

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

Tytuł rozprawy : **TECHNOLOGIE OCZYSZCZANIA ŚCIEKÓW Z PROCESÓW GALWANICZNYCH**

Autor : mgr inż. Kamil Ziuziakowski

Afiliacja : Wydział Chemii
Uniwersytet im. Adama Mickiewicza w Poznaniu

Podstawa formalna

recenzji : Uchwała Rady Naukowej Dyscypliny Nauki Chemiczne UAM
z dnia 18 listopada 2022r. (L.dz.WCH/474/KZ/2022)

Słowo wstępne

Doktorat wdrożeniowy, jako program kształcenia doktorów w jednostce posiadającej uprawnienia do nadawania stopni naukowych w danej dyscyplinie, finansowany z budżetu państwa, funkcjonuje od 2017 roku. Ideą tego programu jest tworzenie warunków do rozwoju współpracy pomiędzy jednostkami naukowymi i otoczeniem społeczno-gospodarczym, czego efektem ma być wykorzystanie w przedsiębiorstwach wyników prowadzonej przez doktorantów działalności naukowej. W tym kontekście, recenzowana rozprawa doktorska spełnia wymogi programu, o czym świadczy wdrożenie wyników badań własnych Doktoranta w zatrudniającym Go podmiocie gospodarczym firmie Galkor Sp.z.o.o.

Tematyka badawcza pracy doktorskiej Pana mgr inż. Kamila Ziuziakowskiego dotyczy generalnie problemu oczyszczania ścieków powstających w procesie elektrolitycznego nakładania powłok ochronnych i dekoracyjnych na elementy metalowe, umownie nazywanych ściekami galwanicznymi. Problem niezmiernie istotny w kontekście optymalizacji zużycia wody na potrzeby technologii ciągu produkcyjnego, jak również zagrożenia dla środowiska naturalnego w przypadku niekontrolowanego zrzutu ścieków pogalwanicznych do odbiornika.

Doktorant przeprowadził analizę badawczą czterech wybranych zagadnień ściśle związanych z konkretną technologią galwanizerni będącej czynnym obiektem przemysłowym. Bez wątpienia, zaproponowane rozwiązania służą poprawie efektywności gospodarki wodno-ściekowej w zakładzie, tak więc posiadają walor użytkowy, co nadaje całej rozprawie charakter pracy aplikacyjnej.

Ocena rozprawy doktorskiej

Ocenę pracy doktorskiej mgr inż. Kamila Ziuziakowskiego, przeprowadzono w oparciu o 7 kryteriów.

1. Układ rozprawy doktorskiej

Recenzowana rozprawa doktorska ma formę pracy pisemnej. Rozprawa zawiera 168 ponumerowanych stron tekstu podzielonego pomiędzy części literaturową (cz.I) oraz doświadczalną (cz.II), przy czym część I zawiera 64 stron, a część II- 72 strony. Dodatkowo, rozprawa zawiera materiały uzupełniające- dokumentujące przeprowadzone badania, zamieszczone w 4. załącznikach. W rozprawach doktorskich w formie pisemnej w tym również monografii, część przeglądowa na ogół stanowi 20÷25% obu części merytorycznych natomiast w przypadku recenzowanej rozprawy jest to ponad 46%. Czytając materiał umieszczony w cz. I trudno odnieść wrażenie, że jest to studium literatury ukierunkowane na szukanie informacji związanej z przewidywaną/planowaną hipotezą badawczą. Ta część rozprawy ma raczej charakter informujący niż badawczy polegający m.in. na krytycznej ocenie dostępnej w literaturze naukowej wiedzy. Świadczy o tym zarówno sposób opisu i prezentacji poszczególnych podrozdziałów, jak również ilość cytowanych pozycji literaturowych indeksowanych w renomowanych bazach czasopism posiadających współczynnik IF, tj. ok. 27 pozycji na 140 wykazanych w spisie literatury.

