

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr Zuzanny Kowalkiewicz pt. **"Otrzymywanie i właściwości syntetycznych topników fluorkowych "**

1. Wstęp

Przedłożona mi do recenzji rozprawa doktorska Pani **mgr Zuzanny Kowalkiewicz** pt. **"Otrzymywanie i właściwości syntetycznych topników fluorkowych "** została zredagowana na 166 stronach tekstowych. Autorka cytuje 129 pozycji literaturowych w tym 84 stanowią pozycje obcojęzyczne, głównie angielskie. Doktorantka korzysta z artykułów naukowych zamieszczonych w fachowych czasopismach naukowych, bądź też w opracowaniach monograficznych. Prezentuje również szereg aktualnych ustaw, rozporządzeń i norm dotyczących problematyki badań odpadów oraz ochrony środowiska i wynikających z tego tytułu implikacji w środowisku przyrodniczym. Ponadto w rozprawie zamieszcza spis rysunków, tabel, reakcji chemicznych, skrótów i akronimów, własny dorobek naukowy i aplikacyjny (bardzo obszerny) oraz streszczenie w języku polskim i angielskim. Recenzowana rozprawa została przedłożona Radzie Wydziału Chemii Uniwersytetu im. Adama Mickiewicza w Poznaniu.

2. Znaczenie podjętej tematyki

Z bogatego przeglądu literaturowego, analizowanego w rozdziale pierwszym, dot. fluoru i jego związków, występujących w przyrodzie i znaczenia tego pierwiastka dla światowej i rodzimej gospodarki a szczególnie topników fluorkowych Doktorantka szczegółowo omawia ich funkcje i wymogi normatywne. Podkreśla możliwości otrzymywania syntetycznych topników fluorkowych z kwasu heksafluorokrzemowego i

węglanu wapnia oraz wpływ różnorodnych czynników decydujących o kinetyce reakcji chemicznych wykorzystywanych w technologiach przemysłowych. Topniki fluorkowe mają niezwykle szerokie zastosowanie: m.in. w procesach rafinacji metali, ich spawania i lutowania, jako dodatki w procesie spiekania mas ceramicznych lub stapiania szkliwa w celu obniżenia temperatury procesu, a też w analizie chemicznej jako dodatki do stapiania analizowanej substancji w celu rozkładu próbki przygotowywanej do badań. Szczególną rolę pełnią w metalurgii w procesach upłynniania żużli oraz wytapiania stali. Niestety w Polsce nie posiadamy złóż fluorytu o znaczeniu ekonomicznym, jako głównego minerału zawierającego fluor, tym samym musimy go importować, głównie z Meksyku i Niemiec. W Polsce i krajach Unii Europejskiej coraz częściej zwraca się uwagę na możliwość recyklingu odpadów zawierających związki fluoru pod kątem ich wtórnego wykorzystania.

Zagadnienie to przyświeca recenzowanej rozprawie doktorskiej Pani mgr Zuzanny Kowalkiewicz, która już na obecnym etapie posiada znaczący dorobek naukowy w postaci publikacji oraz praktyczny w postaci wdrożeń posiadanych i zgłoszonych opracowań patentowych. We wszystkich opracowaniach Doktorantki przewija się problematyka zagospodarowania odpadów lub produktów ubocznych z różnych procesów przemysłowych, szczególnie z produkcji kwasu fosforowego (V) i nawozów fosforowych. Zagadnienie to rozwija szczegółowo w rozdziale 4. rozprawy, gdzie wskazuje na wieloetapowość reakcji kwasu heksafluorokrzemowego z węglanem wapnia. Reakcji syntezy tych reagentów prowadzona jest w trzech etapach. W pierwszym etapie otrzymywana jest krzemionka amorficzna, druga ogranicza się do otrzymania fluorku wapnia o największej czystości, natomiast trzecia ma na celu uzyskanie fluorku wapnia oraz równolegle amorficznej krzemionki. Szczegóły tych reakcji zostały precyzyjnie omówione w nawiązaniu do metod opisanych w licznych rozwiązaniach patentowych. Jak zauważa Doktorantka, we wszystkich metodach syntezy fluorku wapnia zwraca się uwagę na trudności w rozdzieleniu trudno rozpuszczalnych produktów na każdym etapie syntezy tego związku, w tym wydzielenia krzemionki w postaci zolu fluorku wapnia, łatwego do sączenia i przemywania. Proces ten wymaga korekty pH do wyraźnie niskiego a w konsekwencji gwarantuje całkowite przereagowanie kwasu heksafluorokrzemowego. Pominięcie przemywania prowadziłoby do zanieczyszczenia produktu jonami SiF_6^{4-} , które w procesach termicznych mogą syntetyzować tetrafluorosilan (SiF_4), co Doktorantka udowadnia w jednej ze swoich wcześniejszych publikacji.

