikowane w celu wykorzystania go w różnych aplikacjach. Przedstawione w rozprawie efekty modyfikowania właściwości PLA makuchami lnianymi, jak również szeroko dyskutowane zagadnienia trybologiczne oraz wskazanie kierunków zastosowań badanych materiałów, mają istotne znaczenie w inżynierii mechanicznej, inżynierii materiałowej, a także w technologii przetwórstwa tworzyw polimerowych.

Zgodnie z obowiązującym rozporządzeniem Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 20 września 2018 roku w *sprawie dziedzin nauki i dyscyplin naukowych oraz dyscyplin artystycznych* (Dz.U. 2018 poz. 1818), recenzowana rozprawa kwalifikuje się do **dziedziny nauk inżynieryjno-technicznych** i wchodzącej w jej skład dyscypliny naukowej **inżynieria mechaniczna**, a także częściowo do dyscypliny naukowej **inżynieria materiałowa**.

2. Układ rozprawy

Recenzowaną rozprawę, w myśl *art. 187 ust. 3 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* (Dz.U. 2018 poz. 1668), stanowi praca pisemna będąca zbiorem opublikowanych i powiązanych tematycznie artykułów naukowych. Obejmuje ona przede wszystkim badania eksperymentalne, co odpowiada tego typu pracom o charakterze naukowym. Przed zestawionym cyklem publikacji, w rozprawie znajduje się również obszerna część opisowa. Rozprawa składa się zatem z dwóch części.

Pierwsza – obejmująca 64 strony – odzwierciedla klasyczny układ rozprawy doktorskiej z większością charakterystycznych dla tego typu układu składowych, tj.: (1) wstępem, (2) metodyką badań, (3) wynikami badań, (4) podsumowaniem z wnioskami oraz (5) literaturą. Zawiera ona ponadto 19 dobrze wykonanych rysunków (12 wykresów oraz 7 schematów i zdjęć), a także 8 wzorów i 7 tabel. Bibliografia zawiera 82 zacytowane pozycje literaturowe – wszystkie anglojęzyczne. Cytowana literatura stanowi aktualne prace naukowe, z czego

połowę stanowią najnowsze prace, tzn. opublikowane w ostatnich 5 latach. W części tej brakuje jednak szczegółowego przeglądu literatury, co jest szczególnie ważne w tego typu pracach. Częściowo jest on przedstawiony w poszczególnych artykułach naukowych (we wstępach do nich), a także w podrozdziale 1.1 „Uzasadnienie wybranej tematyki”. **Istotną wartością tej części rozprawy jest zebranie, usystematyzowanie, porównanie i opisanie w sposób całościowy najważniejszych rezultatów prac badawczych prowadzonych przez Doktorantkę, które zostały wcześniej opublikowane w artykułach naukowych.** Umożliwiło to sformułowanie przez Nią głównych wniosków końcowych. Część ta stanowi również pewnego rodzaju wprowadzenie do zasadniczego przedmiotu recenzowanej rozprawy, tj. zbioru artykułów naukowych.

Drugą część rozprawy stanowi zestawienie – łącznie na 94 stronach – sześciu artykułów naukowych, powiązanych tematycznie, gdzie przedstawione są szczegółowe wyniki badań wraz z ich dyskusją i interpretacją obserwowanych zjawisk. Są to:

