

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr Komal d/o Aziz Gill pt.
„Application of isotope methods for determination of bio-based
content in solid materials”**

Strona formalna

Podstawą wykonania oceny rozprawy doktorskiej Pani mgr Komal d/o Aziz Gill, było pismo (RDNZŚ z dn. 12.11.2024) Pani dr. hab. inż. Natalii Piotrowskiej, prof. PŚ Przewodniczącej Rady Dyscypliny Nauk o Ziemi i Środowisku Politechniki Śląskiej w związku z uchwałą tejże Rady Naukowej o powołanie mnie na recenzenta w postępowaniu o nadaniu stopnia doktora.

Opinię wykonałam zgodnie z obowiązującymi aktami prawnymi na podstawie dostarczonych dokumentów (autoreferatu, wykazu opublikowanych prac naukowych, kopii publikacji z cyklu rozprawy doktorskiej i oświadczeń wszystkich współautorów publikacji z cyklu rozprawy doktorskiej) oraz publikacji dostępnych w bazach literaturowych.

Ocena osiągnięcia naukowego

Pani mgr Komal d/o Aziz Gill jako rozprawę doktorską przedstawiła cykl 4 oryginalnych publikacji powiązanych tematycznie:

- Gill KA, Michczyńska DJ, Michczyński A, Piotrowska N, Kłusek M, Końska K, Wróblewski K, Nadeau MJ, Seiler M. (2022). Study of bio-based carbon fractions in tires and their pyrolysis products. Radiocarbon. 64 (6): 1457-1469. DOI: 10.1017/RDC.2022.88.
- Gill KA, Michczyńska DJ, Michczyński A, Piotrowska N, Ustrzycka A. (2023). Technical carbon black and green technology. Geochronometria. 50 (1) : 250- 256. DOI: 10.2478/geochr-2023-0016.
- Gill KA, Michczyńska DJ, Michczyński A, Piotrowska N. (2024). Monitoring of modern carbon fraction in disposable packaging. Radiocarbon, First View DOI: 10.1017/RDC.2024.35.
- Gill KA, Michczyńska DJ, Michczyński A. Bio-carbon content determination in disposable packaging by liquid scintillation counting. [w:] Werle S, Ferdyn-

Grygierek J (red.) POB6 Monografia „Ochrona klimatu i środowiska, energetyka współczesna – wybrane zagadnienia”, Politechnika Śląska (w druku).

Wybrany dorobek publikacyjny obejmuje prace, z których 3 ukazały się w latach 2022-2024, a kolejna została przyjęta do druku. Artykuły zamieszczone w monotematycznym cyklu prac opublikowane zostały w bardzo dobrych i dobrych czasopismach z *Journal Citation Report* (JCR): *Radiocarbon* [poz. 1 i 3] i *Geochronometria* [poz. 2] oraz jako rozdział w monografii naukowej wydanej przez Politechnikę Śląską [poz. 4]. Wartość współczynnika oddziaływania IF czasopism z cyklu z listy JCR mieści się w przedziale 0,8 – 8,3, (350 punktów według MNIŚW). W ocenianym zbiorze zidentyfikowałem po jednej pracy 3, 4 i 5 autorskiej oraz jedną pracę dziewięcioautorską. W każdej z wymienionych prac Pani mgr Komal d/o Aziz Gill jest pierwszym autorem i pełniła rolę autora korespondencyjnego. W dokumentacji znajdują się komplementarne oświadczenia Doktorantki i wszystkich współautorów, z których wynika, że Jej wkład własny oscylował między 45 a 70% i obejmował wykonanie wszystkich etapów analiz, począwszy od wyboru próbek poprzez syntezę benzenu, grafityzację próbek oraz opracowanie i interpretację wyników, a także przygotowanie tekstu manuskryptów. Dobór oryginalnych publikacji do zwięzłego cyklu, pod wspólnym tytułem „Application of isotope methods for determination of bio-based content in solid materials”, uważam za prawidłowy i uzasadniony. Wszystkie prace stanowiące podstawę rozprawy przeszły proces recenzji i spełniają wysokie wymagania stawiane w renomowanych czasopismach międzynarodowych, zarówno pod względem poziomu merytorycznego jak i językowego oraz edytorskiego. Poziom wszystkich czterech publikacji jest w mojej ocenie odpowiednio wysoki.

