

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Adrianny Frankiewicz
„Wytwarzanie emulsji W/O i O/W przy użyciu membran dynamicznych”**

Pismem z dnia 16 maja 2023 r. powierzono mi zrecenzowanie rozprawy doktorskiej mgr inż. Adrianny Frankiewicz, pt. „Wytwarzanie emulsji W/O i O/W przy użyciu membran dynamicznych”. Praca doktorska została przygotowana na Wydziale Technologii Chemicznej Politechniki Poznańskiej, pod kierunkiem dr hab. inż. Jacka Różańskiego, prof. PP.

Praca składa się z 169 stron. Podzielona została na 15 rozdziałów, streszczenie, spis oznaczeń i skrótów, bibliografię oraz rozdział poświęcony aktywności naukowej Doktorantki. Układ rozdziałów nie budzi zastrzeżeń.

Spis literatury zawiera 143 pozycje. Zdecydowana większość pozycji to prace, które ukazały się w ostatniej dekadzie. Dobór literatury wskazuje na dobrą orientację w zakresie problematyki badawczej.

Problematyka rozprawy

Praca rozpoczyna się dwustronicowym wprowadzeniem (Rozdział 1), w którym Doktorantka wyjaśnia zasadność podjęcia tematu ukierunkowanego na udoskonaleniu procesu emulgacji DMTS oraz opracowaniem membran dynamicznych, które znaleźć mogą zastosowanie do homogenizacji emulsji W/O.

Część teoretyczna pracy jest ujęta w następnych trzech rozdziałach. W rozdziale 2, przedstawiono problematykę dotyczącą emulsji, prezentując czynniki wpływające na proces emulgacji, stabilność emulsji oraz ich lepkość. Następnie, w rozdziale 3, Autorka skupia się na opisie zagadnienia przepływu emulsji przez złoża porowate. Rozdział 4, zawiera przegląd stanu wiedzy w zakresie metod wytwarzania emulsji: bezpośredniej emulgacji membranowej (DME),

membranowej emulgacji premiksu (PME), emulgacji premiksu przez system membran dynamicznych o regulowanej wielkości porów (DMTS) oraz wytwarzaniu emulsji za pomocą mieszalnika statycznego z wypełnieniem usypowym (PBM). W jednostronicowym rozdziale 5, Doktorantka bardzo krótko podsumowała część literaturową oraz przedstawiła sformułowane na podstawie tej części cztery hipotezy badawcze.

Zdaniem recenzenta, przegląd literatury właściwie oddaje stan wiedzy w rozpatrywanej tematyce i pokazuje celowość prowadzenia dalszych badań.

W następnym 6 rozdziale, Autorka zamieściła sformułowany Cel pracy.

Kolejne siedem rozdziałów stanowi część praktyczną pracy doktorskiej. Rozdział 7 zawiera opis stanowiska badawczego, zastosowane w badaniach związki chemiczne, metodykę badań oraz opis analizy statystycznej. W rozdziale 8, Doktorantka zaprezentowała pierwszy etap badań eksperymentalnych, tj. weryfikację możliwości zaprojektowanego aparatu do wytwarzania emulsji. W tej części pracy przedstawiono eksperymenty przeprowadzone dla emulsji O/W. W następnym rozdziale 9, zawarto wstępne badania możliwości wykorzystania membran dynamicznych do wytwarzania emulsji W/O przy użyciu cząstek o zróżnicowanej zwilżalności powierzchni. Przy użyciu opracowanych hydrofobowych membran dynamicznych złożonych z mikrokulek szklanych przeprowadzono badania eksperymentalne, których wyniki zaprezentowano w rozdziale 10. Celem tych badań było ocena wpływu ciśnienia przetłaczania, parametrów membrany, czasu mieszania premiksu oraz składu emulsji na parametry emulsji W/O. Podobne badania przeprowadzono przy zastosowaniu cząstek polipropylenu, polichlorku winylu oraz polietylenu o jednakowej klasie ziarnowej (Rozdział 11). Zbudowane z tych materiałów membrany również pozwoliły na wytwarzanie emulsji typu W/O. Czterostronicowy rozdział 12 dotyczy określenia zakresu przepływu podczas przetłaczania emulsji przez użyte w badaniach złoża. W rozdziale 13, efektywność energetyczną zaprojektowanych membran dynamicznych porównano z danymi literaturowymi.