- I. **Mysiukiewicz, O.**; Barczewski, M.; Skórczewska, K.; Szulc, J.; Kloziński, A. Accelerated weathering of polylactide-based composites filled with linseed cake: the influence of time and oil content within the filler, *Polymers* **2019**, 11, 1495 (aktualny IF: 4,967; 100 pkt. MEiN).
- II. **Mysiukiewicz, O.**; Sałasińska, K.; Barczewski, M.; Szulc, J. The influence of oil content within lignocellulosic filler on thermal degradation kinetics and flammability of polylactide composites modified with linseed cake, *Polymer Composites* **2020**, 41, 4503-4513 (aktualny IF: 3,531; 70 pkt. MEiN).
- III. **Mysiukiewicz, O.**; Barczewski, M. Crystallization of polylactide-based green composites filled with oil-rich waste fillers, *Journal of Polymer Research* **2020**, 27, 374 (aktualny IF: 3,061; 70 pkt. MEiN).
- IV. **Mysiukiewicz, O.**; Barczewski, M.; Szulc, J. The influence of poly(vinyl alcohol) on oil release behavior of polylactide-based composites filled with linseed cake, *Journal of Renewable Materials* **2020**, 8, 347-363 (aktualny IF: 2,115; 40 pkt. MEiN).
- V. **Mysiukiewicz, O.**; Barczewski, M.; Kloziński, A. The influence of sub-zero conditions on the mechanical properties of polylactide-based composites, *Materials* **2020**, 13, 5789 (aktualny IF: 3,748; 140 pkt. MEiN).
- VI. **Mysiukiewicz, O.**; Sulej-Chojnacka, J.; Kotkowiak, M.; Wiśniewski, T.; Piasecki, A.; Barczewski, M. Evaluation of the oil-rich waste lignocellulosic fillers' influence on the tribological properties of polylactide-based composites, *Materials* **2022**, 15, 1237 (aktualny IF: 3,748; 140 pkt. MEiN).

Wszystkie artykuły zostały opublikowane w czasopiśmie o wysokim wskaźniku IF (średni IF>3), a część z nich ma również wysoką punktację MEiN. Są to renomowane czasopisma anglojęzyczne o zasięgu międzynarodowym. We wszystkich powyższych publikacjach Doktorantka jest ich główną współautorką. Jej udział w powstaniu tych prac wynosi 65% (4 artykuły co najmniej trójautorskie), 75% (1 artykuł trójautorski) oraz 95% (1 artykuł dwuautorski). W publikacjach tych Doktorantka opracowała koncepcję i metodykę badań, brała udział w wytworzeniu próbek badawczych, przeprowadziła większość badań eksperymentalnych lub współuczestniczyła w ich realizacji, dokonała interpretacji otrzymanych rezultatów, a także w każdym przypadku przygotowała tekst artykułu, zajęła się jego edycją oraz opracowaniem graficznym wyników badań. Potwierdza to znaczący i dominujący udział Doktorantki w powstaniu tych prac.

W skład rozprawy doktorskiej wchodzi ponadto: spis treści, wykaz używanych w niej skrótów i oznaczeń, streszczenie (w języku polskim i języku angielskim), a także oświadczenia wszystkich współautorów, w tym Doktorantki, artykułów naukowych będących podstawą recenzji tej rozprawy. W układzie rozprawy brakuje jednak wyraźnego podziału wniosków końcowych na te o znaczeniu naukowym i te o znaczeniu użytkowym, tym bardziej, że praca ma istotny aspekt aplikacyjny, na co wskazuje również sama Autorka (strony 10, 19, 23).

Podsumowując stwierdzam, że pomimo nieznacznych braków, przedstawiony układ rozprawy mieści się w kryteriach ogólnie przyjętych dla tego typu prac naukowych w dziedzinie nauk inżynierjno-technicznych.

3. Hipoteza i cele rozprawy

W rozprawie na stronie 22 przedstawiono hipotezę badawczą, która jest następująco sformułowana:

„Olej lniany zawarty w makuchach jest składnikiem odpowiedzialnym za obserwowany efekt plastyfikacji, a napelniacz ten może być uznany za wykazujący dodatkowe cechy funkcjonalne”.

Sformułowana w ten sposób hipoteza dobrze oddaje istotę rozprawy. Uwagę, o charakterze wyłącznie formalnym, może stanowić jedynie forma przedstawionej hipotezy, która w mojej opinii ma charakter bardziej tezy niż hipotezy, a zwłaszcza w jej pierwszej części (tj. *Olej lniany zawarty w makuchach jest składnikiem odpowiedzialnym za obserwowany efekt plastyfikacji...*).