Część doświadczalna zawiera 5 rozdziałów. Uwzględniając, że rozdział 5. przedstawia zdefiniowane przez Doktoranta tzw. 4. punkty krytyczne (str. 79), to informację na temat: metodyki, zakresu i przebiegu badań oraz uzyskanych wyników można odnaleźć w 4. rozdziałach, tj.: 6., 7., 8. i 9. Doktorant nie oznaczył enumeratywnie odrębnych rozdziałów pt. podsumowanie badań oraz wnioski końcowe. Wprawdzie na stronie 144. umieszczono obszerny fragment nazwany: Podsumowanie i wnioski, ale nie przeprowadzono w nim krytycznej dyskusji uzyskanych wyników, co znacznie obniża walor naukowy rozprawy. Opisany w tej części rozprawy cel badań jest powtórzeniem celu ujawnionego wcześniej na str. 77, którego treść, w moim przekonaniu, odpowiada raczej celowi realizowanego przez GALKOR Sp.z.o.o. projektu B+R, POIR.03.02.01-04-0007/21 (str.76), niż celowi rozprawy doktorskiej będącej w istocie pracą naukową. Należy również zauważyć, że w pięciu rozdziałach części doświadczalnej, sporadycznie odwoływano się do badań prowadzonych przez innych naukowców. Podając 4 punkty krytyczne, przeprowadzono *defacto* odrębne badania dla których należało zdefiniować cele cząstkowe. Integralnym aspektem każdej rozprawy doktorskiej powinna być hipoteza badawcza, której w tym przypadku zabrakło. Tak więc nie można uznać, że układ formalny recenzowanej rozprawy odpowiada klasycznemu *modus operandi* pracy doktorskiej. Natomiast z pewnością spełniona definicję pracy doktorskiej zawartej w ust.2, art. 187 USTAWY z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2018 poz. 1668), cyt.: „*Przedmiotem rozprawy doktorskiej jest oryginalne rozwiązanie problemu naukowego,*

oryginalne rozwiązanie w zakresie zastosowania wyników własnych badań naukowych w sferze gospodarczej lub społecznej albo oryginalne dokonanie artystyczne”.

Ocena tego aspektu recenzowanej rozprawy, pomimo wskazanych wątpliwości, jest pozytywna.

2. Cel pracy i metody badawcze

Cel pracy Doktorant sformułował w następujący sposób (str.77), cyt.: „*Celem badań prowadzonych w ramach doktoratu wdrożeniowego była weryfikacja dotychczasowych założeń technologicznych oraz zaproponowanie rozwiązań prowadzących do optymalizacji technologii systemu odzysku wody technologicznej, a tym samym zwiększenie opłacalności inwestycyjnej technologii oferowanej przez P.W. Galkor Sp.z.o.o.*”. Po pierwsze, w tak sformułowanym celu pracy doktorskiej trudno dostrzec aspekt naukowy, a po drugie wdrożenie uzyskanych wyników badań, po zapoznaniu się z ich zakresem, w moim przekonaniu wpłynie na obniżenie kosztów eksploatacyjnych, a nie inwestycyjnych. Być może Doktorant inaczej określiłby cel główny pracy, gdyby zdefiniował cele częściowe, o czym wspomniano w pkt. 1. niniejszej recenzji.