Badania przeprowadzone przez Doktorantkę koncentrowały się na ustaleniu zawartości biokomponentów w badanych próbkach (m.in. gumie z opon i jej produktami pirolizy, jednorazowym materiałem opakowaniowym oraz sadzy technicznej) w oparciu o koncentrację w nich izotopu ^{14}C . Jak podaje Autorka celem pracy doktorskiej było opracowanie, przetestowanie i zweryfikowanie metodologii określania zawartości biobazowego węgla przy użyciu metod izotopowych stosowanych w Laboratorium ^{14}C i Spektrometrii Mas dla próbek stałych, które do tej pory nie były objęte badaniami w tym Laboratorium. Planowany zakres prac obejmował: i. Określenie wymagań preparatyki wstępnej dla badanych materiałów. ii. Opracowanie efektywnej metodologii oznaczania ^{14}C w różnych rodzajach materiałów stałych, dotychczas nie badanych przy użyciu techniki

ciekłoscyntylnacyjnej (LSC) i akceleratorowej spektrometrii mas (AMS). iii. Określenie koncentracji ^{14}C w badanych materiałach stałych. iv. Opracowanie efektywnych protokołów do określania zawartości biobazowego węgla. Przytoczony zakres prac oceniam jako ambitny, natomiast sam wybór tematyki badawczej jako bardzo trafny i interesujący.

W publikacji 1 (Radiocarbon 64(6):1457-1469) przedstawiono wyniki pomiarów stężenia biowęgla w oponach i produktach ich pirolizy uzyskane dwiema technikami (AMS i LSC) w trzech różnych laboratoriach. Próbkę oleju pirolitycznego i odzyskanej sadzy zostały przeanalizowane w Laboratorium ^{14}C i Spektrometrii Mas w Gliwicach (LSC i AMS) oraz Narodowym Laboratorium Oznaczania Wieku w Trondheim w Norwegii. Do obliczenia poprawki na frakcjonowanie izotopowe dla pomiarów LSC zastosowano metodę IRMS. Próbkę gumy zostały przeanalizowane w Laboratorium ^{14}C i Spektrometrii Mas w Gliwicach wyłącznie techniką LSC oraz w Narodowym Laboratorium Oznaczania Wieku w Trondheim w Norwegii techniką AMS. Badanie stanowiło zatem również formę porównania międzylaboratoryjnego, które wykazało dobrą zgodność uzyskiwanych wyników. Ciekawą konstatacją dostarczyły wyniki koncentracji izotopu ^{14}C w oleju pirolitycznym i sadzy. Wartości były zależne od ilości opon ciężarowych w masie poddawanej pirolizie, przy czym im większy był wsad opon ciężarowych, tym wyższe były wartości koncentracji ^{14}C .

W pracy nr 2 (Geochronometria 50(1): 250-256) zostały przedstawione wyniki badań przeprowadzone na próbkach sadzy technicznej o różnym stopniu rozdrobnienia i powierzchni właściwej. Przeanalizowano je dwiema technikami radiowęglowymi (LSC i AMS) w Laboratorium ^{14}C Spektrometrii Mas w Gliwicach. Niskie wartości koncentracji ^{14}C w próbkach TCB świadczą o ich produkcji z materiałów kopalnych. Badanie stanowiło również porównanie wewnątrzlaboratoryjne, wykazując niezawodność stosowania technik LSC i AMS do pomiaru stężeń izotopów ^{14}C w próbkach TCB. Dla niektórych próbek zaobserwowano statystyczne niezgodności między wynikami uzyskanymi technikami LSC i AMS. Prawdopodobnie wynikało to z niejednorodności próbek.

W publikacji nr 3 (Radiocarbon, doi: 10.1017/RDC.2024.35) określano frakcję współczesnego węgla w próbkach opakowań jednorazowych wykonanych z: papieru, drewna, trzciny cukrowej i otrąb pszennych. W tym badaniu próbki analizowano przy użyciu radiowęglowej techniki AMS w Laboratorium ^{14}C i Spektrometrii Mas w Gliwicach. Próbkę analizowano w dwóch partiach. W pierwszej partii analizowano małą, losową część, natomiast w drugiej partii próbki

analizowano warstwowo, z wyjątkiem próbek papieru i drewna (sztućców). Wszystkie próbki okazały się być współczesne, ponieważ wykazały koncentrację izotopu ^{14}C powyżej 100 pMC. Próbki wykonane z papieru wykazywały koncentrację ^{14}C między 100 a 112 pMC, a próbki drewnianych sztućców miały wyniki w zakresie od nieco ponad 114 do ok. 136,5 pMC. Próbki z trzciny cukrowej i otrąb pszennych miały najniższe wartości stężenia ^{14}C , które są niemal równe obecnej wartości stężenia ^{14}C w atmosferze, co wskazuje, że materiał pochodził z współczesnych upraw roślinnych. Uzyskane wyniki (w 4 na 10 przypadków) dowiodły istnienia potrzeby homogenizacji większej objętości próbki dla uzyskania wyniku reprezentatywnego dla danej partii badanego DPM.

