

GRZEGORZ MAKOMASKI<sup>\*)</sup>, WIESŁAWA CIESIŃSKA, JANUSZ ZIELIŃSKIPolitechnika Warszawska, Instytut Chemii  
ul. Łukasiewicza 17, 09-400 Płock

## Zastosowanie odpadów poli(tereftalanu etylenu) lub żywicy fenolowo-formaldehydowej do otrzymywania węgla aktywnych

**Streszczenie** — Przedstawiono wyniki badań dotyczących zastosowania odpadów poli(tereftalanu etylenu) lub żywicy fenolowo-formaldehydowej w mieszaninie z pakiem węglowym, do otrzymywania adsorbentów węglowych. Sporządzono kompozycje zawierające pak węglowy oraz odpad polimerowy w ilości 10–50 % mas. i oznaczono ich wybrane właściwości fizykochemiczne. Wytworzone kompozycje poddano karbonizacji i aktywacji parą wodną lub wodorotlenkiem potasu. Określono liczbę adsorpcji jodu ( $LJ$ ), liczbę metylenową ( $LM$ ), powierzchnię właściwą ( $S_{BET}$ ) oraz wytrzymałość mechaniczną otrzymanych węgla aktywnych. Oceniano także ich przydatność w wybranych procesach adsorpcyjnych, np. do oczyszczania ścieków przemysłowych.

**Słowa kluczowe:** poli(tereftalan etylenu), żywica fenolowo-formaldehydowa, pak węglowy, kompozycje polimerowo-pakowe, węgiel aktywny.

THE USE OF WASTE POLY(ETHYLENE TEREPHTHALATE) AND PHENOL-FORMALDEHYDE RESIN FOR THE PREPARATION OF ACTIVATED CARBONS

**Summary** — The results of studies investigating the use of waste poly(ethylene terephthalate) or phenol-formaldehyde resin in a composition with coal-tar pitch for the preparation of activated carbons have been presented. Polymer-pitch compositions containing 10–50 wt. % waste polymer were prepared and their selected physicochemical properties determined. The compositions were carbonized and activated with steam or potassium hydroxide. For the as-prepared activated carbons the iodine adsorption value ( $LJ$ ), methylene number ( $LM$ ), specific surface ( $S_{BET}$ ) and mechanical properties were determined. The obtained activated carbons were also tested for applicability in selected adsorption processes, such as industrial wastewater treatment.

**Keywords:** poly(ethylene terephthalate), phenol-formaldehyde resin, coal-tar pitch, polymer-pitch compositions, activated carbon.

Podstawowymi surowcami do otrzymywania węgla aktywnych, głównie mikroporowatych, są: drewno, węgiel kamienny, węgiel brunatny i torf [1]. Z doniesień literaturowych wiadomo, że do wytworzenia węgla aktywnych można również wykorzystać polimery syntetyczne [2], a także ich odpady. Marzec i współpr. [3, 4] z odpadu poli(tereftalanu etylenu) uzyskali węgiel aktywny o powierzchni właściwej 481–532 m<sup>2</sup>/g, stosowany do adsorpcji związków organicznych z wody. Przepiórski i współpr. [5] w wyniku aktywacji chemicznej poli(tereftalanu etylenu) za pomocą 3 MgCO<sub>3</sub> · Mg(OH)<sub>2</sub> · 3 H<sub>2</sub>O otrzymali mezoporowate węgle aktywne o powierzchni właściwej do 1984 m<sup>2</sup>/g. Autorzy prac [6, 7] do wytworzenia adsorbentów węglowych o powierzchni właściwej do 1610 m<sup>2</sup>/g wykorzystali natomiast żywicę nowolakową w mieszaninie z heksametylenotetraaminą i poli(winylobutyralem) lub poli(oksyetyleno)diolem.

Prowadzone od kilku lat w Instytucie Chemii Politechniki Warszawskiej w Płocku prace badawcze w zakresie kompozycji polimerowo-bitumicznych wykazały, że prekursorem adsorbentów węglowych może być także bitum pochodzenia węglowego, a zwłaszcza pak węglowy modyfikowany polimerami [8–12]. Możliwość taka wskazuje nowy kierunek zagospodarowania odpadów tworzyw polimerowych i paków węglowych niskiej jakości, nieprzydatnych na potrzeby materiałów węglowych.