Pracę zakończono rozdziałami 14, w którym Doktorantka przedstawiła podsumowanie Swojej dysertacji, oraz 15, w którym przedstawiła wnioski.

Ocena formalnej strony dysertacji

Przedłożona rozprawa napisana jest poprawną polszczyzną, w sposób przejrzysty i spójny. Tekst rozprawy i przedstawione w nim rozważania tworzą logiczną całość.

Pod względem edytorskim rozprawa jest opracowana bardzo dobrze. Korekta została wykonana starannie. Nie oznacza to, że w pracy nie znalazły się nieliczne błędy edytorskie i stylistyczne. Poniżej przedstawiono niektóre z nich:

1. Strona 53 – jest „Nakashimę i Shimzu”, powinno być „Nakashimę i wsp.”
2. Strona 78 – "Aby wytworzyć emulsje do zbiornika ciśnieniowego (5) wprowadzane były składniki układu" – to zdanie jest niezrozumiałe.
3. Strona 97 – " Pierwszą z nich było opracowanie membrany dynamicznej o wysokości 10 mm składającej się z 5 mm warstwy złoża 85 μm oraz 5 mm warstwy złoża o większych ziarnach, tak aby emulsja przepływała najpierw przez złożo grube a następnie przez podczas jednego przetłoczenia" – to zdanie jest niezrozumiałe.
4. Strona 100 – jest „rozmiaru krople emulsji W/O”, powinno być „rozmiaru kropli emulsji W/O”.
5. Strona 100 – na rysunku 59, na osi x nie określono dla jakiej średnicy przedstawiono wyniki.
6. Strony 110 i 111, Tabela 20 - w tabeli 20 podano, że $d_p=64 \mu\text{m}$ oraz $d_p=156 \mu\text{m}$, zaś w tabeli 14 jest $d_p=65 \mu\text{m}$ oraz $d_p=157 \mu\text{m}$. Te same różnice są na stronie 123.
7. Strona 123 – jest „od 10.000 1/s do 230.000 1/s”, powinno być „od 10000 1/s do 230000 1/s”.
8. Strona 156 – brak współautorów w bibliografii w pozycjach [5] i [8].

Wartość merytoryczna pracy

Przyjęty cel rozprawy został w pełni zrealizowany. Opisane w pracy osiągnięcia wnoszą cenny wkład do zasobu wiedzy na temat wytwarzania emulsji W/O przy użyciu membran dynamicznych.

Program badań został poprawnie dobrany. W ramach swojej pracy, Doktorantka zaprojektowała i zbudowała aparat umożliwiający jednoczesne wytwarzanie emulsji wstępnej przy użyciu mieszadła mechanicznego oraz emulsji końcowej przy użyciu membrany dynamicznej. Zweryfikowała jego użyteczność, przeprowadzając badania na wytworzonych w aparacie emulsjach O/W i W/O. W wyniku badań, Doktorantka stwierdziła, że zaprojektowany aparat, nadaje się do wytwarzania emulsji typu woda w oleju metodą DMTS. Ustaliła najkorzystniejsze warunki wytwarzania emulsji typu woda w oleju w zbudowanym urządzeniu

z wykorzystaniem hydrofobowych membran szklanych oraz cząstek polietylenu (PE), polipropylenu (PP) oraz poli(chlorku winylu) (PVC) o nieregularnych kształtach.

Brakuje mi logicznego przedstawienia kolejnych etapów przeprowadzanych badań, choćby w formie krótkich podsumowań rozdziałów eksperymentalnych i w ten sposób płynnego przejścia do opisu i przedstawienia następnych badań w kolejnym rozdziałach.