W szeregu opracowań naukowych podkreśla się trudności w zakresie metod analitycznych stosowanych do ilościowego oznaczania fluoru. Temu zagadnieniu

Doktorantka poświęca rozdział 5. rozprawy doktorskiej, ograniczając omówienie poszczególnych metod do oznaczania fluoru w próbkach minerałów i skał, tym samym ściśle nawiązując do badań własnych. Kolejno prezentuje: metody bezpośredniego a następnie pośredniego oznaczania fluoru w tych próbkach, oznaczania fluoru w topnikach fluorkowych, zwracając uwagę na składniki interferujące w oznaczaniu podczas miareczkowania azotanem(V) toru(IV) oraz wykorzystywania fluorkowej elektrody jonoselektywnej (FISE), spektrometrii UV-VIS i AAS. Tradycyjną metodą oznaczania fluoru w topnikach fluorkowych jest metoda Berzeliusa, która polega na stapianiu próbki z zasadowymi węglanami, usunięciu krzemu i glinu przez ich strącanie węglanem amonu i cynku. W kolejności strącane są chromiany i fosforany za pomocą roztworu azotanu(V) srebra(I) i na podstawie masy strąconego osadu CaF_2 wyznacza się zawartość fluorków w próbce wykorzystując stały stosunek molowy wapnia i fluoru w fluorku wapnia. Znane są również metody alternatywne. Według polskiej normy procedura polega na pośrednim oznaczaniu fluoru w postaci fluorku wapnia. Według rodzimej metody próbka ługowana jest kwasem octowym w celu usunięcia wszystkich soli wapnia z wyjątkiem fluorku wapnia, który jest praktycznie nierozpuszczalny. Po przesączeniu osad ten rozpuszcza się w kwasie borowym i chlorowodorowym w celu usunięcia fluoru i wyizolowania nierozpuszczalnego kwasu krzemowego, po czym prowadzi się miareczkowanie kompleksometryczne wapnia przy użyciu wersenianu sodu. Metody te są czasochłonne i pracochłonne (nawet do kilku dni) i wnoszą pewien wkład do budżetu niepewności. Doktorantka przytacza jeszcze szereg innych metod w tym fluorescencji rentgenowskiej czy też spektroskopii w podczerwieni. Niestety wg Doktorantki metody te są obarczone poważnymi błędami i nie mogą być stosowane w do oznaczania fluorku w postaci fluorku wapnia w topnikach fluorkowych. Twórcy tych metod prowadzili równoczesne oznaczenia mieszanin związków złożonych z węglanu wapniowego i fluorku wapniowego.

W świetle przeglądu literaturowego do analizy próbek stałych i ciekłych, charakteryzującą się łatwą interpretacją widm rentgenowskich i wysoką selektywnością (szczególnie spektrometria WDXRF - fluorescencja rentgenowska z dyspersją długości fali), łatwym sposobem przygotowania próbek do analizy (bez jej niszczenia) i niskim kosztem wykonania pomiaru jest spektrometria fluorescencji rentgenowskiej całkowitego odbicia (TXRF). Zasada pomiaru za pomocą spektrometrii TXRF polega na podwójnym naświetlaniu próbki promieniowaniem monochromatycznym pierwotnym z zakresu promieniowania rentgenowskiego. Emisja charakterystycznego promieniowania wtórnego jest rejestrowana przez detektor umieszczony 1-2 mm od nośnika z próbką. Dalszą obróbkę linii

