

Łódź, dnia 25.08.2022 r.

Dr hab. inż. Eulalia Gliścińska, prof. uczelni

Politechnika Łódzka

Wydział Technologii Materiałowych i Wzornictwa Tekstyliów

Instytut Materiałoznawstwa Tekstyliów  
i Kompozytów Polimerowych

### **Recenzja rozprawy doktorskiej**

**pt. „Wpływ składu mieszanki wełny owiec z terenów górskich i włókien łykowych na właściwości barierowe mat przeznaczonych do izolacji termicznej i akustycznej”**

**autorstwa mgr inż. Anny Kicińskiej-Jakubowskiej**

Promotorzy:

prof. dr hab. inż. Jan Broda

dr hab.inż. Małgorzata Zimniewska, prof. IWNiRZ-PIB

Recenzja rozprawy doktorskiej została przygotowana na zlecenie Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Akademii Techniczno-Humanistycznej w Bielsku-Białej, Pana dr hab. Czesława Ślusarczyka, prof. ATH (pismo z dn. 14.06.2022r.).

#### **1. Określenie trafności wyboru i oryginalności problemu badawczego podjętego w rozprawie**

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska dotyczy tematyki wykorzystania włókien naturalnych w wyrobach barierowych. Doktorantka wybrała zagadnienie barierowości względem ciepła i dźwięku. Z rozlicznych doniesień literaturowych wynika, że badacze poczynili wiele prac poświęconych wykorzystaniu różnych włókien naturalnych pochodzenia roślinnego do wytwarzania wyrobów dźwiękochłonnych i wyrobów termoizolacyjnych. Spośród włókien naturalnych pochodzenia zwierzęcego badacze wskazują głównie wełnę jako dobry materiał termoizolacyjny i jako dobry materiał dźwiękochłonny o parametrach zbliżonych do wełny mineralnej i pianki poliuretanowej w zakresie średnich i wysokich częstotliwości dźwięku. Znacznie mniej uwagi w literaturze przedmiotu poświęca się wyrobom posiadającym cechy łączonej barierowości, tj. termicznej i akustycznej, a jeszcze mniej kiedy te wyroby są wytwarzane z mieszanki włókien roślinnych i zwierzęcych. Doktorantka wybrała właśnie jako materiał badawczy mieszankę takowych włókien, tj. odpadowych włókien łykowych i wełny owiec z terenów górskich. Włókna łykowe stanowiły odpad produkcyjny przy wytwarzaniu sznurków z włókien konopi i lnu, a zagospodarowanie

odpadów produkcyjnych wpisuje się w nurt gospodarki cyrkulacyjnej. Tak dobrany zestaw włókien jest oryginalny, w literaturze znaleźć można bowiem jako najbliższą temu zestawowi mieszankę włókien wełny i konopi. Doktorantka wybrała do przeanalizowania również oryginalne zagadnienie, tj. wpływ składu ilościowego zaproponowanej mieszanki (wełna owcza/włókna łykowe (konopie + len)) na właściwości barierowe (izolacja termiczna i akustyczna) mat z niej wytworzonych. Dostępna na dzień sporządzania recenzji literatura odnosi się w tym zakresie jedynie do oceny materiałów wytworzonych z włókien poliestrowych z recyklingu oraz z wełny pierwszego i drugiego gatunku. Dwuwarstwowa mata zapewnia najlepszą izolację termiczną i akustyczną przy udziale procentowym 50%/50% (poliester/wełna odpadowa). Trudno znaleźć wyniki badań określające wpływ udziału ilościowego poszczególnych rodzajów włókien na właściwości barierowe względem ciepła i dźwięku materiałów wytworzonych z mieszanki włókien naturalnych. Z punktu widzenia rozwoju przemysłu budowlanego określenie optymalnego składu ilościowego wełny i włókien łykowych w matach służących jako izolacja termiczna i akustyczna, stanowi ważne zagadnienie z dziedziny inżynierii materiałowej. Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie w zakresie zastosowania wyników własnych badań naukowych w sferze gospodarczej.

