

Częstochowa, dnia 19.09.2023

Dr hab. inż. Dariusz Kwiatkowski, prof. PCz
Wydział Inżynierii Mechanicznej i Informatyki
Katedra Technologii i Automatykacji
Al. Armii Krajowej 21, 42-202 Częstochowa

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Katarzyny Suchoń

pt.: „KOMPOZYTY EPOKSYDOWE NAPEŁNIONE SZKŁEM ODPADOWYM O
OGRANICZONEJ WYMYWALNOŚCI METALI”.

Dziedzina: **Nauki Inżynieryjno-Techniczne**

Dyscyplina: **Inżynieria Materiałowa**

1. PODSTAWY FORMALNO - PRAWNE OPRACOWANIA RECENZJI

- Recenzję rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny Suchoń pt. „Kompozyty epoksydowe napełnione szkłem odpadowym o ograniczonej wymywalności metali” przygotowano na podstawie uchwały Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej z dnia 11 lipca 2023. Pismo RDIMa/RMT/102/51/2023 z dnia 11.07.2023r. wystosowała Przewodnicząca Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa, prof. dr hab. inż. Maria Sozańska.

- Ustawą z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2003 r., nr 65, poz. 595, z późn. zm.),

- Rozporządzeniem Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z 26 września 2016 r. w sprawie szczegółowego trybu i warunków przeprowadzania czynności w przewodzie doktorskim, w postępowaniu habilitacyjnym oraz w postępowaniu o nadanie tytułu profesora (Dz. U. z 2016 r., poz. 1586).

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia 25.09.2023
RDJMa/RMT/127/51/2023
nr zał.

2. OGÓLNA CHARAKTERYSTYKA ROZPRAWY

Przekazana do oceny rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Suchoń powstała pod kierunkiem pana dr hab. inż. Józefa Stabika, profesora Politechnik Śląskiej. Rozprawa doktorska obejmuje łącznie 190 stron, 99 rysunków i 17 tabel. Praca jest podzielona na sześć rozdziałów, w tym podsumowanie, wnioski końcowe i literatura. Wykaz literatury zawiera 184 pozycje, w tym jedna publikacja współautorstwa Doktorantki. Dobór literatury jest właściwy i adekwatny do tematyki rozprawy. Na uwagę zasługują pozycje będących dokumentami Unii Europejskiej, dotyczącymi głównie odpowiedniego gospodarowania odpadami niebezpiecznymi, czy też zużytego sprzętu elektrycznego i elektronicznego.

Treść pracy ma charakter rozprawy studialno-eksperymentalnej, a tematyka związana jest z zagospodarowaniem i ponownym stosowaniem materiałów stanowiących obecnie odpad w procesach przemysłowych. Przedstawione i opisane w rozprawie badania oraz analizy mieszczą się w obszarze tematycznym dyscypliny naukowej inżynieria materiałowa. Rozprawę charakteryzuje przejrzysty układ oraz właściwy podział treści na rozdziały. Praca jest napisana poprawnym językiem, a stosowane pojęcia i terminologia nie budzą większych zastrzeżeń. Zamieszczone w tekście rysunki oraz zestawienia tabelaryczne poprawnie prezentują dokonania i osiągnięcia Autorki rozprawy.

3. OCENA MERYTORYCZNA ROZPRAWY

3.1. CEL I TEZA PRACY

Celem recenzowanej rozprawy doktorskiej pt. „**KOMPOZYTY EPOKSYDOWE NAPEŁNIONE SZKŁEM ODPADOWYM O OGRANICZONEJ WYMYWALNOŚCI METALI**” jest poznanie możliwości zastosowania materiału odpadowego jakim jest stłuczka szklana ze szkła płaskiego, bezpiecznego i kineskopowego jako wypełniacza materiałów kompozytowych. Podjęto próbę oceny wpływu tego rodzaju wypełniaczy na właściwości wytrzymałościowe kompozytów oraz zdolność do inertyzacji zawartych w nich metali ciężkich przez osnowę polimerową. Przeprowadzone badania przez Doktorantkę pozwolą na istotne poszerzenie wiedzy na temat recyklingu tego typu materiałów odpadowych.

Za cel praktyczny pracy Doktorantka przyjęła wytworzenie takich kompozytów polimerowych napełnionych odpadową słuczką szklaną w postaci pyłu szklanego, które miałyby ograniczoną wymywalności poszczególnych metali, a zwłaszcza metali ciężkich.

