

doc. Ing. Silvie Brožová, Ph.D.

Ostrava, dnia 03.01.2024

Katedra Technologii Metalurgicznych

Wydział Technologii Materiałowej

VŠB – Uniwersytet Techniczny w Ostrawie

ul. 17. listopadu 15, 708 33 Ostrava

Recenzja rozprawy doktorskiej

Tytuł rozprawy: Opracowanie metody przetwarzania zużytych katalizatorów samochodowych w kierunku pozyskania z nich materiału o właściwościach sorpcyjnych

Autor rozprawy: mgr Rafał Zawisz

Przewód doktorski: w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych, w dyscyplinie inżynieria materiałowa

Promotor rozprawy: dr hab. inż. Agnieszka Fornalczyk, prof. Pol. Śl.

Promotor pomocniczy z Pol. Śl.: dr inż. Joanna Willner

Promotor pomocniczy przemysłowy: dr inż. Anna Niemczyk-Wojdyła

Recenzja została opracowana na zlecenie Przewodniczącej Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej w Katowicach prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej.

Tematyka recenzowanej pracy jest aktualna. Dotyczy recyklingu katalizatorów samochodowych. Zagadnieniem tym zajmują się instytuty naukowe i badawcze wraz z przedsiębiorstwami przemysłowymi. Wraz z rosnącą liczbą samochodów istnieje potrzeba zajęcia się recyklingiem, nie tylko samych samochodów, ale także ich komponentów, takich jak katalizatory. Zawierają one metale szlachetne w ilościach nadających się do recyklingu. Dzieje się tak nie tylko z ekonomicznego punktu widzenia - cena zużytych metali szlachetnych obecnie rośnie, ale odzyskane metale można wykorzystać jako surowiec wtórny, oszczędzając w ten sposób zasoby naturalne i środowisko.

Recykling tych odpadów przemysłowych jest bardzo problematyczny. Można stosować metody pirometalurgiczne i hydrometalurgiczne, ale każda z nich ma swoje wady i zalety.

Metoda pirometalurgiczna obciąża środowisko i zużywa dużą ilość energii do rozkładu odpadów. Problematiczne jest również oddzielenie poszczególnych metali od uzyskanego stopu. Nie bez znaczenia jest również ilość składnika ceramicznego, który po obróbce cieplnej przekształca się w żużel, który jest następnie poddawany dalszej obróbce, np. solidyfikacji. Zastosowanie metody hydrometalurgicznej oszczędza dużo energii, ale wykorzystuje wiele odczynników chemicznych, które nie zawsze są korzystne ekonomicznie i pod względem środowiskowym.

Połączenie tych dwóch metod, wraz z dobrym mechanicznym przygotowaniem do demontażu, jest odpowiednią metodą. W niniejszej pracy do odzyskiwania metali szlachetnych wykorzystano hydrometalurgię. Pozostałość ceramiczną po ługowaniu poddano dalszej obróbce poprzez separację mechaniczną przy użyciu młyna elektromagnetycznego. Metoda ta wykorzystuje innowacyjne rozwiązanie autora. Temat pracy jest nowy, aktualny i w pełni funkcjonalna.

Autor od dłuższego czasu zajmuje się problemem recyklingu materiałów z katalizatorów samochodowych. Kontynuuje tematykę już opublikowanych prac, osiągając odpowiednie wyniki naukowo-badawcze. Rozprawa doktorska autorstwa mgr Rafała Zawisza składa się z pięciu rozdziałów i liczy 203 stron. Całkowita liczba rysunków wynosi 56, zawiera 27 tabel. Autor zamieścił 254 pozycji literaturowych. Cała rozprawa podzielona jest na 5 kolejnych rozdziałów.

We Wprowadzeniu Doktorant opisuje koncepcję zagospodarowania zużytych katalizatorów samochodowych. Koncentruje się na obecnych rozwiązaniach w zakresie recyklingu tego typu odpadów, a także na znaczeniu efektywnego odzysku platynowców, które stanowią surowiec o krytycznym znaczeniu dla gospodarki.

W rozdziale I Autor zajmuje się problematyką przeglądu literatury z zakresu katalizatorów samochodowych. Opisuje materiały wykorzystywane do produkcji katalizatorów, rodzaje tych materiałów wraz z komponentem ceramicznym i częścią metaliczną, która pokryta jest metalami z grupy platynowców - platyny, palladu i rodu. Część tego rozdziału obejmuje regulacje prawne oraz zarządzanie katalizatorami przemysłowymi i samochodowymi. Autor opisuje metody recyklingu katalizatorów samochodowych, które dzieli na metody piro- i hydrometalurgiczne, wraz z możliwością dalszego wykorzystania ceramicznego składnika kordierytu. Do intensyfikacji recyklingu Autor proponuje zastosowanie rozdrobnienia mechanicznego w postaci młyna elektromagnetycznego. Ostatnia część rozdziału poświęcona jest możliwości regeneracji oleju transformatorowego.

Drugi znacznie krótszy rozdział przedstawia cele i etapy pracy Autora. Część eksperymentalna została podzielona na 6 etapów. Celem pracy jest opracowanie metodyki recyklingu ceramicznego komponentu katalizatora samochodowego alternatywnej w stosunku do metod przedstawionych w wyniku przeglądu literatury wraz z jej weryfikacją eksperymentalną.