## 2. Ocena merytoryczna rozprawy

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska Pani mgr inż. Anny Kicińskiej-Jakubowskiej pt. "Wpływ składu mieszanki wełny owiec z terenów górskich i włókien łykowych na właściwości barierowe mat przeznaczonych do izolacji termicznej i akustycznej" wpisuje się w dziedzinę nauki – inżynieria materiałowa. Jest zgodna również z aktualnym nurtem wykorzystywania odpadów produkcyjnych i stawiania na materiały przyjazne środowisku. W ocenie recenzenta rozprawa może mieć wpływ na rozwój sektora materiałów barierowych pochodzenia naturalnego, ale również zwiększyć niskie obecnie zainteresowanie hodowlą owiec i uprawą włóknodajnych roślin łykowych w Polsce. Wskazanie możliwości aplikacyjnych włókien niskiej jakości, tj. wełny grubowłóknistej i niejednorodnej, w połączeniu z odpadowymi włóknami łykowymi stanowić może ważny krok w zagospodarowaniu włókien nie nadających się na wyroby odzieżowe. Na uwagę zasługuje fakt, iż stosowane w pracy włókna wyprodukowano w Polsce, zatem praca może przyczynić się do rozwoju krajowej produkcji włókien naturalnych, a w dalszej kolejności ekologicznych materiałów technicznych.

Recenzowana praca, licząca 130 stron, została podzielona na osiem głównych części, takich jak: wstęp, cel i zakres pracy, przegląd literatury, część doświadczalna, podsumowanie, wnioski, bibliografia. W ocenie recenzenta można by zamieścić również spis tabel i rysunków. Całość jest przejrzysta i starannie zredagowana. Jednak z szacunku dla czytelnika objaśnienia wymaga sposób/kolejność cytowania literatury w pracy. Chaotyczna numeracja literatury w tekście nie odpowiada również alfabetycznemu ustawieniu, więc poprawność jej cytowania budzi wiele wątpliwości, przykłady: str. 20 [126], str. 22 [37,127], str. 29 [120], str. 30 [119], str. 31 [130].

Tytuł rozprawy wskazuje, że materiałem badawczym służącym do wytworzenia mat o właściwościach barierowych były włókna wełny owiec z terenów górskich i włókna łykowe. W treści Doktorantka uściśliła pojęcie włókno wełny do wełny od Polskiej owcy górskiej z województwa śląskiego oraz pojęcie włókna łykowe do mieszanki włókien odpadowych składającej się w 75% z włókna konopi i w 25% z włókna lnu.



Po ciekawym wprowadzeniu w zagadnienie Doktorantka przedstawiła cel i zakres pracy. Celem pracy było zbadanie wpływu składu mieszanki wełniano-lnianono-konopnej na właściwości barierowe mat przeznaczonych do izolacji termicznej i akustycznej. Teza pracy mówi, że wzrost udziału wełny owczej w mieszance z włóknami łykowymi wpływa na obniżenie współczynnika przewodzenia ciepła oraz na obniżenie zdolności pochłaniania dźwięku mat izolacyjnych wykonanych z tych włókien. W zasadzie zasadność tezy można zweryfikować dopiero po zapoznaniu się z przeglądem literatury. Obniżenie współczynnika przewodzenia ciepła w wyniku zastosowania wełny jest jak najbardziej słusznym stwierdzeniem, wynikającym również z doniesień literaturowych. Obniżenie zdolności pochłaniania dźwięku z powodu zastosowania wełny jest już stwierdzeniem mniej oczywistym, nie wynika bezpośrednio z doniesień literaturowych i wymaga dobrze przemyślanego planu badań. Wskazanie rodzaju włókien jest zbyt ogólne i powinno być uściślone, zwłaszcza, że Doktorantka przedstawiła maty wytworzone z jednego konkretnego rodzaju włókna wełny i włókien łykowych.