Doktorantka sformułowała ponadto cele (a) naukowy i (b) użyteczny rozprawy, którymi są odpowiednio:

- (a) „*opis oddziaływania oleju lnianego zawartego w makuchach lnianych (cząstkach napelnacza) na osnowę polimerową oraz określenie jego wpływu na strukturę i właściwości materiału kompozytowego*”;
- (b) „*scharakteryzowanie szerokiego spektrum właściwości kompozytów polilaktydowych z makuchami o różnej zawartości oleju, aby określić ich potencjał aplikacyjny oraz opracować metody kontroli ich efektu modyfikacji, by móc świadomie projektować tworzywa przeznaczone do określonych zastosowań*”.

Dodatkowo w każdej z przedstawionych publikacji Doktorantka określiła cele szczegółowe odnoszące się do poszczególnych, cząstkowych etapów badawczych. **Stwierdzam, że postawione przez Doktorantkę cele zostały sformułowane właściwie i zrozumiale oraz że są zgodne z zakresem pracy.**

4. Ocena merytoryczna

Opracowywanie nowych rodzajów biodegradowalnych kompozytów polimerowych, a zwłaszcza tych o dominującym udziale składników pochodzących z surowców odnawialnych, ma bardzo duże znaczenie. Stymulatorem opracowywania tego typu kompozytów jest możliwość otrzymania ich nowych rodzajów o niespotykanych dotąd właściwościach lub możliwość zastosowania ich w niestosowanych dotychczas technologiach, co może przekładać się na ich nowe aplikacje, a także możliwość zagospodarowania niektórych składników roślinnych, w tym tych będących produktami ubocznymi w przemyśle rolno-spożywczym. **Zaproponowane w rozprawie wykorzystanie makuchów lnianych, w postaci pierwotnej lub zmodyfikowanej, do zmiany niektórych właściwości PLA jest rozwiązaniem oryginalnym. Ma ono również duże znaczenie aplikacyjne oraz rozwiązuje niektóre problemy związane z odpowiedzialnym wykorzystaniem części półproduktów roślinnych. Jest ponadto odpowiedzią na ciągle potrzeby stosowania coraz bardziej uniwersalnych i innowacyjnych materiałów polimerowych.**

Rozprawa nie zawiera klasycznego przeglądu literatury. Jest on natomiast podzielony na odpowiednie obszary tematyczne przedstawione w poszczególnych publikacjach, które stanowią spójną całość. Częściowo został on przedstawiony również w wersji skróconej w rozdziale pierwszym rozprawy. We wszystkich publikacjach zacytowanych zostało łącznie 358 pozycji literaturowych, przy czym wiele z nich się powtarza, co jest naturalną sytuacją w pracach obejmujących cykl publikacji o podobnej tematyce. Doktorantka opisuje w swojej pracy zagrożenia dla środowiska naturalnego spowodowane stosowaniem tworzyw

niebiodegradowalnych i wynikające z tego potrzeby wykorzystywania alternatywnych tworzyw biodegradowalnych. Następnie dokonuje charakterystyki PLA i różnych składników dodatkowych modyfikujących właściwości tego polimeru. Później skupia się na napełniaczach roślinnych, a głównie makuchach lnianych i możliwości ich zastosowania w modyfikowaniu właściwości PLA. W analizie literatury znajdują się również liczne odwołania do zagadnień specjalistycznych, np. właściwości trybologicznych i mechanicznych, właściwości użytkowych (w tym stabilności cieplnej lub palności), hydrolizy, degradacji, starzenia lub krystaliczności PLA. W podsumowaniu analizy literatury przedstawiono dość ogólne uzasadnienie wybranej tematyki, twierdząc, że *„napełniacze odpadowe bogate w naturalny olej powinny stanowić korzystny dodatek dla polimerów termoplastycznych, w tym polilaktydu”*. Pomimo tego **uwzględniłam, że Doktorantka trafnie dokonała wyboru zacytowanych prac, które dotyczą dyskusowanych w rozprawie zagadnień.**

Opisana w rozprawie metodologia badawcza jest poprawna. Zawiera ona zestawienie i charakterystykę stosowanych materiałów oraz surowców, procedurę wytwarzania próbek badawczych, a także opis stosowanych technik badawczych i specjalistycznej aparatury. Brakuje jednakże bardziej szczegółowego opisu procesu przetwórczego, tzn. nie podano informacji o zastosowanym układzie uplastyczniającym, o tym czy stosowano odgazowania, o wartościach ciśnień i temperatur uplastycznionego tworzywa lub o tym jaka była wydajność procesu. Są to istotne kwestie, dzięki którym poszczególne badania mogłyby być odtwarzane w późniejszym czasie. Poza tym należy pamiętać o tym, że większość rezultatów badań, jakie uzyskano, była pochodną tego w jaki sposób zostały przygotowane próbki do badań.