Teza pracy sformułowana została na stronie 29 następująco: **"Opracowanie składu i metody wytwarzania kompozytów polimerowych napełnianych pyłem szklanym, pochodzącym z odpadowej słuczki szklanej, jest skutecznym i bezpiecznym sposobem ograniczenia emisji metali z odpadów szklanych niebezpiecznych. Możliwe jest ograniczenie wymywalności wybranych metali (Pb, Ba, Sr, Cd) do środowiska z odpadowej słuczki szklanej poprzez związanie ich w kompozytach polimerowo-szklanych"**.

Na podstawie analizy stanu wiedzy Autorka rozprawy sformułowała prawidłowo problem badawczy, tezę rozprawy oraz cel poznawczy. Uważam, że podjęta przez Autorkę rozprawy problematyka jest aktualna i ma duże znaczenie praktyczne. Przedstawiony w rozprawie cel został osiągnięty, a postawioną tezę udowodniono.

3.2. ZAKRES ROZPRAWY

Autorka rozprawy do realizacji celów badawczych przedstawiła zakres badań doświadczalnych, który obejmował: przygotowanie napełniaczy z odpadów szkła kineskopowego, szkła bezpiecznego i szkła płaskiego, scharakteryzowanie uzyskanych napełniaczy odpadowych, modyfikację powierzchni napełniacza aminosilanem, badania właściwości mechanicznych kompozytów epoksydowo szklanych o zawartości napełniacza od 0% do 35% objętościowo oraz wykonanie badań wymywalności metali z kompozytów zawierających mielone odpadowe szkło kineskopowe, bezpieczne i płaskie. Na podstawie uzyskanych danych Doktorantka wykonała analizę wyników oraz wysunęła wnioski końcowe.

3.3. TREŚĆ ROZPRAWY

W rozdziale 1 zatytułowanym „WSTĘP” Autorka dokonała analizy stanu literatury dotyczącej tematu rozprawy. Doktorantka dowiodła, że tematyka związana z recyklingiem szkła jest podejmowana przez szereg badaczy w kontekście zastosowania tego materiału jako alternatywy dla surowców naturalnych w szczególności piasku. Wielu z badaczy podejmowało się również próbę zastosowania odpadowego szkła kineskopowego jako materiału wsadowego do produkcji cementów, zapraw budowlanych, ceramiki czy spieków szklanych. Jednak

zapropozowane rozwiązania cechuje wysoka energochłonnością procesu, niski wsad ilościowy materiału odpadowego oraz konieczność stosowania procesów wysokotemperaturowych. Jak wykazała Doktorantka tylko nieliczne prace naukowe są na temat stosowania szkła odpadowego jako napełniacza materiałów polimerowych. W swoich pracach Pozzi zastosował szkło kineskopowe jako drobne kruszywo obok piasku w betonach polimerowych na osnowie żywicy poliestrowej. Ten sam autor podjął również tematykę przetworzenia szkła kineskopowego na włókna szklane które wprowadzał do osnowy polipropylenowej jako napełniacz włóknisty. Autorka rozprawy dokonała ogólnej charakterystyki szkła kineskopowego, bezpiecznego i płaskiego, a także opisała na podstawie literatury procesy degradacyjne szkła.

W rozdziale 2 mieszczą się opisane wyżej "CEL i TEZA NAUKOWA".

W rozdziale 3 noszącym tytuł „PRACA WŁASNA” Doktorantka przedstawiła użyte do badań materiały, sposób wykonania próbek badawczych oraz metodykę badań. Kompozyty epoksydowo-szklane wytwarzane były z udziałem odpadowej stłuczki szklanej pochodzącej z kineskopów, szyb samochodowych, szkła płaskiego. Osnowę polimerową stanowiła żywica epoksydowa Epidian 601 produkcji Zakładów Chemicznych „Organika Sarzyna” o liczbie epoksydowej 0,50-0,55 mol/100g, zawierająca rozcieńczalnik aktywny nadający żywicy odpowiednią niską lepkość. Do sieciowania żywicy epoksydowej użyto utwardzacza IDA. Jako środek sprzęgający napełniacz z osnową polimerową zastosowano organofunkcyjny aminosilan-3-aminopropylotrietoksylan o nazwie handlowej U-13.