Dziewiętnastostronicowy przegląd literatury obejmuje dane literaturowe dotyczące m.in. wełny owczej i włókien łykowych. Przedstawiona została skala produkcji włókien na świecie i w Polsce, sposób pozyskiwania włókien, budowa i właściwości włókien pod kątem ich zastosowania. Wskazano, że wełna owcza posiada doskonałe właściwości termoizolacyjne i dźwiękochłonne. Niestety, w przypadku włókien łykowych temat ten pominięto i nie przedstawiono żadnych doniesień literaturowych potwierdzających właściwości dźwiękochłonne włókien łykowych, pomimo że takowe istnieją. W przeglądzie literatury przedstawione zostały również niektóre aspekty zastosowania wełny owczej i włókien łykowych w wyrobach barierowych względem ciepła i dźwięku. W podrozdziale tym nie uwzględniono, niestety, znaczenia czynników materiałowych wpływających na wartość współczynnika pochłaniania dźwięku, parametru wyznaczanego w pracy w celu scharakteryzowania dźwiękochłonności wytworzonych mat. W pracy Doktorantka wykorzystwała bogatą listę źródeł literaturowych obejmującą 131 pozycji, w tym normy badawcze i strony internetowe. Wykazała się szeroką znajomością zagadnień związanych z włóknami naturalnymi.

Część doświadczalna pracy polegała na przygotowaniu materiału badawczego, tj. włókien lnu i konopi oraz wełny, do wytwarzania mat, ocenie materiału badawczego poprzez zbadanie wybranych parametrów włókien, wytworzeniu technologią włókninową na bazie siatki/tkaniny jutowej mat jednoskładnikowych i z mieszanki włókien wełny i włókien łykowych o udziale wagowym wełny 25%, 50% i 75%, ocenie wytworzonych mat pod względem potencjalnego zastosowania jako wyrobu barierowego względem ciepła i dźwięku.

Jako materiał badawczy przeznaczony do wytworzenia mat wybrano wełnę od Polskiej owcy górskiej z województwa śląskiego oraz włókna lnu odmiany Modran i włókna konopi odmiany Białobrzeskie. Jednakże w podrozdziale 4.1 Doktorantka wskazała jako materiał badawczy wełnę owczą pochodzącą od 14 różnych ras owiec hodowanych na terenach górskich i podgórskich. Dalsza część pracy pokazuje, że wymienione warianty wełny zostały tylko scharakteryzowane, nie wytworzono z nich wszystkich mat. Potraktować można tę obszerną charakterystykę różnych wariantów wełny jako wzbogacenie treści pracy i podstawę do dokonania wyboru do dalszych prac takich włókien, które nadawałyby się do bezproblemowego przerobu z włóknami łykowymi. Obok wełny do wytworzenia mat stosowano mieszankę włókien łykowych (75% włókna konopi i 25% włókna lnu) pozyskaną jako odpad przy produkcji sznurków. Doktorantka pisze w pierwszym zdaniu podrozdziału 4.1 cyt.: „Badania przeprowadzono dla odpadowych krajowych włókien naturalnych...”, co



wskazywałyoby, że również wełna pochodzi z odpadów. Jednakże w dalszej części pracy nie znaleziono wskazań potwierdzających takie pochodzenie wełny. Jako materiał badawczy nie została wymieniona ani też określona siatka/tkanina jutowa, która przecież stanowi część końcowego wyrobu i może wpływać na jego właściwości użytkowe.

Zapewne dużym wyzwaniem dla Doktorantki było wytworzenie runa systemem zgrzeblarkowym, a następnie włókniny igłowanej, z mieszanki tak trudnych w aspekcie procesu zgrzeblenia włókien. Niestety, Doktorantka w opisie procesu wytwarzania mat nie uwzględniła danych dotyczących etapu zgrzeblenia, jak rodzaj zgrzeblarki, rodzaj obicia, wielkość zasilania, ułożenie włókien w runie. Wnioskować można, że raczej ułożenie 18 cienkich warstw runa na siatce/tkaninie jutowej było w jednym kierunku, jednakże rys. 20 sprawia pierwsze wrażenie jakoby kierunki ułożenia włókien w poszczególnych wariantach mat były różne, co obrazują różne kierunki torów igłowania. Nie wiadomo też w jakim kierunku w stosunku do osi maty układane były runka i czy ręcznie układano 18 warstw warstwa na warstwie, czy maszynowo podczas przesuwu wstęgi materiału co skutkuje większą nierównomiernością masy powierzchniowej i grubości maty.

