

Dr hab. Inż. Jolanta Howska

Sieć Badawcza Łukasiewicz ICSO „Błachownia”
47-225 Kędzierzyn-Koźle, ul. Energetyków 9

Kędzierzyn-Koźle, 20.12.2023r.

**Recenzja utajnionej rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Łukasza Cieszowica
pt.: Technologia otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego**

PRZEDMIOT RECENZJI I PODSTAWA OPRACOWANIA

Recenzję opracowano na podstawie uchwały Rady Dyscypliny Inżynieria Chemiczna Politechniki Śląskiej z dnia 11 października 2023 roku.

Pan mgr inż. Łukasz Cieszowicz jest absolwentem Politechniki Śląskiej, gdzie na Wydziale Chemicznym, w 2014 r. uzyskał tytuł magistra inżyniera chemii. Po rozpoczęciu pracy w Departamencie Badań i Innowacji Grupy Azoty Zakłady Azotowe S.A. został studentem studiów doktoranckich we Wspólnej Szkole Doktorów prowadzonej przez Politechnikę Śląską oraz Główny Instytut Górnictwa, Instytut Informatyki Teoretycznej i Stosowanej Polskiej Akademii Nauk, Instytut Podstaw Inżynierii Środowiska Polskiej Akademii Nauk, Centrum Materiałów Polimerowych i Węglowych Polskiej Akademii Nauk, Narodowy Instytut Onkologii im. Mari Skłodowskiej-Curie – Państwowy Instytut Badawczy w ramach programu MNiSW „Doktorat wdrożeniowy” w latach 2019-2023.

Recenzja części jawnej rozprawy doktorskiej zawierająca treści nieobjęte tajemnicą prawnie chronioną

Przedmiotem recenzji jest część jawna rozprawy doktorskiej mgr inż. Łukasza Cieszowicza pt: „*Technologia otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego*”. Pracę tę wykonano na Wydziale Chemicznym w Katedrze Technologii Chemicznej Organicznej i Petrochemii. Promotorem pracy jest prof. dr hab. inż. Beata Orlińska, a Promotorem pomocniczym (opiekunem przemysłowym) dr Ewa Pankalla. Recenzowana rozprawa to utwór naukowy, w którym podział na część jawną i tajną jest ściśle związany ze specyfiką doktoratów wdrożeniowych, w których część wykonanych badań i otrzymanych rezultatów stanowi tajemnicę przedsiębiorstwa.

Podział rozprawy doktorskiej na rozdziały i podrozdziały jest klarowny i nie budzi zastrzeżeń. Tytuł rozprawy odpowiada zawartej w pracy treści. Na początku rozprawy umieszczono wykaz oznaczeń i skrótów. Część jawna liczy 64 strony oraz została podzielona na 5 rozdziałów. Trzy pierwsze to krótkie rozdziały obejmujące: wykaz stosowanych skrótów, wprowadzenie i cel pracy. Główne rozdziały części jawnej to: część literaturowa oraz omówienie wyników przy czym rozdział 5 (omówienie wyników) obejmuje zarówno część jawną (podrozdział 5.1 i 5.2) jak i część tajną (od 5.3 do 5.8). Rozprawa części jawnej obejmuje 9 tabel i 13 rysunków, w tym 10 z nich dotyczą danych literaturowych. Na końcu pracy (str. 156) znajduje się dorobek doktoranta, na który składają się 3 publikacje w czasopismach naukowych: *Przemysł Chemiczny 2021, 2022* (IF=0,495) i *Materials*

2023 (IF= 3,4), polskie zgłoszenie patentowe P.443361 z 28 grudnia 2022 roku oraz przygotowanie i prezentowanie posterów (2) na konferencjach krajowych. Publikacje, zgłoszenie patentowe i postery związane są bezpośrednio z tematyką doktoratu.

Cel pracy

W rozdziale 3 doktorant przedstawił cel pracy, opracowanie sposobu otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego. W założeniu opracowana metoda musiała być nie tylko efektywna, nisko odpadowa i energooszczędna, ale także musiała być możliwa do zastosowania z wykorzystaniem istniejącej infrastruktury technicznej Grupy Azoty ZAK S. A. Opracowanie i wdrożenie sposobu otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego miało na celu wprowadzenie do oferty firmy nowego produktu wydłużającego łańcuch wartości aldehydów i alkoholi oraz obniżenie wskaźników jednostkowego zużycia energii na instalacjach produkcyjnych zgodnie ze strategią Grupy Azoty na lata 2021-2030, w której doktorant jest zatrudniony.