Celem pracy była ocena możliwości wykorzystania kompozycji polimerowo-pakowych zawierających odpady poli(tereftalanu etylenu) lub żywicy fenolowo-formaldehydowej do otrzymywania węgla aktywnych.

### CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

#### Materiały

— Poużytkowy odpad poli(tereftalanu etylenu) (PET), pochodzący z butelek PET;

<sup>\*)</sup> Autor do korespondencji; e-mail: makomaski@pw.plock.pl

– poprodukcyjny odpad żywicy fenolowo-formaldehydowej (PF) z Zakładów Chemicznych „Organika-Sarzyna” S.A.;

– pak węglowy o temperaturze mięknienia  $T_{PiK} = 107\text{ }^{\circ}\text{C}$ , liczbie koksowania  $LK = 53,03\text{ } \%$  mas. i zawartości składników nierozpuszczalnych w chinolinie  $QI = 7,14\text{ } \%$  mas. z Instytutu Chemicznej Przeróbki Węgla w Zabrze.

### Sporządzanie kompozycji polimerowo-pakowych i otrzymywanie węgla aktywnych

Kompozycje polimerowo-pakowe, zawierające od 10 do 50 % mas. odpadu polimerowego, sporządzano w typowym zestawie laboratoryjnym, w warunkach umożliwiających otrzymanie jednorodnych i stabilnych mieszanin, mianowicie:

– kompozycje PET-pak wytwarzano w temp.  $260\text{ }^{\circ}\text{C}$ , w ciągu 0,5 h,

– kompozycje PF-pak uzyskiwano w temp.  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ , w ciągu 2,5 h, stosując dodatek urotropiny w ilości 2 % mas.

Wytworzone kompozycje polimerowo-pakowe poddano dwuetapowemu procesowi karbonizacji, tj.:

– karbonizacji wstępnej, polegającej na ogrzewaniu próbki do temp.  $520\text{ }^{\circ}\text{C}$  z szybkością  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , a następnie wygrzewaniu w tej temperaturze przez 1 h, w atmosferze azotu,

– karbonizacji właściwej, obejmującej ogrzewanie próbki z szybkością  $15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  do temp.  $520\text{ }^{\circ}\text{C}$ , a następnie z szybkością  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  do temp.  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$  i utrzymywanie w tej temperaturze, w atmosferze azotu, przez 1 h.

Otrzymane karbonizaty poddawano aktywacji parą wodną w temp.  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , aż do uzyskania 50-proc. ubytku masy. Produkty karbonizacji wstępnej poddano aktywacji chemicznej wodorotlenkiem potasu (surowiec/KOH = 1:4) w temp.  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , w ciągu 1 h.

### Metody badań

Właściwości kompozycji polimerowo-pakowych określano, oznaczając:

– temperaturę mięknienia metodą „Pierścień i Kula” ( $T_{PiK}$ ) zgodnie z normą PN-EN 1427:2001;

– liczbę koksowania ( $LK$ ) zgodnie z normą PN-C-97093:1993;

– zawartość składników nierozpuszczalnych w toluenie ( $TI$ ), według metody opracowanej w Instytucie Chemii Politechniki Warszawskiej w Płocku [13];

– zawartość składników nierozpuszczalnych w chinolinie ( $QI$ ) zgodnie z normą PN-C-97058:1999.

Otrzymane węgle aktywne charakteryzowano określając:

– liczbę adsorpcji jodu ( $LJ$ ) zgodnie z normą PN-C-97555.04:1983;

– liczbę metylenową ( $LM$ ) zgodnie z normą PN-C-97555.03:1982;

– powierzchnię właściwą, metodą niskotemperaturowej adsorpcji azotu ( $S_{BET}$ ), w zakresie ciśnień względnych ( $p/p_0$ ) 0,05–0,3;

– wytrzymałość mechaniczną zgodnie z normą PN-C-97554:1990;

– adsorpcję węglowodorów ze ścieków petrochemicznych na podstawie oznaczenia ekstraktu eterowego metodą wagową. Wykorzystane w badaniach ścieki pochodziły z Zakładu Wodno-Ściekowego PKN Orlen S.A.

### WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

#### Kompozycje poli(tereftalan etylenu)-pak

Wybrane wyniki badań właściwości fizykochemicznych paku węglowego oraz kompozycji poli(tereftalan etylenu)-pak przedstawia tabela 1.