Ocena włókien wełnianych dokonana była pod kątem wytypowania wariantu potencjalnie najlepszego ze względów technologicznych do przerobu z włóknami łykowymi o danej charakterystyce. Badania dotyczyły morfologii powierzchni i przekrojów poprzecznych, średnicy, długości, higroskopijności, zawartości zanieczyszczeń, zawartości substancji tłuszczowych oraz koloru. Zdaniem recenzenta Doktorantka mogłaby pokusić się jeszcze o zbadanie karbikowatości włókien wełny, co wzbogaciłoby analizę wyników barierowości mat. Doktorantka podała do każdego badania metodykę oraz instytucję, gdzie badanie zostało wykonane. W przypadku włókien łykowych również do każdego badania podano metodykę i miejsce wykonania. Wyznaczono długość, masę liniową, zawartość zanieczyszczeń, wytrzymałość, higroskopijność. Porównując powyższe zestawy badań dla obu rodzajów włókien zastanawiające jest dlaczego dla wełny nie zbadano wytrzymałości, a dla włókien łykowych koloru. Normy i urządzenia badawcze dobrane są prawidłowo. Wyniki badań przedstawiono przejrzysto, dokładnie i wzbogacono licznymi zdjęciami i wykresami, a także w niektórych przypadkach parametrami statystycznymi. Ta część pracy badawczej nie budzi zastrzeżeń.

Ocena wytworzonych mat uwzględniała takie parametry jak: grubość, masa powierzchniowa, przepuszczalność powietrza, wytrzymałość na rozciąganie i wydłużenie, opór cieplny, współczynnik przewodzenia ciepła, współczynnik pochłaniania dźwięku i współczynnik redukcji hałasu oraz reakcja na ogień, termostabilność i związki wydzielone podczas termicznego rozpadu w warunkach pirolizy. Wskazane przez Doktorantkę badania wydają się być zasadne dla materiałów o przewidzianych właściwościach barierowych. Doktorantka dla poszczególnych badań wskazała instytucję, w której wykonano badanie, normę badawczą/warunki pomiaru oraz urządzenie badawcze. Uchybieniem jest w tym miejscu niepodanie normy badawczej dotyczącej wyznaczania współczynnika pochłaniania dźwięku oraz istotnych dla wyników tych pomiarów szczegółów takich jak strona próbki skierowana do padającej fali dźwiękowej (czy była to strona włókninowa czy strona siatki jutowej), czy podczas każdego pomiaru ta sama strona próbki była ustawiona czołowo do padającego dźwięku, i ile pomiarów wykonywano dla każdego wariantu maty. Do badania przepuszczalności powietrza włóknin dedykowana jest norma PN-EN ISO 9073-15:2009 Tekstylija – Metody badania włóknin – Część 15: Przepuszczalność powietrza, która byłaby bardziej adekwatna niż norma PN-EN ISO 9237:1998 wybrana przez Doktorantkę. Wiąże się z tym użycie niewłaściwej jednostki przepuszczalności powietrza, tj. mm/s zamiast l/m<sup>2</sup>s.



W analizie grubości mat pojawiają się stwierdzenia, które nie są poparte badaniami runka, np.: „Pomimo, iż do produkcji mat jednoskładnikowych jak i mieszkankowych użyto tej samej liczby warstw – 18 warstw pokładu runa, otrzymano różną grubość mat”, „Różnice w grubości mat wynikają... z dużej nierównomierności grubości runa stanowiącego kolejną warstwę maty.” W stwierdzeniu: „maty zawierają tę samą liczbę warstw runa, stąd można założyć, że liczba włókien w jednostce objętości mat jest zbliżona” – myślę, że poprawniej byłoby napisać „masa” niż „liczba”.

W analizie masy powierzchniowej również mówi się o nierównomierności grubości warstw runa, której przecież nie zbadano dla poszczególnych wariantów surowcowych. Zdanie: „Masa powierzchniowa mat z większym niż 25% udziałem wełny w mieszance jest niższa niż w przypadku mat z przeważającym udziałem włókien łykowych, poza przypadkiem 75%W/25%Ł” nie ma logicznego sensu i nie pokrywa się z wynikami na rys. 65. Dalsze rozpatrywanie przypadku 75%W/25%Ł - wyjątku od reguły jest niezasadne.