Zastosowaną w rozprawie metodykę należy ocenić w kontekście 4. niezależnych etapów badań określonych, jako punkty krytyczne. Pierwszy etap, to badania procesowe modelu fizycznego urządzenia do usuwania z układu dyspersyjnego- emulsji, związków konserwujących powierzchnie metalowe, czyli oleju mineralnego. Zastosowane w tym etapie metody badawcze nie budzą wątpliwości, a uzyskane wyniki stanowią zasadniczą wartość naukową recenzowanej rozprawy. Etapy opisane w rozdziałach 7. i 9., mają charakter bardziej ekspercki niż naukowy, tak więc ocena metody badawczej w tym przypadku nie ma sensu. W rozdziale 7. przeprowadzono bilans ładunków różnych związków chemicznych w stosowanych kąpielach procesowych będący w istocie zestawieniem uzyskanych informacji, a nie badań laboratoryjnych. Przy opisie wyników popełniono błędy polegające na niewłaściwej nomenklaturze. Przykładowo, ładunkiem danej substancji nazwano jego stężenie wyrażone w g/dm^3 (Tab.13 i 14), podczas gdy jednostka ładunku wynika wprost z jego definicji, tj. iloczynu stężenia danej substancji i masy lub objętości medium stanowiącego jej nośnik, dostarczanego do układu w czasie. Rozdział 8. dotyczy badań efektywności procesu jonowymiany przy zastosowaniu czterech żywic oraz kompozytu polimerowego uzyskanego w wyniku syntezy czterech składników wg. metody opisanej w patencie P.237250 (str.118). Spośród zastosowanych metod badawczych, za wartościowy naukowo wkład własny Doktoranta należy uznać metodykę związaną z realizacją zadań opisanych w rozdziale 6.

Ocena tego aspektu recenzowanej rozprawy jest pozytywna.

3. Omówienie wyników badań i możliwość ich praktycznego zastosowania

Uzyskane wyniki badań przedstawiono w sposób czytelny, a aspekt naukowych jest ewidentny w rozdziałach 6. i 8.

W rozdziale 6., tj.: Eliminacja zanieczyszczeń olejowych z kąpieli galwanicznych i wód popłucznych, przedstawiono wyniki badań związane z opracowaniem komplementarnego urządzenia do separacji substancji oleistej z ośrodka wielofazowego w układzie przepływowym. Istotą urządzenia jest wykorzystanie zjawiska koalescencji przy zastosowaniu płyt z różnych tworzyw sztucznych oraz stali nierdzewnej, których powierzchnie modyfikowano poprzez oddziaływanie mechaniczne polegające na śrutowaniu opiłkami staliwa ostrokrawędziowego o uziarnieniu 0.6-0.8 mm. Poza wpływem chropowatości bezwzględnej płyty wykonanej z danego materiału przed i po obróbce strumieniowo-ściernej jego powierzchni, badano również wpływ kąta nachylenia płyty na szybkość spływu wody i oleju, informującej o stopniu, cyt.: „... *destrukcji powierzchni i powstaniu relatywnie głębokich wżerów o stosunkowo dużej powierzchni*”. Niestety, umieszczone w tabeli 6. wyniki badań czasu spływu zarówno wody jak i oleju po płytach nachylonych pod zadany kąt, równym: 15° , 30° , 45° , 60° i 75° , podano błędnie w sposób uniemożliwiający ich ocenę. Tę część pracy uzupełniono obszerną dokumentacją fotograficzną.

W dalszej części badań, wykorzystując goniometr DSA 100E, Doktorant zastosował pomiary kąta zwilżenia, jako miarę pokrycia powierzchni danego materiału warstwą cieczy, co określa siłę oddziaływania pomiędzy obydwoimi ośrodkami. Z wyników badań przedstawionych w tabeli 7. wynika, że zastosowana modyfikacja w przypadku wody zwiększa kąt zwilżenia odwrotnie niż w przypadku oleju. Przykładowo kąt zwilżenia płyty z PP wodą przed i po modyfikacji wyniósł odpowiednio 78.6° i 125.4° , a w przypadku oleju 52.2° i 5.1° . Zgodnie z informacją umieszczoną na schemacie nr. 13, im mniejszy kąt zwilżenia, tym większa zdolność do łączenia się fazy ciekłej ze stałą, określaną w przypadku wody- hydrofilowością, a w przypadku oleju- lipofilowością. Doktorant właściwie zinterpretował uzyskane wyniki sugerując wzrost właściwości lipofilowych modyfikowanych materiałów chociaż nie artykułował znacznie efektywniejszą zmianę kąta zwilżenia w przypadku oleju, który zmniejszył się ponad 10. krotnie wobec wzrostu tego parametru o ok. 60% w przypadku wody. Tak więc można wnioskować o korzystnym wpływie zastosowanej modyfikacji na rozdział fazy dyspergującej od fazy zdyspergowanej, którą jest olej. Uzyskany wynik uzasadniał zastosowanie PP modyfikowanego, jako materiału rekomendowanego do dalszych badań.