Napełniacze odpadowe dostarczone zostały z zakładów zajmujących się przeróbką odpadów. W celu zastosowania ich jako napełniaczy w kompozytach konieczne było mielenie przy pomocy młyna. Do wykonywania kompozytów wykorzystywano frakcję proszkową o uziarnieniu poniżej 90 mikrometrów. Wykonano kompozyty z dodatkiem szkła niemodyfikowanego oraz ze środkiem sprzęgającym (aminosilanem). Przygotowano kompozyty o następującym udziale objętościowym napełniacza 10%, 20%, 25% i 35% objętościowo. Kształtki do badań miały postać belek o wymiarach 10x100x4 mm i wykonano je metodą odlewania w formie. Podczas sieciowania zamknięta forma silikonowa była obracana za pomocą rotatora.

Autorka rozprawy przeprowadziła badania szkła odpadowego, takie jak: analiza składu chemicznego, badania substancji rozpuszczalnych w wodzie, gęstość rzeczywista i pozorna, określenie parametrów uziarnienia dwiema metodami analizą sitową oraz za pomocą

dyfrakcyjnego analizatora wielkości cząstek. Najistotniejsze dla wykazania słuszności tezy naukowej postawionej przez Doktorantkę w niniejszej dysertacji są badania wymywalności metali i ich związków zarówno z proszków szkieł jak i kompozytów. Autorka rozprawy dokonała także ocena wymywalności przy uwzględnieniu rodzaju osnowy polimerowej kompozytu. Do tych badań Doktorantka użyła jako osnowę kompozytu żywicę akrylową, poliuretanową i epoksydową oraz dyspersję styren-akryl. Przeprowadzono również badania właściwości wytrzymałościowych kompozytów z napełniaczami proszkowymi w postaci szkła odpadowego, takie jak udarność czy wytrzymałość na zginanie. Oznaczono także moduł sztywności.

3.4. UWAGI KRYTYCZNE

1. W pracy brak jest spisu oznaczeń i symboli. W pracach technicznych – badawczych jest to zdecydowanie potrzebny element.
2. W pracy brak jest badań pomiaru masy próbek. Pomiar masy próbek kompozytów były by bardzo przydatnym uzupełnieniem wyników badań, szczególnie w porównaniu do próbek nienapełnionych.
3. Brak jest konsekwencji w prezentowanych wynikach badań. Na przykład w wynikach wytrzymałości na zginanie (rysunek 67) brak jest wyniku SMB dla 20% i 30% napełnienia. Tyczy się to całego rozdziału 3.6.2.2
4. W pracy nie podjęto próby znalezienia zastosowania dla kompozytów żywicznych napełnionych stłuczką szkła kineskopowego i innego. Co prawda we wstępie teoretycznym na stronie 22 można znaleźć wzmiankę o zastosowaniu szkła CRT do wytwarzania posadzek podłogowych o wysokiej odporności chemicznej. Zacytowano również pozycje [81, 99, 100]. Brak jest jednak w dalszej części pracy podjęcia próby znalezienia zastosowania badanych kompozytów, czy też próby odniesienia wyników badań do możliwych zastosowań tego typu kompozytów.
5. W rozprawie podjęto obszerne badania wymywania metali ze szkieł odpadowych (Rozdział 3.6.1.5). Temat dysertacji doktorskiej brzmi jednak: „Kompozyty epoksydowe napełnione szkłem odpadowym o ograniczonej wymywalności metali”. Dlaczego, pomimo wykonania i przebadania próbek polimerowych napełnionych szkłem (przebadanych również na wymywalność), skupiono się tak bardzo na samym napełniaczu? Czy nie było by bardziej zasadne rozszerzyć badania właściwości fizycznych i mechanicznych uzyskanych kompozytów?

6. W pracy brak jest badań starzeniowych uzyskanych kompozytów. Poszerzyło by to możliwości prognozowania ich przyszłych zastosowań. Brak jest również badań chociażby struktury mikroskopowej próbek. Nie pokazano nawet wyglądu zewnętrznego kompozytu, poza, jak można się jedynie domyśleć, rysunkiem 7. Nie przedstawiono istotnych wyników badań wybranych właściwości uzyskanych kompozytów, np. twardość, gęstość.
7. W spisie literatury odnaleziono tylko jedną publikację naukową Doktorantki z 2013 roku, poz. [46] w czasopiśmie „Przetwórstwo tworzyw”.

3.4. UWAGI REDAKCYJNE

W spisie treści brak jest wcięć akapitowych przed podrozdziałami. Wcięcia akapitowe poprawiłyby czytelność spisu treści.