W analizie przepuszczalności powietrza niefortunne jest stwierdzenie, iż „przepuszczalność powietrza ... zależy .... od gęstości nitek/włókien z których wytworzone są te materiały oraz splotu/sposobu ich ułożenia” – raczej nie gęstości nitek/włókien a gęstości pozornej maty, zaś sposób ułożenia włókien jak można się jedynie domyślać jest taki sam. W powyższej analizie pomocne byłyby wyniki gęstości pozornej mat i karbikowości włókien wełny.

W punkcie 5.3.1.4. Wytrzymałość na rozciąganie i wydłużenie – nie przedstawiono zgodnie z wytycznymi normy wyników wytrzymałości a jedynie wyniki siły zrywającej. Dopiero w tym miejscu Doktorantka podaje, że urządzenie samo układa warstwy runa w kierunku poprzecznym do przesuwanej się wstęgi maty. Niezrozumiałym jest zatem ułożenie 18 warstwowego runa w procesie tafłowania i kwestia ta wymaga wyjaśnienia. Szczególnie, że kolejne zdania są z sobą sprzeczne: „...ułożenie włókien w kolejnych warstwach runa jest prostopadle do kierunku igłowania...”, „W kierunku poprzecznym maty są bardziej wytrzymałe, ponieważ ułożone w nich włókna w kierunku wzdłużnym są ze sobą lepiej powiązane.”

W zakresie izolacyjności cieplnej mat wyznaczone wskaźniki są powiązane z sobą i wystarczyłoby określenie jednego z nich. Jednakże wyniki badań uzyskane z dwóch źródeł to wyniki potwierdzone i jednoznacznie wskazują, że wełna w mieszance z włóknami łykowymi korzystnie wpływa na barierowość względem ciepła. Im więcej zastosujemy wełny, tym barierowość większa, co oczywiście jest zgodne z oczekiwaniami i potwierdza tezę pracy. W analizie wyników brakuje podstawowych parametrów statystycznych.

W analizie barierowości mat względem dźwięku w badanym zakresie częstotliwości dźwięku nie wykazano jednoznacznej zależności współczynnika pochłaniania dźwięku od udziału włókien wełny w mieszance. Z rys. 71 widać, że różnice w wartościach współczynnika pochłaniania dźwięku pomiędzy wariantami mat dla różnych częstotliwości są różne. Poprawne analizowanie zależności współczynnika pochłaniania dźwięku od udziału wagowego wełny w mieszance, wymagałoby uwzględnienia podstawowych parametrów maty jak grubość i gęstość pozorna. Wykazywanie wpływu udziału wełny w mieszance na dźwiękochłonność mat ma sens wtedy, kiedy inne parametry mat są stałe lub kiedy istotność różnic w wartości współczynnika pochłaniania wynikających np. z nierównomierności grubości mat nie jest większa od istotności różnic wynikających z różnego udziału wełny w mieszance. Zaobserwowane na rys. 71 dla niektórych częstotliwości różnice w wartości współczynnika pochłaniania dźwięku pomiędzy poszczególnymi wariantami mat są niewielkie (największa różnica ok. 0,1 przy ok. 2000 Hz) lub pomijalnie małe i jeśli są wykonane tylko dla jednej próbki, są mało wiarygodne. Jeśli zaś są średnią z pomiarów kilku próbek, powinna być zamieszczona statystyka. To uchybienie rzutuje na niską wiarygodność wysnutych wniosków. W opinii recenzenta szczegółowe porównanie powinno być



przeprowadzone najpierw dla próbek 100% wełna i 100% włókna łykowe, tzn. albo dla próbek włókien o jednakowej masie, albo dla próbek mat o jednakowej grubości i strukturze. Znając dla konkretnych, stosowanych w tej pracy włókien wartości współczynnika pochłaniania dźwięku można by dopiero analizować zależności występujące dla mat mieszankowych. Godne uwagi jest, że współczynnik NRC dla wełny jest mniejszy niż dla włókien łykowych, co nie pokrywa się z dostępnymi doniesieniami literaturowymi i może świadczyć o akurat takim doborze włókien, które jak wiadomo są bardzo zróżnicowane nawet w obrębie jednego gatunku, partii. Wobec powyższego w opinii recenzenta przeprowadzona analiza nie w pełni potwierdza stwierdzenie, że wzrost udziału wełny owczej w mieszance z włóknami łykowymi wpływa na obniżenie zdolności pochłaniania dźwięku mat wytworzonych z tych włókien. Doktorantce udało się jednak wykazać, że w zakresie średnich i wysokich częstotliwości współczynnik pochłaniania dźwięku jest wysoki niezależnie od wariantu surowcowego maty, a największy wzrost pochłaniania dźwięku odnotowuje się w zakresie ok. 1600-2000 Hz.