W części eksperymentalnej Doktorantka opisuje wyniki badań wstępnych (wyłącznie w rozdziale 1.2) oraz zasadniczych (rozdział 3 oraz sześć załączonych publikacji). Wyniki badań wstępnych mają charakter opisowy, a w rozprawie nie one są poparte żadnymi danymi eksperymentalnymi. Część rezultatów tych badań została wszakże opublikowana przez Doktorantkę w zacytowanym przez Nią artykule [poz. 57], jednak nie znalazł się on w zbiorze artykułów naukowych.

Tematyka badań zasadniczych przedstawionych w zbiorze opublikowanych i powiązanych tematycznie artykułów naukowych jest następująca:

[A] Oznaczenie wpływu procesu przyspieszonego starzenia na właściwości kompozytów PLA zawierających makuchy lniane oraz na migrację oleju z napełniacza do osnowy polimerowej. W publikacji Doktorantka wyjaśniła mechanizm degradacji otrzymanych kompozytów i odpowiednio zinterpretowała zjawiska zachodzące w poszczególnych fazach procesu przyspieszonego starzenia. Na podstawie przeprowadzonych badań

- Doktorantka stwierdziła również, że opracowane kompozyty są dobrym materiałem do wytwarzania produktów o stosunkowo krótkim „czasie życia”.
- [B] Porównanie przy użyciu techniki termogravimetrycznej stabilności cieplnej surowców pierwotnych i otrzymanych kompozytów, wyznaczenie energii aktywacji degradacji termicznej badanych materiałów, jak również wykonanie badań palności. Przeprowadzone badania wykazały, że otrzymane kompozyty nie zwiększają zagrożenia pożarowego, a ich palność jest mniejsza niż w przypadku niemodyfikowanego PLA. Zaobserwowano również, że podczas procesu spalania kompozytów wydziela się większa ilość dymu niż w przypadku niemodyfikowanego PLA. Stwierdzono ponadto, że otrzymane kompozyty charakteryzują się nieco mniejszą stabilnością cieplną niż niemodyfikowany PLA.
- [C] Analiza procesu krystalizacji izotermicznej i nieizotermicznej wytworzonych kompozytów. W tej fazie badań Doktorantka wyjaśniła efekty cieplne związane z tworzeniem się krystalitów i topnieniem fazy krystalicznej. Opisała sposób zarodkowania i wzrostu krystalitów PLA, wyznaczyła najlepsze warunki izotermicznej krystalizacji badanych materiałów, a także bardzo dobrze opisała kinetykę krystalizacji. Doktorantka stwierdziła, że makuchy lniane lub olej z nich migrujący nie działają jak nukleant i nie stanowią heterogenicznych zarodków krystalizacji, a tworzeniu się fazy krystalicznej sprzyjają: efekt plastyfikacji PLA i reorganizacja jego makrocząsteczek.
- [D] Modyfikowanie makuchów lnianych poli(alkoholem winylowym) (PVA) w celu wytworzenia bariery dla domen oleju, które mogłyby migrować do osnowy PLA. W tym obszarze badawczym Doktorantka wykazała, że w wyniku modyfikowania makuchów lnianych za pomocą PVA nie następuje przyspieszenie procesu tworzenia fazy krystalicznej PLA, a tym samym domeny oleju pozostały „zamknięte” w obrębie cząstek makuchów i nie mają możliwości oddziaływania z osnową PLA. W wyniku istotnego ograniczenia migracji domen oleju z makuchów do osnowy PLA, efekt plastyfikacji został również zmniejszony w znacznym stopniu. Umożliwiło to również potwierdzenie wcześniejszego wniosku mówiącego o tym, że za efekt plastyfikacji odpowiedzialny jest przede wszystkim olej zawarty w makuchach lnianych.
- [E] Zweryfikowanie możliwości zastosowania wytworzonych kompozytów w warunkach obniżonej temperatury (-40°C). Przeprowadzone badania wykazały, że wytworzone kompozyty charakteryzowały się dobrymi właściwościami mechanicznymi zarówno w temperaturze pokojowej jak i ujemnej, przez co możliwe jest wykorzystywanie ich w aplikacjach niskotemperaturowych, zwłaszcza jeżeli wymagają one większej wytrzymałości na rozciąganie i większego modułu sprężystości. Co więcej,