Do badań procesowych wykorzystano prototyp urządzenia- odolejacz lamelowy stanowiący przedmiot zgłoszenia do UPRP (P.442268). Konstrukcję urządzenia przedstawiono na rysunkach 5 i 6. Jednak z opisu umieszczonego w tekście i samych rysunków trudno zrozumieć sposób działania tego urządzenia. Przykładowo, na czym polega, cyt.: *ssanie z poziomego lustra cieczy zaolejonej* (rys.5) ? W jaki sposób ciecz przepływa przez lamele umieszczone w górnej części urządzenia ? Czy w zbiorniku górnym jest poziom ustalony cieczy, a jeżeli tak to w którym miejscu ? Jak działają skimmery odprowadzające ciecz odolejoną i olej ? Powstaje również pytanie o mechanizm rozdziału obu cieczy, co nie wyjaśniono w części poświęconej interpretacji wyników badań.

Niemniej jednak, uzyskane wyniki przedstawione w tabelach 8. i 9., potwierdzają wysoką efektywność usuwania oleju zarówno z kąpeli alkalicznych, jak i kąpeli kwaśnych. W obu przypadkach efektywność przekroczyła 80%. Co ważne, udowodniono korzystny wpływ modyfikacji PP z którego wykonano lamele na wzrost efektywności odolejania.

Rozdział 8. dotyczy badań ukierunkowanych na ocenę efektywności usuwania kationów cynku przy zastosowaniu kompozytu polimerowego wytworzonego według własnej metodyki opisanej na str. 118. W celu porównania z innymi dostępnymi jonitami, zastosowano 4 żywice o parametrach podanych w tabeli 16. Niestety uzyskane wyniki (Tab. 21) nie potwierdzają atrakcyjności stworzonego kompozytu do oczyszczania ścieków pogalwanicznych, co nie obniża wartości przeprowadzonych badań.

Ocena tego aspektu recenzowanej rozprawy jest pozytywna.

4. Oryginalność rozwiązania problemu badawczego

Realizując zaplanowane badania zawsze, w mniejszym lub większym stopniu, muszą być rozwiązywane problemy natury: organizacyjnej, technicznej oraz interpretacyjnej. Wydaje się, że w każdym z tych obszarów Doktorant poradził sobie w sposób świadczący o Jego wysokich kompetencjach naukowych. Zastosowane w pracy narzędzia w postaci: urządzeń technicznych, procedur badawczych oraz pozycji bibliograficznych są poprawne. Zabrakło natomiast elementarnej statystyki związanej z ryzykiem błędów przypadkowych, które mogły wystąpić w przypadku badań opisanych w rozdziale 8. Planując przebieg badań zastosowano 5 różnych materiałów jonowymiennych dla dwóch kąpeli, przy trzech stężeniach cynku, uzyskując ostatecznie 90 prób w różnej konfiguracji. Jednocześnie, z opisu metodyki badań nie wynika krotność powtórzeń, co może uniewiarygadniać otrzymane wyniki. Wątpliwość budzi również brak informacji o walidacji zastosowanej aparatury do pomiaru analizowanych stężeń składników kąpeli, tj. urządzenia Ti-Touch 916. Błąd przypadkowy, często określany błędem grubym, na ogół jest wartością odstającą widoczną w każdej statystyce, który można łatwo usunąć. Natomiast błędy systemowe związane z aparaturą, niedokładnością odczytu, itp. są nie do uniknięcia. Dlatego wykonuje się n pomiarów, ustalając tzw. przedział ufności dla zadanego prawdopodobieństwa opisanego np. rozkładem normalnym (krzywa Gaussa).