**T a b e l a 1.** Właściwości fizykochemiczne paku węglowego i kompozycji polimerowo-pakowych

**T a b l e 1.** Physicochemical properties of coal-tar pitch and polymer-pitch compositions

Skład kompozycji	$T_{PiK}$ , $^{\circ}\text{C}$	Skład grupowy, % mas.		$LK$ , % mas.
		$TI$	$QI$	
Pak węglowy	107,0	34,21	7,14	53,03
10 % mas. PET + 90 % mas. pak	127,0	45,80	13,31	53,62
25 % mas. PET + 75 % mas. pak	166,0	43,10	29,43	50,10
35 % mas. PET + 65 % mas. pak	225,5	53,03	37,69	47,71
45 % mas. PET + 55 % mas. pak	232,0	63,26	46,98	44,80
50 % mas. PET + 50 % mas. pak	236,0	68,50	62,79	38,00
10 % mas. PF + 90 % mas. pak	128,0	55,18	10,14	54,16
25 % mas. PF + 75 % mas. pak	141,0	63,04	4,48	53,67
35 % mas. PF + 65 % mas. pak	*)	56,69	4,31	52,82
45 % mas. PF + 55 % mas. pak	*)	81,17	4,32	54,94
50 % mas. PF + 50 % mas. pak	*)	88,54	4,21	54,07

\*) Kompozycja nietopliwa.

Obecność odpadu poli(tereftalanu etylenu) w kompozycji w istotnym stopniu wpłynęła na temperaturę mięknięcia paku węglowego, ze wzrostem udziału PET w kompozycjach wartość  $T_{PIK}$  rosła. Największe zmiany obserwowano w kompozycjach zawierających do 35 % mas. odpadu PET. Dalsze zwiększanie udziału polimeru powodowało stosunkowo niewielki wzrost temperatury mięknięcia. Najwyższą temperaturą mięknięcia (236 °C) odznaczała się kompozycja zawierająca 50 % mas. odpadu PET.

Dodatek PET do paku węglowego wpłynął także na zmianę jego składu grupowego. Ze wzrostem udziału polimeru (do 50 % mas.) zwiększała się zawartość składników, zarówno nierozpuszczalnych w toluenie (*TI*), jak i nierozpuszczalnych w chinolinie (*QI*).

Zwiększająca się wartość odpadu PET w kompozycjach powodowała natomiast spadek liczby koksowania (*LK*), a więc mniejszy był uzysk pozostałości po wysokotemperaturowym procesie karbonizacji. Szczególnie duże zmiany obserwowano w przypadku kompozycji z udziałem 50 % mas. odpadu, której liczba koksowania przybierała wartości mniejsze o 15 % mas. w stosunku do *LK* paku węglowego.

Wyniki badań właściwości sorpcyjnych i mechanicznych węgli aktywnych uzyskanych z paku węglowego lub z kompozycji PET-pak, w procesie aktywacji parą wodną oraz aktywacji chemicznej wodorotlenkiem potasu, przedstawiono w tabeli 2.

Wpływ na właściwości sorpcyjne węgli aktywnych otrzymanych z kompozycji PET-pak wywierała ilość dodawanego do paku węglowego odpadu polimerowego, a także rodzaj czynnika aktywującego. Stwierdzono, że niezależnie od rodzaju czynnika aktywującego, dodatek PET powodował na ogół zwiększenie powierzchni właściwej ( $S_{BET}$ ) oraz wartości liczby jodowej i metylenowej uzyskanych węgli aktywnych. Wyjątek stanowiły adsor-

benty węglowe uzyskane z kompozycji zawierających  $\leq 25$  % mas. PET (aktywowanych parą wodną), które wykazywały mniejsze rozwinięcie powierzchni właściwej i mniejsze wartości liczby jodowej niż węgiel aktywny uzyskany z paku węglowego. Znaczny wzrost powierzchni właściwej i liczby jodowej zaobserwowano w przypadku węgli aktywnych otrzymanych z kompozycji z udziałem  $\geq 45$  % mas. odpadu PET, aktywowanych parą wodną.

Dodatek do paku węglowego odpadu PET w ilości 10 % mas. powodował znaczny wzrost rozwinięcia powierzchni właściwej oraz liczby jodowej adsorbentów węglowych uzyskanych z kompozycji w procesie aktywacji chemicznej wodorotlenkiem potasu. Dalsze zwiększanie udziału odpadu w kompozycjach wywoływało już stosunkowo niewielkie zmiany badanych właściwości.