Wyniki badań reakcji na ogień potwierdziły, że wszystkie warianty mat podobnie się zachowują i można je zaklasyfikować do klasy E europejskiego systemu klasyfikacji wg PN-EN 13501-1. Podrozdział dotyczący termostabilności mat i analizy związków wydzielonych podczas termicznego rozpadu w warunkach pirolizy zawiera szczegółowe informacje dotyczące zachowania się mat i są one przedstawione w sposób satysfakcjonujący.

### 3. Uwagi szczegółowe

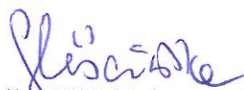
- str. 3 – zamiast punktu 4.1.1.3 powinien być punkt 4.1.2,
- str. 6 – niepotrzebny przecinek: „W przeglądzie literatury dotyczącym, wełny...”,
- str. 18 – brak przecinka: „...od partii ciała owcy z którego...”,
- str. 20 – niefortunne przetłumaczenie?: „...wypełnionych odpadami włókninowymi na bazie wełny, które powstają z odpadów włókninowych [29].”,
- str.20 – „...cenne źródło dla rolnictwa i ogrodnictwa” – nie podano czego źródło,
- str. 26 – „...uznaje się materiały...” – powinno być: „uznaje się za materiały”,
- str. 27 – „właściwości” zamiast „właściwościowości”, „wełnę słabej jakości nienadającą się” zamiast „wełnę słabej jakości nienadająca się”,
- str. 32 wystąpiła niezgodność wynikająca albo z błędu w liczbach, albo w jednostkach, cyt.: „...filc o grubości 1,9 mm charakteryzował się współczynnikiem NRC o wartości 0,31 natomiast dla filcu o grubości 1,9 mm NRC wynosił 0,4. Wyższy poziom pochłaniania dźwięku można osiągnąć poprzez zwiększenie grubości filcu.”,
- str. 92 – rys. 58 – nieczytelne środkowe cyfry liczb na rysunku,
- str. 93 – „...natomiast zimę owce spędzają w owczarni...” zamiast „natomiast zimę owce spędzają w owczarni”, „...została precyzyjnie opisana w normie...” zamiast „została precyzyjnie w normie”, brak przecinków: „trawy, nasiona szczątki roślin duże nasiona”,
- str. 94 – nieczytelne liczby na rys.60,
- str. 96 – „Wyniki kolorymetrycznej oceny” zamiast „Wyniki kolometrycznej oceny”,
- str. 102 – „zaprezentowano na rysunku 65” zamiast „zaprezentowano rysunku 65”,
- str. 128 – w pozycji 80 przesunięcie tekstu.

### 4. Wnioski końcowe

Podsumowując stwierdzam, że przedstawione uwagi krytyczne umniejszają walory poznawcze pracy, a zatem powinny być uwzględnione przy przygotowywaniu publikacji.

Zaprezentowane badania poszerzają wiedzę z zakresu włókien naturalnych i wytwarzanych z nich mat barierowych. Praca spełnia wymogi formalne rozprawy doktorskiej. Doktorantka posiada dużą wiedzę z zakresu włókien naturalnych, tj. wełny i włókien łykowych, a w szczególności ich badań i przetwórstwa.

W związku z powyższym stwierdzam, że przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska pt. „Wpływ składu mieszanki wełny owiec z terenów górskich i włókien łykowych na właściwości barierowe mat przeznaczonych do izolacji termicznej i akustycznej” wykonana przez Panią mgr inż. Annę Kicińską-Jakubowską spełnia kryteria zawarte w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 roku Prawo o szkolnictwie wyższym, i w związku z tym wnoszę o przyjęcie rozprawy do publicznej obrony.



dr hab. inż. Eulalia Gliścińska, prof. uczelni