W pracy nr 4 (Monografia POB6, Bio-carbon content determination ...) koncentrację ^{14}C i ilość biowęgla określono przy użyciu techniki LSC. Do pomiarów LSC użyto opakowań z tej samej partii, co do pomiarów AMS w przypadku trzeciej publikacji. Pomiary z wykorzystaniem techniki LSC również wskazały na współczesne pochodzenie badanych próbek, jednak zaobserwowano, że w niektórych przypadkach występują różnice między pomiarami AMS i LSC, które są większe niż w granicach pojedynczych niepewności. Uwzględniając niejednorodność próbek pobranych z dużej partii badanego materiału i stosując zalecenie normy EN16640, aby niepewność oznaczania węgla biopochodnego w próbce przyjąć na poziomie 3% okazało się, że wyniki LSC i AMS są spójne w granicach pojedynczej niepewności dla 8 przypadków i w granicach podwójnej niepewności dla 2 przypadków.

Wykonane badania pozwoliły na opracowanie procedur pomiarowych dla nowych typów próbek, dotychczas nie analizowanych w Laboratorium w Gliwicach. Określono, że nie jest wymagana wstępna preparatyka chemiczna.

Ważnym wnioskiem z przeprowadzonych badań jest znaczenie jednorodności próbek dla dokładnych pomiarów. Proste zwęglanie okazało się niewystarczające do homogenizacji; dlatego w przyszłych badaniach powinno być przeprowadzane pełne spalanie w linii próżniowej, aby zapobiec utracie lekkiego węgla i zmniejszyć frakcjonowanie izotopowe.

Łączny dorobek Kandydatki do stopnia doktora obejmuje 9 artykułów naukowych opublikowanych w czasopismach znajdujących się w bazie JCR i monografii naukowej. Prócz prac stanowiących monotematyczny cykl Pani mgr Komal d/o Aziz Gill jest współautorem 5 innych publikacji wieloautorskich. Wszystkie publikacje z listy JCR, zostały opublikowane w latach 2022-2024.

Inną formą upowszechniania wyników badań jest ich prezentacja na konferencjach krajowych i międzynarodowych, w których Doktorantka uczestniczyła kilkakrotnie, czego efektem jest 8 prezentacji posterowych.

Pani mgr Komal d/o Aziz Gill odbyła staże w University of Sevilla (Hispania) i Norwegian University of Science and Technology w Trondheim.

Podsumowując, pozytywnie oceniam aktywność naukową Doktorantki przekładającą się na dorobek w postaci prac publikacyjnych w tematycznych periodykach o światowej cyrkulacji. Kandydatka w trakcie wykonywania doktoratu pogłębiła swoje umiejętności zarówno w obszarze wykonywanych badań eksperymentalnych, jak również sposobu opracowywania wyników, o czym świadczy m.in. cykl publikacyjny oraz przygotowany przewodnik.

Ocena końcowa

Moim zdaniem opiniowane rozprawa doktorska zasługuje na jednoznacznie pozytywną ocenę. Została ona wykonana na podstawie bogatego i właściwie zebranego materiału, poddanego szczegółowej analizie z uwzględnieniem właściwie dobranych metod. Osiągnięte rezultaty są interesujące i wartościowe. Interpretacja otrzymanych wyników jest prawidłowa, a wnioski są odpowiednio udokumentowane.

Moja ocena badań naukowych prowadzonych w ramach przewodu doktorskiego mgr Komal d/o Aziz Gill przedstawionych w czterech publikacjach stanowiących podstawę rozprawy doktorskiej jest zdecydowanie pozytywna. Doktorantka podjął ważną moim zdaniem tematykę badawczą i wykazał się kompetencją w doborze metod badawczych. Wyniki badań uważam za wartościowe i wnoszące nowy wkład do nauki.

Przedstawiony cykl publikacji spełnia wymagania stawiane zwyczajowo pracom doktorskim jak również wymagania ustawowe dlatego wnioskuję o dopuszczenie mgr Komali d/o Aziz Gill do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Podpisano własnoręcznie przez prof. dr hab. inż. Marka Krąpca