Ocena tego aspektu recenzowanej rozprawy jest pozytywna.

5. Poziom wiedzy teoretycznej w dyscyplinie Nauki Chemiczne

Realizacja czterech niezależnych etapów badań odmiennych tematycznie, wymagała od Doktoranta kreatywności zwłaszcza w zakresie planowania i przeprowadzenia badań oraz wykonania poszczególnych analiz laboratoryjnych. Wymagało to również dużej wiedzy interdyscyplinarnej w tym znajomości zagadnień powiązanych z rzeczoną dyscypliną. Doktorant, wykonując przegląd literatury, szczególnie w rozdziale 2. części literaturowej, wielokrotnie odnosił się do zagadnień z

zakresu chemii ścieków galwanicznych. Na tej podstawie można wnioskować, że poziom wiedzy teoretycznej Doktoranta jest wysoki i z pewnością kwalifikuje Go do grona ekspertów z zakresu oczyszczania tego rodzaju ścieków przemysłowych. Przedstawiona w dysertacji tematyka badawcza w zasadzie wpisuje się tematycznie w zakres wielu dyscyplin naukowych, w tym również w Nauki Chemiczne.

Ocena tego aspektu recenzowanej rozprawy jest pozytywna.

6. Umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej

Z tą kwestią w zasadzie korespondują wszystkie wcześniejsze uwagi i komentarze zawarte w ocenie kryteriów nr 1÷5. Realizując swoje badania, Doktorant zdobył wiedzę i nabył doświadczenia pozwalającego Mu planować i wykonywać samodzielnie badania naukowe. Jedyne czego zabrakło, to dyskusja wokół uzyskanych wyników w kontekście badań prowadzonych w innych ośrodkach. W rozprawie nie przedstawiono części dyskusyjnej, na ogół zawartej w odrębnym rozdziale pn. Podsumowanie, w którym odwołując się do dostępnych danych naukowych opublikowanych w literaturze światowej można przeprowadzić krytyczną ocenę badań własnych.

Ocena tego aspektu recenzowanej rozprawy, pomimo w/w braku, jest pozytywna.

7. Zastosowane piśmiennictwo

Piśmiennictwo Doktoranta jest poprawne i adekwatne do treści oraz charakteru rozprawy. Wszystkie części rozprawy, z zastrzeżeniem uwag artykułowanych we wcześniejszych punktach niniejszej recenzji, są opisane czytelnie przy wykorzystaniu nomenklatury odpowiadającej specyfice omawianych zagadnień. Wnioski końcowe (str. 144-148) sformułowano jednoznacznie, w sposób umożliwiający bezpośrednie ich zastosowanie w praktyce.

Ocena tego aspektu recenzowanej rozprawy jest pozytywna.

Podsumowanie

Wskazane błędy nie wpływają na wartość merytoryczną badań syntetycznie przedstawionych w recenzowanej pracy doktorskiej. Zatem, biorąc pod uwagę formę, zakres oraz treść rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Kamila Ziuziakowskiego, jak również oceny cząstkowe poszczególnych kryteriów, w/w rozprawę doktorską opiniuję pozytywnie. Rozprawa doktorska Pana mgr inż. Kamila Ziuziakowskiego spełnia wszystkie wymogi zawarte w art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2022 poz. 574). Na tej podstawie wnioskuję do Dziekana Wydziału Chemii Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza, Prof. dr hab. Macieja Kubickiego o dopuszczenie Pana mgr inż. Kamila Ziuziakowskiego do kolejnych czynności w postępowaniu o nadanie stopnia naukowego doktora w dyscyplinie Nauki Chemiczne.

Koszalin 02.01.2023 r.