zaobserwowano, że zmniejszony efekt plastyfikacji w temperaturze -40°C nie wpływa niekorzystnie na właściwości użytkowe kompozytów.

[F] Wykonanie badań trybologicznych, a w tym oznaczenie takich parametrów jak współczynnik tarcia, mikrotwardość, odporność na zarysowanie, zużycie lub chropowatość. Badania te, oparte częściowo o techniki optyczne, wykazały przede wszystkim to, że olej zawarty w domenach nie migruje do warstwy wierzchniej detalu wytworzonego z opracowanego kompozytu, przez co nie stanowi on środka smarnego PLA. Badania trybologiczne wykonane przez Doktorantkę mają istotne znaczenie w mechanice oraz praktycznym wykorzystaniu opracowanych materiałów. Pokazują również dużą zależność uzyskiwanych rezultatów badań od warunków prowadzenia pomiarów.

Podsumowując stwierdzam, że część eksperymentalna rozprawy została wykonana w sposób właściwy. Techniki badawcze zostały poprawnie dobrane do każdego z przeprowadzonych eksperymentów. Wyniki badań uzyskane przez Doktorantkę mają również ważne znaczenie poznawcze i użytkowe. Znaczenie poznawcze związane jest przede wszystkim z wkładem nowej wiedzy do obszaru nauki o materiałach, o ich wytrzymałości i sposobach modyfikowania właściwości, w tym mechanicznych. Znaczenie użytkowe dotyczy aspektów wykorzystania zmodyfikowanego makuchami lnianymi polilaktydu, głównie w technologii przetwórstwa tworzyw polimerowych. Przedstawione w rozprawie wyniki badań są oryginalne i stanowią nowość naukową, ponieważ nie były dotąd znane efekty modyfikowania właściwości PLA makuchami lnianymi. Wyniki te stanowią istotny wkład Doktorantki w rozwój dyscypliny naukowej inżynieria mechaniczna, a także mają duże znaczenie w inżynierii materiałowej i technologii przetwórstwa tworzyw polimerowych.

Za najważniejsze osiągnięcia naukowe Doktorantki uważam: (a) eksperymentalne zweryfikowanie przedstawionej hipotezy rozprawy, (b) opracowanie nowych rodzajów kompozytów biodegradowalnych o dużym potencjale aplikacyjnym, (c) wyjaśnienie zjawisk fizykochemicznych zaobserwowanych podczas badań zmodyfikowanego makuchami lnianymi polilaktydu, (d) wykonanie szerokiej analizy procesu krystalizacji opracowanych kompozytów i stwierdzenie na jej podstawie, że przeprowadzona modyfikacja prowadzi do otrzymania doskonalszej struktury krystalicznej PLA, (e) wykazanie korzystnego efektu powlekania makuchów lnianych poli(alkoholem winylowym), ograniczającego migrację domen oleju do osnowy polimerowej, (f) przeprowadzenie istotnych w aspekcie użytkowym badań trybologicznych, stabilności cieplnej oraz palności, a także (g) kompleksowe scharakteryzowanie właściwości otrzymanych kompozytów wraz z określeniem wzajemnego oddziaływania osnowy polimerowej, napełniacza i oleju lnianego.