Ustalono, że węgle aktywne otrzymane z kompozycji PET-pak w procesie aktywacji chemicznej KOH odznaczały się znacznie większym rozwinięciem powierzchni właściwej oraz większymi wartościami liczby jodowej niż uzyskane w procesie aktywacji parą wodną.

Zaobserwowano także wzajemną korelację między oznaczonymi wartościami powierzchni właściwej oraz liczby jodowej, niezależnie od rodzaju czynnika aktywującego. Dzięki temu oznaczenie liczby jodowej może być prostym i użytecznym narzędziem we wstępnej ocenie zdolności sorpcyjnych materiałów porowatych.

Adsorbenty węglowe otrzymane z kompozycji PET-pak odznaczały się wytrzymałością mechaniczną powyżej 90 %, spełniały zatem wymagania normy dla węgli aktywnych drobnoziarnistych. Tym niemniej wyznaczone wartości były mniejsze od wartości wytrzymałości mechanicznej adsorbentu węglowego wytworzonego z paku niemodyfikowanego.

Na podstawie badania adsorpcji węglowodorów ze ścieków stwierdzono, że węgle aktywne otrzymane z

**T a b e l a 2.** Właściwości sorpcyjne i mechaniczne węgli aktywnych otrzymanych z paku węglowego lub kompozycji PET-pak  
**T a b l e 2.** Sorption and mechanical properties of activated carbons prepared from coal-tar pitch or PET-pitch compositions

Rodzaj kompozycji	<i>LJ</i> , mg/g	<i>LM</i> , cm <sup>3</sup>	$S_{BET}$ , m <sup>2</sup> /g	Wytrzymałość mechaniczna, %
Aktywacja parą wodną				
Pak węglowy	580	4	323	94,80
10 % mas. PET + 90 % mas. pak	480	11	285	94,23
25 % mas. PET + 75 % mas. pak	510	11	320	94,20
35 % mas. PET + 65 % mas. pak	700	12	494	93,95
45 % mas. PET + 55 % mas. pak	980	13	896	93,49
50 % mas. PET + 50 % mas. pak	1010	13	960	93,55
Aktywacja chemiczna wodorotlenkiem potasu				
Pak węglowy	960	9	832	93,90
10 % mas. PET + 90 % mas. pak	1740	12	1545	93,28
25 % mas. PET + 75 % mas. pak	1800	13	1638	93,07
35 % mas. PET + 65 % mas. pak	1840	12	1690	93,06
45 % mas. PET + 55 % mas. pak	1870	13	1801	93,17
50 % mas. PET + 50 % mas. pak	1900	13	1829	93,21

kompozycji zawierającej 50 % mas. odpadu PET, mogą być wykorzystywane do oczyszczania ścieków petrochemicznych z pozostałości węglowodorów aromatycznych. Szczególnie korzystne właściwości adsorbujące wykazał węgiel aktywny uzyskany z kompozycji PET-pak w procesie aktywacji chemicznej KOH, redukując zawartość węglowodorów aromatycznych w ściekach do 55 %.

### Kompozycje żywica fenolowo-formaldehadowa-pak

Kompozycje paku z odpadem żywicy fenolowo-formaldehadowej odznaczały się wyższymi temperaturami mięknięcia niż pak węglowy (tabela 1). Temperatura mięknięcia rosła ze wzrostem ilości odpadu w kompozycji. W przypadku kompozycji zawierających  $\geq 35$  % mas. odpadu PF, ze względu na brak możliwości ich upłynięcia, wykonanie pomiarów temperatury mięknięcia było niemożliwe.

Modyfikacja paku węglowego żywicą fenolowo-formaldehadową spowodowała zmiany składu grupowego. Zawartość składników *TI* w kompozycjach zwiększała się ze wzrostem odpadu PF, zaś zawartość składników *QI* była na ogół mniejsza niż w paku węglowym. Wyjątek stanowiła kompozycja zawierająca 10 % mas. odpadu PF, w której udział składników *QI* był większy o 3 % mas. niż w niemodyfikowanym paku węglowym. Można przypuszczać, że między żywicą fenolowo-formaldehadową dodaną w ilości 10 % mas. a składnikami paku, dominują oddziaływania fizyczne sprzyjające tworzeniu rozbudowanych obszarów micelarnych.