Część literaturową dysertacji stanowią 42 strony tekstu przygotowanego w oparciu o 77 pozycji literaturowych obejmujących publikacje i patenty. Autor wyodrębnił w tej części 6 podrozdziałów dotyczących: procesów utleniania realizowanych na skalę przemysłową z uwzględnieniem utleniania katalitycznego i niekatalitycznego przebiegających w fazie gazowej lub ciekłej, mechanizmu zachodzenia reakcji utleniania, procesów utleniania aldehydów w szczególności aldehydu 2-etyloheksanowego (2-EHAL) do kwasu 2-etyloheksanowego (2-EHA), badania stanu techniki otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego oraz jego charakterystyki, sposobów otrzymywania i mechanizmie działania organokatalizatora N-hydroksyftalamidu (NHPI). W pierwszym z nich (4.1) doktorant w sposób ogólny omówił reakcje utleniania wykorzystywane w przemyśle chemicznym jak również wynikające w trakcie ich wykorzystywania trudności oraz wykorzystywane w tych procesach czynniki utleniające. W kolejnym podrozdziale (4.2) przedstawiony został mechanizm reakcji zachodzących podczas procesu utleniania w fazie ciekłej z uwzględnieniem rodzaju i wpływu inicjatorów i katalizatorów utleniania. W następnym rozdziale (4.3) doktorant opisał ogólny sposób otrzymywania aldehydów oraz reakcji ich utleniania do kwasów. W ramach podpunktów tego podrozdziału, wykorzystując informacje zawarte w literaturze, omówił reakcje utleniania aldehydów oraz mechanizmy zachodzące podczas reakcji stosując jako czynnik utleniający tlen lub powietrze (4.3.1) oraz inne czynniki utleniające wykorzystywane najczęściej w produkcji małotonażowej (4.3.2). Autor dla najczęściej stosowanych czynników utleniających (tlenu) opisał znane i stosowane katalizatory wpływ ich ilości na przebieg reakcji utleniania, wpływ na inicjowanie i przyspieszenie reakcji utleniania (4.3.1.1). W podrozdziale 4.4 dysertacji autor omówił metody otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego, w których jednoznacznie kluczowy jest etap utleniania. Omawiany proces został przez Autora wykorzystującego informacje literaturowe uzupełniony zestawieniem tabelarycznym układów reakcyjnych o znaczeniu przemysłowym wraz z wydajnościami kwasu dla procesu utleniania aldehydu 2-etyloheksanowego do kwasu 2-etyloheksanowego. W sposób wyczerpujący omówił mechanizm reakcji utleniania aldehydu do kwasu oraz wpływ warunków reakcji utleniania na ilość i jakość produktów ubocznych (4.4.1), rozpuszczalniki wykorzystywane w przemyśle w reakcji utleniania aldehydu 2-EHAL do kwasu 2-EHA (4.4.3), katalizatory i organokatalizatory reakcji utleniania wykorzystywane do otrzymywania z 2-EHAL kwas 2-EHA (4.4.2).

Dla zapewnienia adekwatnej ochrony praw własności intelektualnej wyników, a tym samym nienaruszania osobistych i majątkowych praw osób trzecich Autor w podrozdziale 4.5 wykonał badanie stanu techniki w zakresie otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego. W ramach badań stanu techniki Doktorant przedstawił opisane w patentach i publikacjach sposoby otrzymywania tego kwasu, które porównał w tabeli numer 3. Zaplanowane i przedstawione w formie tabeli porównania sposobu otrzymywania 2-EHA stanowią trafny, przejrzysty sposób przedstawienia porównań przytoczonych sposobów otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego.

Mając na uwadze założenia co do sposobu otrzymywania kwasu 2-EHA, (a w szczególności ekologiczność i ekonomiczność) Autor skoncentrował się na organokatalizatorach, które według danych literaturowych mogły sprostać (podołać, poradzić sobie) założonej przez Doktoranta koncepcji. Stąd podrozdział 4.6, 4.6.1, 4.6.2 i 4.6.3

poświęcone były organokatalizatorowi - N-hydroksyftalimidowi. Autor szczegółowo scharakteryzował NHPI pod kątem jego właściwości, sposobu otrzymania oraz aktywności katalitycznej.

Część literaturowa jest napisana poprawnie i zilustrowana schematami reakcji. Za wartościową uważam dokonaną przez Autora ocenę przydatności przedstawionych w badaniu stanu techniki sposobów otrzymywania 2-EHA pod kątem możliwości realizacji w skali przemysłowej. Zaplanowane i przedstawione w formie tabeli porównania sposobu otrzymywania 2-EHA stanowią trafny, przejrzysty sposób przedstawienia porównań i świadczą o tym, że Doktorant posiada adekwatną do realizowanych badań wiedzę teoretyczną.

Rozdział 5 to omówienie wyników.

W podrozdziałach 5.1 i 5.2 Doktorat przedstawia planowany zakres badań, a w kolejnym opisuje badania w przedmiotowej tematyce rozprawy, a więc badania procesu utleniania aldehydu 2-etyloheksanowego w skali laboratoryjnej (2 cm³). Prowadzone przez Doktoranta badania ukierunkowane były na określenie wpływu na proces utleniania aldehydu, rodzaju i ilości katalizatora, wpływu temperatury i czasu reakcji procesu, wpływu czynnika utleniającego oraz wpływu dodatku wybranych soli.

Część jawna pracy liczy 64 strony. Część literaturowa bardzo dobrze koresponduje z częścią badawczą. Dysertacja została napisana w sposób staranny. Podsumowując, stwierdzam, że praca zawiera materiał o charakterze badawczym dotyczącym otrzymywania kwasu 2-etyloheksalowego. Założone cele badawcze zostały osiągnięte, a otrzymane wyniki mają nie tylko wymiar poznawczy, ale również wymiar praktyczny i realny potencjał wdrożeniowy. Doktorant opracował alternatywny do istniejących rozwiązań sposób otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego, który jest niskoodpadowy, efektywny i niskooszczędny oparty o zastosowanie niestandardowego w procesach przemysłowych organokatalizatora NHPI .

Na tej podstawie stwierdzam, że oceniana praca doktorska Pana mgr inż. Łukasza Cieszowca pt.: „Technologia otrzymywania kwasu 2-etyloheksanowego” spełnia wymagania zapisane w Ustawie z dnia 20 lipca 2018 roku Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (j.t. Dz.U. z 2020r. poz. 85 z póź. zm.) i wnoszę do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Chemiczna Politechniki Śląskiej o dopuszczenie doktoranta do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Jolanta Stowska