5. Uwagi krytyczne

W rozprawie znajdują się nieliczne błędy literowe oraz nieliczne błędy o charakterze stylistycznym. Można znaleźć w niej jednak pewne nieprawidłowości o charakterze merytorycznym, językowym lub porządkowym, do których należą:

- Tytuł rozprawy (*Właściwości przetwórcze i użytkowe kompozytów polilaktydowych modyfikowanych makuchami lnianymi*) może sugerować czytelnikowi, że makuchami lnianymi modyfikowane były kompozyty polilaktydowe. Tym czasem w przedstawionej rozprawie, za pomocą makuchów, modyfikowane były właściwości polilaktydu, a nie jego kompozytów, przez co tytuł rozprawy nie do końca odzwierciedla to czego dotyczą przedstawione prace badawcze.
- W publikacji [D] omówiono wpływ powlekania makuchów lnianych poli(alkoholem winylowym) (PVA) zakładając, że makuchy te są całkowicie powleczone tym polimerem. Jednakże podczas przygotowywania tego typu materiału był on w ostatniej fazie poddawany procesom zgniatania i mielenia. W związku z tym część jego struktury mogła ulec zniszczeniu i powłoka z PVA mogła nie zabezpieczać całkowicie makuchów lnianych przed migracją oleju do osnowy polilaktydowej. W rozprawie brakuje ustosunkowania się do możliwości wystąpienia tego typu sytuacji.
- W pracy nie ma uzasadnienia wyboru rodzaju osnowy polilaktydowej, tj. PLA typ 2500HP, zwłaszcza w kontekście badań krystaliczności otrzymanych materiałów i oznaczania połówkowego czasu ich krystalizacji [C].
- W pięciu przedłożonych publikacjach stosowano jako osnowę polimerową PLA typ 2500HP, a w jednej PLA typ 4032D. W rozprawie nie wyjaśniono dlaczego zmieniono tworzywo, tym bardziej, że to pierwsze wykazuje dużo większą szybkość krystalizacji niż to drugie, a tym samym efekty obserwowanych zjawisk mogą być inne.
- W rozprawie na stronie 36 Doktorantka podaje informacje, że kompozyty o zawartości oleju do 17% cechowały się niższą odpornością na pękanie w porównaniu do materiału osnowy. Jest to częściowo sprzeczne z danymi zamieszczonymi w publikacji [E], w której stwierdzenie to dotyczy tylko próbek PLA-LC0.9 i PLA-LC4.6.
- W podrozdziale 3.4 Doktorantka pisze: „*Jedynym wyjątkiem jest kompozycja PLA-LC-39.8, która wykazuje przegięcie na krzywej $\tan\delta(T)$ około temperatury - 25°C*”. Z danych zestawionych w publikacji [E] wynika, że nie jest to jedyna kompozycja, która wykazuje przegięcie na krzywej $\tan\delta(T)$.
- W publikacji [D] nie dokonano charakterystyki zmodyfikowanych makuchów lnianych, tzn. nie określono jakie udziały w otrzymanym materiale stanowią PVA oraz makuchy lniane.

- Na rysunku 3 w publikacji [D] należałoby umieścić dodatkowe widmo pokazujące zmiany cieplne niemodyfikowanego PVA. Wówczas można byłoby potwierdzić wniosek Doktorantki mówiący o tym, że „*sygnał cieplny wywołany przez topnienie polimeru jest niewykrywalny podczas badania*”. Jest to istotne, ponieważ na przywołanym rysunku można dopatrzeć się słabego piku topnienia fazy krystalicznej w zakresie temperatury od 175 do 190 °C. Co więcej, efekty cieplne obserwowane podczas drugiego cyklu ogrzewania (rysunek 3 w publikacji [D]) wymagałyby głębszej analizy, ponieważ makuchy po pierwszym cyklu ogrzewania nie musiały posiadać już „powłoki ochronnej” z PVA, która powinna ulec stopieniu.
- W podrozdziale 1.2, podana wielkość rocznej produkcji siemienia lnianego jest niezgodna z danymi przedstawionymi w przywołanej literaturze.
- Na stronie 61 rozprawy podano niższą wartość temperatury topnienia PVA niż wynika to z przywołanej literatury.
- Zamiast wyrażenia „...*wyglądu powierzchni przelomu próbki...*” (strona 54) lepiej użyć wyrażenia „...*struktury przelomu próbki...*” albo „...*struktury geometrycznej powierzchni przelomu próbki...*”.
- Doktorantka analizując wyniki swoich badań, wskazuje niekiedy na istotne zmiany (zwiększanie się lub zmniejszanie) niektórych mierzonych wielkości. Jednakże biorąc pod uwagę zaznaczone przedziały ufności, można powiedzieć, że wartości danego parametru często nie różnią się istotnie od siebie (np. rysunek 6 w publikacji D).
- Przywołane w rozprawie normy badawcze nie zawierają dat, przez co nie można jednoznacznie stwierdzić czy podczas badań stosowano aktualnie obowiązujące procedury badawcze.
- W pracy często można spotkać stosowane przez Doktorantkę wyrażenia typu: „*Krzywe DMTA [...] dla próbek*”, „*Wartości współczynnika k [...] dla badanych tworzyw*”, „*Wyniki badań [...] dla polilaktydu*”. W każdym z tych przykładów należałoby zastosować formę bez przyimka tzn. „*Krzywe DMTA [...] próbek*”, „*Wartości współczynnika k [...] badanych tworzyw*”, „*Wyniki badań [...] polilaktydu*”.