Wraz ze wzrostem ilości odpadu PF w kompozycjach następowały niewielkie zmiany liczby koksowania zbliżone do liczby koksowania paku węglowego.

Podobnie jak w przypadku węgla aktywnych uzyskanych z kompozycji PET-pak, dodatek do paku węglowego odpadu PF wpływał na zwiększenie, wraz ze wzrostem udziału PF, powierzchni właściwej, liczby jodowej i w niewielkim stopniu także liczby metylenowej otrzymanych węgla aktywnych (tabela 3). Znaczny wzrost powierzchni właściwej i liczby jodowej zaobserwowano w przypadku adsorbentów węglowych otrzymanych w procesie aktywacji parą wodną z kompozycji zawierających  $\geq 45$  % mas. odpadu PF, a w przypadku adsorbentów węglowych uzyskanych w procesie aktywacji chemicznej wodorotlenkiem potasu, w ilości  $\geq 10$  % mas. odpadu PF.

Stwierdzono, że węgle aktywne otrzymane z kompozycji PF-pak w procesie aktywacji chemicznej KOH odznaczały się znacznie większym rozwinięciem powierzchni właściwej oraz większymi wartościami liczby jodowej i metylenowej niż adsorbenty węglowe uzyskane w procesie aktywacji parą wodną. Większa wartość liczby metylenowej wynika prawdopodobnie z obecności w wytworzonym węglu aktywnym znacznej ilości porów o wymiarach 1–2 nm.

Węgla aktywne otrzymane z kompozycji PF-pak wykazywały wytrzymałość mechaniczną powyżej 90 %, jednak wartości te były mniejsze od wartości uzyskiwanych w przypadku adsorbentu węglowego otrzymanego z paku niemodyfikowanego.

Węgla aktywne otrzymane z kompozycji zawierającej 50 % mas. odpadu PF, mogą być wykorzystywane do usuwania węglowodorów ze ścieków petrochemicznych. Korzystne właściwości w tym zakresie wykazał węgiel aktywny otrzymany w procesie aktywacji chemicznej KOH. Dzięki dużej powierzchni właściwej, dobrym właściwościom sorpcyjnym oraz właściwościom hydrofobowym, determinującym powinowactwo powierzchni adsorbentu do tego typu adsorbatów, zredu-

**T a b e l a 3.** Właściwości sorpcyjne i mechaniczne węgla aktywnych otrzymanych z paku węglowego lub kompozycji PF-pak  
**T a b l e 3.** Sorption and mechanical properties of activated carbons prepared from coal-tar pitch or PF-pitch compositions

Rodzaj kompozycji	<i>LJ</i> , mg/g	<i>LM</i> , cm <sup>3</sup>	<i>S</i> <sub>BET</sub> , m <sup>2</sup> /g	Wytrzymałość mechaniczna, %
Aktywacja parą wodną				
Pak węglowy	580	4	323	94,80
10 % mas. PF + 90 % mas. pak	620	7	413	94,77
25 % mas. PF + 75 % mas. pak	590	7	391	94,60
35 % mas. PF + 65 % mas. pak	780	8	596	94,53
45 % mas. PF + 55 % mas. pak	1000	8	797	94,46
50 % mas. PF + 50 % mas. pak	1050	8	1014	94,48
Aktywacja chemiczna wodorotlenkiem potasu				
Pak węglowy	960	9	832	93,90
10 % mas. PF + 90 % mas. pak	1810	19	1660	93,86
25 % mas. PF + 75 % mas. pak	1830	19	1671	93,30
35 % mas. PF + 65 % mas. pak	1900	19	1823	92,12
45 % mas. PF + 55 % mas. pak	1950	20	1867	93,13
50 % mas. PF + 50 % mas. pak	1990	21	1913	93,19

kował on zawartość węglowodorów aromatycznych w ściekach do 61 %.

#### WNIOSKI

Wyniki badań wskazują na możliwość otrzymania węgla aktywnych z kompozycji polimerowo-pakowych zawierających odpady poli(tereftalanu etyleny) lub żywicy fenolowo-formaldehydowej.