W pracy sformułowano hipotezę, że młyn elektromagnetyczny może stanowić skuteczne narzędzie na potrzeby aktywacji powierzchniowej kordierytu. Podjęte w ramach pracy doktorskiej prace badawcze stworzyły podstawy merytoryczne wraz z bazą eksperymentalną dla opracowania przyjaznej dla środowiska efektywnej ścieżki przetwórstwa i zagospodarowania kordierytu z odpadowego katalizatora samochodowego. Rozwijana w pracy koncepcja przetwórstwa odpadowych monolitów ceramicznych umożliwiła maksymalizację potencjalnych korzyści z recyklingu.

W rozdziale trzecim opisano materiały i metody badań. Zastosowanym materiałem była ceramiczna część katalizatora samochodowego - kordieryt. Zastosowane metody badawcze zostały podzielone na kilka etapów obejmujących chemiczną obróbkę próbki odpadowego materiału katalitycznego, fizykochemiczną aktywację materiału kordierytowego z użyciem młyna elektromagnetycznego metodą na sucho i na mokro. W kolejnym etapie opracowano testy skuteczności sorpcyjnej materiału kordierytowego na potrzeby regeneracji przepracowanego oleju transformatorowego.

Rozdział 4 przedstawia wyniki i ich dyskusję. Wyniki badań obejmują przygotowanie odpadowego materiału katalitycznego do badań właściwych w młynie elektromagnetycznym, dobór podstawowych warunków aktywacji materiału kordierytowego w młynie elektromagnetycznym i testy zdolności sorpcyjnych próbek materiału kordierytowego aktywowanych w młynie elektromagnetycznym.

Rozdział 5 zatytułowano podsumowanie i wnioski ogólne. Podsumowano tutaj i przedyskutowano wyniki prac eksperymentalnych.

W pracy zauważono kilka błędów stylistycznych:

- strona 19 - Rysunek 8 a, b - opis w języku angielskim nie został przetłumaczony na język polski, typy filtrów cząstek stałych: (a) - przepływowe, (b) – naścienne,
- strona 22 - Rysunek 11 - $CeO_2 - ZrO_2$, powinno być: CeO_2-ZrO_2 ,
- strona 52, 53 - inny kolor pisma (szary),
- strona 56 - tytuł rozdziału 1.6.2. na samym końcu strony.

W ogólnym zarysie praca poza wykazanymi nieścisłościami i błędami wskazanymi częściowo w recenzji a w całości przekazanymi Autorowi - praca jest napisana poprawnym,

zrozumiałym językiem, a sformułowania techniczne zostały w większości dobrane właściwie. Szata graficzna jest schludna, rysunki o dużej jakości, z wyraźnymi podpisami. Jakość wizualną pracy można ocenić bardzo pozytywnie. Podczas lektury rozprawy doktorskiej, nasuwają się pewne pytania i wątpliwości, które powinny zostać przedyskutowane i wyjaśnione podczas publicznej obrony:

- Brak ogólnego schematu prowadzonych badań absorpcyjnych.
- Olej transformatorowy jest regenerowany przez złożę zmielonego materiału ceramicznego i co się dzieje ze złożem? Czy można go jakoś wykorzystać? Zostanie ono zanieczyszczone olejem odpadowym? Jaka jest wydajność?
- Czy ten rodzaj mielenia elektromagnetycznego jest również stosowany w przemyśle i czy można go tam skutecznie stosować?
- strona 85 - Autor pisze w jednym z zakresów o wysokim powinowactwie sorpcyjnym oleju, a nigdzie nie wspomina definicji, proszę doprecyzować w stosunku do oleju transformatorowego.
- Tabela 22 – z czego wynika znacznie wyższa zawartość wody w złożu nieaktywowanym w stosunku do aktywowanego, czy może dochodzi tam do jakiegoś odparowania, czy próbka była suszona przed procesem, czy może podgrzewana?
- Tabela 23 - Metoda aktywacji spowodowała wzrost powierzchni właściwej i porowatości (dla aktywowanych na mokro mniejszych ziaren) i być może lepiej byłoby zmienić proporcję drobniejszych ziaren na ziarna nieaktywowane?
- Ile katalizatorów samochodowych znajduje się na wysypiskach, a dla ilu stosuje się recykling, czy można wyrazić to w %. I ile materiału ceramicznego (kordierytu) wykorzystuje się jako surowiec wtórny?
- Proszę podać zalety zaproponowanej metody dla ochrony środowiska.
- Jak proponowana metoda przekłada się na koszty produkcji i ile można zaoszczędzić, stosując kordieryt z recyklingu zamiast pierwotnego surowca?

Materiał zawarty w pracy pozwala stwierdzić, iż Autor zrealizował postawione sobie cele, przedstawione w rozdziale drugim. Do rozwiązania badanych zjawisk zastosował podejście kompleksowe, stosując badania oparte o eksperymenty laboratoryjne. Wnioski zostały sformułowane adekwatnie do otrzymanych wyników.

Ocena końcowa

Na podstawie powyższych rozważań stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska stanowi oryginalne opracowanie problemu naukowego. W rozprawie przedstawiono bogaty i ciekawy materiał badawczy o istotnym aspekcie aplikacyjnym. Pomimo kilku dyskusyjnych uwag, Autor wykazał się dobrym zrozumieniem problemu badawczego, dobrą znajomością prowadzenia badań eksperymentalnych oraz znajomością poruszanego zagadnienia. Zaproponowane rozwiązanie jest całkowicie oryginalne, potwierdzeniem tego jest zgłoszenie patentowe. Uwagi zawarte w pracy nie wpływają na jej jakość.

W podsumowaniu stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska Pana mgr Rafała Zawisza spełnia wymogi stawiane rozprawom doktorskim, określone w ustawie z dnia 20 lipca 2018r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2023 poz. 742) i wnoszę do Rady Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej o dopuszczenie Pana mgr Rafała Zawisza do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Bartłomiej Golwiec