Przedstawione powyżej najważniejsze uwagi nie obniżają istotnie wartości merytorycznej recenzowanej rozprawy, ale wskazują na konieczność zachowania przez Doktorantkę większej uwagi podczas redagowania tekstu rozprawy, jak również większej wnikliwości podczas analizy wyników badań eksperymentalnych.

6. Podsumowanie

Cele naukowy i użytkowy przedstawione w recenzowanej rozprawie zostały w pełni osiągnięte przez Doktorantkę, która musiała wykazać się znajomością wiedzy z różnych obszarów nauki. Aby osiągnąć te cele, a także zweryfikować hipotezę rozprawy, musiała ona odpowiednio zaplanować przeprowadzenie poszczególnych eksperymentów, jak również dobrać do nich właściwe techniki badawcze. Co więcej, na szczególną uwagę zasługują dokonane przez Doktorantkę analizy wyników badań przedstawione w przystępny i zrozumiały sposób, a także formułowanie odpowiednich do nich wniosków. Warto podkreślić, że Doktorantka formułuje stanowcze wnioski, które popiera danymi eksperymentalnymi i literaturowymi. W mojej opinii spełnienie przez Doktorantkę wszystkich wymienionych wyżej warunków umożliwiło przygotowanie niniejszej rozprawy doktorskiej na dobrym poziomie zarówno merytorycznym jak i formalnym.

Recenzowana rozprawa doktorska ma charakter oryginalnej pracy naukowej, zawierającej ważne elementy poznawcze i aplikacyjne. Przedstawione w niej wyniki badań stanowią istotny wkład Doktorantki w rozwój dyscypliny naukowej inżynieria mechaniczna oraz częściowo w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa, a zwłaszcza w rozwój wiedzy o biodegradowalnych kompozytach polimerowych i sposobach modyfikowania właściwości ich osnów polimerowych. Na podstawie wszystkich składowych recenzowanej rozprawy stwierdzam, że Doktorantka wykazuje dojrzałość naukową, posiada szeroką wiedzę z zakresu inżynierii mechanicznej, jak również jest przygotowana do samodzielnego prowadzenia badań naukowych.

Na podstawie szczegółowej analizy przedłożonej mi do recenzji rozprawy doktorskiej mgr. inż. Olgi Mysiukiewicz pt. *„Właściwości przetwórcze i użytkowe kompozytów polilaktydowych modyfikowanych makuchami lnianymi”* stwierdzam, że **rozprawa ta spełnia warunki** określone w ustawie z dnia 20 lipca 2018 r. – *Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* (Dz.U. 2018 poz. 1668 z późniejszymi zmianami). Na tej podstawie **wnioskuję o dopuszczenie Pani mgr inż. Olgi Mysiukiewicz, po spełnieniu pozostałych wymogów, do dalszych etapów publicznej obrony rozprawy doktorskiej.**


Dr hab. n. techn. Rafał Malinowski