Strona 9. Brak jest w tym miejscu informacji o innych metodach recyklingu, takich jak odzysk energetyczny. Brak jest w tym miejscu schematu z uwzględnieniem rodzajów recyklingu.

Cytowania w pracy przedstawione są w formie np. [12], [15], a powinny być [12, 15]. Podobna uwaga tyczy się zakresów [48]-[51] zamiast [48-51].

Rozdział 1.1. Czy zasadny jest w tym rozdziale przegląd literatury z zakresu betonów modyfikowanych polimerami, zważywszy na odmienną tematykę pracy?

Strona 14. Wszystkie wyświetlacze LED to monitory LCD. Ale nie wszystkie wyświetlacze LCD są diodami LED.

Rysunek 1. Błąd w opisie. Zamiast „grafen” powinno być „grafit”.

Rysunek 2. W prawej górnej części opisu pojawia się dwukrotnie słowo „do”.

Strona 18. Błąd stylu w zdaniu „Pilotażową instalację wytwarzającą (...)”.

Pozycja literatury [93] nie ma odniesienia w tekście.

Strona 30. W ostatnim akapicie (wiersz 4 od dołu) nie napisano „zawartości” czego.

Strona 51. Błąd ortograficzny: „saczkach” zamiast „sączkach”.

Rysunek 4 jest mało czytelny.

Strona 42. Jaki dokładnie silikon formierski użyto do odlewania próbek badawczych?

Strona 45. Niepoprawny styl zdania „podnosi wałek”.

Strona 50. Niepoprawny styl „TT-MM z głowica”.

Tabela 4. Wartości procentowe pierwiastków mogły by być rozłożone malejąco. Uwaga ta odnosi się także do rysunku 9.

Rysunek 100 i dalsze. Niepotrzebnie dodano zera po przecinkach, np. 106,00.

Strona 56. Rysunek 10 do którego się odniesiono jest dopiero na stronie 59.

Rysunek 57. Opis osi nachodzi na skalę.

Tytuł rozdziału 3.6.2.2. Powinno być „szkłem odpadowym” zamiast „odpadowym szkłem”. Uwaga tyczy się całej pracy. Przymiotnik powinien być zazwyczaj po rzeczowniku.

W przypadku wyników badań zginania przedstawiono również różne składy kompozycji.

Rysunek 91. Brak opisu w tekście wyników tego pomiaru.

Podsumowanie. Myśli zawarte w podsumowaniu pracy na stronie 166 według subiektywnej oceny Recenzenta są powtórzeniem myśli ze wstępu pracy.

4. WNIOSKI

Zrealizowane i zaprezentowane przez Doktorantkę badania doświadczalne zostały zaplanowane właściwie. Metodyka zrealizowanych badań i analiz nie budzą większych zastrzeżeń. Uzyskane rezultaty badań Doktorantka przedstawiła w sposób czytelny w formie graficznej w postaci licznych zestawień tabelarycznych i wykresów. Uważam, że przeprowadzona została poprawna interpretacja i krytyczna analiza uzyskanych wyników i na tej podstawie wyciągnięte zostały poprawne wnioski. Świadczy to o odpowiednim przygotowaniu Doktoranta do samodzielnego prowadzenia prac naukowych i badawczych.

5. SENTENCJA

Recenzowana rozprawa doktorska wnosi istotny wkład w rozwój wiedzy w dyscyplinie "Inżynieria materiałowa". Stwierdzam że podjęta tematyka jest ważna i aktualna zarówno z punktu widzenia naukowego jak i aplikacyjnego. Praca doktorska dobrze wpisuje się w aktualne

trendy, które związane jest z zagospodarowaniem i ponownym stosowaniem materiałów stanowiących obecnie odpad w procesach przemysłowych.

Niezależnie od przedstawionych w formie dyskusyjnej uwag krytycznych i redakcyjnych, uważam, że rozprawa mgr inż. Katarzyny Suchoń pt. „**KOMPOZYTY EPOKSYDOWE NAPEŁNIONE SZKŁEM ODPADOWYM O OGRANICZONEJ WYMYWALNOŚCI METALI**” spełnia wymogi stawiane w Ustawie z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2003 r., nr 65, poz. 595, z późn. zm.) oraz w Rozporządzeniu Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z 26 września 2016 r. (Dz. U. z 2016 r., poz. 1586). **W związku z tym wnoszę o dopuszczenie jej do publicznej obrony.**

Kwiatkowski Denisz