Zmiany właściwości fizykochemicznych paku węglowego zależą od rodzaju i ilości dodawanego odpadu polimerowego. Dodatek odpadu PET do paku węglowego powodował zwiększenie temperatury mięknięcia, zawartości składników nierozpuszczalnych w toluenie i chinolinie, a jednocześnie zmniejszenie liczby koksowania. Dodatek zaś odpadu PF do paku węglowego wpływał na wzrost temperatury mięknięcia i udziału składników nierozpuszczalnych w toluenie, zmniejszenie zawartości składników nierozpuszczalnych w chinolinie, a także nieznaczne zmiany liczby koksowania.

Wykazano, że wraz ze wzrostem ilości odpadu PET lub PF w kompozycjach, zwiększała się liczba jodowa oraz powierzchnia właściwa, a także nieznacznie rosła liczba metylenowa otrzymywanych węgla aktywnych. Aktywacja parą wodną umożliwiła uzyskanie węgla aktywnych o powierzchni właściwej do 1014 m<sup>2</sup>/g, węgle aktywne zaś uzyskane w procesie aktywacji chemicznej KOH odznaczały się rozwinięciem powierzchni właściwej do 1913 m<sup>2</sup>/g. Wytrzymałość mechaniczna węgla aktywnych wytworzonych z kompozycji polimerowo-pakowych przekraczała wartość 90 %.

Węgla aktywne otrzymane w procesie aktywacji KOH z kompozycji, zawierających 50 % mas. odpadu PET lub odpadu PF, dzięki hydrofobowemu charakterowi i dobrej wytrzymałości mechanicznej, mogą być wykorzystane do oczyszczania ścieków petrochemicznych, natomiast ich właściwości sorpcyjne (liczba jodowa i metylenowa, powierzchnia właściwa) wskazują na możliwość ich zastosowania, m.in. do oczyszczania przemysłowych gazów odlotowych.

Praca finansowana ze środków Narodowego Centrum Nauki (N N209763640).

#### LITERATURA

1. Marsh H., Rodriguez-Reinoso F.: „Activated Carbon”, Wydawnictwo Elsevier, Amsterdam 2006, str. 22–36.
2. Ciesińska W., Makomaski G., Zieliński J., Brzozowska T.: *Pol. J. Chem. Tech.* 2011, **13**, 51.
3. Marzec M., Tryba B., Kaleńczuk R., Morawski A.: *Karbo* 1999, **1**, 28.
4. Marzec M., Morawski W.: *Inżynieria i Ochrona Środowiska* 2002, **5**, 301.
5. Przepiórski J., Karolczyk J., Takeda K., Tsumura T.: *Ind. Eng. Chem. Res.* 2009, **48**, 7110.
6. Yang J., Ling L., Liu L., Kang F., Huang Z., Wu H.: *Carbon* 2002, **40**, 911.
7. Cai Q., Huang Z., Kang F., Yang J.: *Carbon* 2004, **42**, 775.
8. Ciesińska W., Makomaski G., Zieliński J., Brzozowska T., Pacewska B., Szychowski D.: *Pol. J. Environ. Stud.* 2009, **18**, 27.
9. Ciesińska W., Zieliński J., Makomaski G., Szychowski D., Brzozowska T., Pacewska B.: „Studium koncepcyjne wybranych technologii perspektywicznych procesów i produktów konwersji węgla — osiągnięcia i kierunki badawczo-rozwojowe” (red. Kijeński J., Machnikowski J., Ściążko M.), tom 3 „Zaawansowane materiały węglowe”, Wydawnictwo Instytutu Chemicznej Przeróbki Węgla, Zabrze 2010, rozdz. 3.3., str. 64–89.
10. Ciesińska W., Zieliński J., Brzozowska T., Makomaski G., Osowiecka B., Liszyńska B.: „Modyfikacja Polimerów. Stan i perspektywy w roku 2009” (red. Steller P., Żuchowska D.), Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2009, str. 441–444.
11. Makomaski G., Zieliński J., Ciesińska W., Brzozowska T.: „V Konferencja Naukowa. Materiały Węglowe i Kompozyty”, 8–10 grudnia 2010, Ustroń-Jaszowiec, materiały, str. 23.
12. Makomaski G., Zieliński J., Ciesińska W., Brzozowska T.: „9th International Symposium on the Characterisation of Porous Solids”, 5–8 czerwca 2011, Drezno, Niemcy, materiały, str. 103.
13. Zieliński J., Osowiecka B., Liszyńska B., Ciesińska W., Polańczek J., Kubica K.: *Fuel* 1996, **75**, 1543.

Otrzymano 11 I 2012 r.