Poniżej przedstawiam wybrane uwagi i pytania, które nasunęły mi się podczas czytania pracy:

1. Jakie były wymiary zaprojektowanego mieszalnika ciśnieniowego, w którym przeprowadzono badania eksperymentalne? Brakuje mi też w pracy zdjęcia stanowiska badawczego.
2. Jak uzyskano ciśnienie 750 kPa? W opisie stanowiska podano, że manometr elektroniczny umożliwiał pomiar w zakresie od 0 do 690 kPa. Proszę o wyjaśnienie.
3. Na stronie 87 jest zapis: "Znajomość średnic (oraz średnic równoważnych) pozwoliła na wyznaczenie efektywnej średnicy ziaren d_p ". Proszę to uszczegółowić. Co Doktorantka rozumie przez efektywną średnicę ziaren? W artykule Doktorantki "Effects of multiple passes through a dynamic membrane on the properties of w/o emulsions" zamiast d_p , którą zdefiniowano jako efektywną średnicę ziaren, jest podana średnica Sautera d_{32} , mająca tę samą wartość.
4. W jaki sposób wykonano krzywe chłonności nafty przedstawione na rysunkach 62 oraz 98. Do wyznaczenia stałych chłonności nafty użyto modelu potęgowego (wzór 84), który jest modyfikacją wzoru Washburna. W jaki sposób wyznaczono te stałe? Po podstawieniu tych stałych do wzoru 84, nie uzyskujemy wartości przyrostu masy, przedstawionych na osi y.
5. Dla jakiej wysokości złoża membrany dynamicznej przeprowadzono wstępne pomiary opisane w rozdziale 9.3?
6. Dla emulsji O/W, Doktorantka sprawdzała wpływ złoż o zróżnicowanej ziarnistości. Dla emulsji W/O już nie ma przedstawionych takich badań. Poproszę o komentarz w tej sprawie.
7. Co Doktorantka rozumie pisząc: "Różnice pomiędzy wartościami RSF nie są istotne statystycznie" (strona 110), czy też "Wartości RSF utrzymują się na średnim poziomie $1,6 \pm 0,3$ a różnice nie są istotne statystycznie" (strona 111)? Ponadto, zakres $1,6 \pm 0,3$ utrzymuje się tylko dla średnic 64 i 86 μm . Dla wyższych średnic i piątego przetłoczenia, RSF w trzech przypadkach, jest wyższe od podanego zakresu.

8. Czy poprawne jest używanie dla zakresu prędkości od 0,09 do 0,13 m/s, że to jest stała prędkość (strona 112). Szczególnie, że na rysunku 74, przedstawiającym wpływ wysokości złoża na wartość średnicy kropeł przy stałej prędkości $v_0 = 0,11 \pm 0,02$ m/s, prezentowane są wyniki dla prędkości 0,08, 0,15 i 0,16 m/s. Sama Doktorantka na stronie 113, zauważa, że prędkość przepływu zależała od ciśnienia przetłaczania, dlatego prędkości były podobne, ale nie jednakowe. Dlatego na rysunku 74 oprócz wpływu wysokości złoża na wartość średnicy kropeł, mamy również wpływ ciśnienia przetłaczania na wartość średnicy kropeł (od 0 do 750 kPa). Żeby uzyskać mniejsze średnice kropeł, oprócz zwiększania wysokości złoża, musimy również zwiększać ciśnienie przetłaczania.
9. Doktorantka zaproponowała równanie korelacyjne (85), w oparciu o równanie korelacyjne Baumanna i wsp. [100] dla mieszalnika PBM. Jak rozumiem w tym równaniu zmodyfikowana liczba Newtona jest opisana równaniem (75). Czy Doktorantka w zaproponowanym równaniu (85) brała pod uwagę wszystkie 3 człony zmodyfikowanej liczby Newtona? W rozdziale 12 w tabeli 32 przedstawiono wyestymowane stałe b_1 i b_3 dla równania (75). Czy były one brane pod uwagę w równaniu (85)?
10. Równanie (86) powinno być podane w postaci końcowej, czyli ze stałymi $b_1=66,67$ i $b_3=1,167$.

Przedstawione uwagi i zastrzeżenia nie obniżają jednak istotnie wartości merytorycznej rozprawy. Uważam, że zaprezentowane wyniki badań oraz ich wnikliwa analiza potwierdziły słuszność stawianych w pracy hipotez.

Wniosek końcowy

Podsumowując, praca doktorska mgr inż. Adrianny Frankiewicz spełnia wszystkie wymagania stawiane pracom doktorskim, stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego o istotnej nowości naukowej, jak również wykazuje ogólną wiedzę Doktorantki i umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. W związku z powyższym wnioskuję o dopuszczenie Doktorantki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Opole, 13.07.2023 r.