spektralnych prowadzi się przy pomocy programu komputerowego. Nośniki wykonane są najczęściej z kwarcu, szafiru (Al_2O_3), szkła akrylowego lub węgla szklanego. Na widmie TXRF widoczny jest również, obok badanej próbki, materiał z którego wykonano nośniki. Doktorantka ilustruje poszczególne efekty na przykładowych widmach. Tym samym wyniki badań prezentowane we wcześniejszych pracach Doktorantki oraz zamieszczone w niniejszej rozprawie doktorskiej można uznać za w pełni wiarygodne.

3. Geneza, cel i zakres pracy

Na podsumowanie przeglądu literaturowego, stanowiącego część teoretyczną rozprawy, Doktorantka formułuje genezę, cel i zakres pracy. Genezą rozprawy doktorskiej jest opracowanie procedury zagospodarowania produktów ubocznych produkcji kwasu fosforowego(V) i nawozów fosforowych oraz produkcji sody według metody Solvaya poprzez wykorzystanie ich jako substratów do otrzymywania syntetycznego topnika fluorkowego. Jego skład i właściwości winny odpowiadać wymaganiom odbiorców oraz zgodne z normami dotyczącymi emisji zanieczyszczeń do środowiska. Jednocześnie syntetyczny topnik w postaci fluorku wapnia może stanowić uzupełnienie krajowego zapotrzebowania na tego rodzaju produkt. Na podkreślenie prowadzonych badań Doktorantki zasługuje, obok naukowego, aplikacyjny charakter rozprawy, której wyniki badań mają szansę na szybkie wdrożenie w świetle krajowych i światowych tendencji polegających na wtórnym wykorzystaniu odpadów jako surowców do produkcji nowych wyrobów, tym samym ochrony środowiska. Wskazują na to trafnie sformułowane hipotezy badawcze w tym pytaniu czy możliwe jest otrzymywanie topnika fluorkowego z odpadowego kwasu heksafluorokrzemowego i technicznego węglanu wapnia i czy możliwe jest opracowanie szybkiej i prostej a też wiarygodnej metody analitycznej oznaczania fluoru w CaF_2 w topnikach fluorkowych, metodą TXRF (jako cel pracy) a też walidacja tej procedury ?. Doktorantka formułuje następnie zakres pracy (8 zadań), które można akceptować bez zastrzeżeń. Są one wynikiem dużego doświadczenia badawczego Doktorantki i wiedzy a też umiejętności wykorzystania dotychczasowego stanu wiedzy na temat poruszany w rozprawie doktorskiej.

4. Struktura rozprawy

Doktorantka, w krótkim, wybitnie skondensowanym wstępie, wprowadza potencjalnego Czytelnika w problematykę niezwykle istotną we współczesnym świecie. Tym problemem jest zagospodarowanie odpadów z procesów, dzięki którym produkuje się niezbędne surowce dla gospodarki narodowej. Przy tej okazji powstają zazwyczaj hałdy odpadów, negatywnie wpływających na zdrowie człowieka i środowisko przyrodnicze. Okazuje się, że odpady te mogą stanowić źródło cennych surowców, niezbędnych do produkcji nowych materiałów, które są importowane do Polski nawet z drugiej półkuli. Recenzowana rozprawa doktorska Pani mgr Zuzanny Kowalkiewicz stanowi przykład jak z materiału odpadowego można produkować poszukiwany substrat do produkcji topników fluorkowych. Niestety, materiał odpadowy nierzadko wymaga szeregu ocen, które umożliwiają wdrożenie proponowanych rozwiązań do produkcji. W danym przypadku nowy produkt - topnik fluorkowy, syntetyzowany z materiału odpadowego zawierającego CaF_2 , winien być monitorowany i oceniany. Wobec powyższego Doktorantka opracowuje nową kompleksową metodą analityczną, pozwalającą na szybką i dokładną analizę jakościową i ilościową topnika fluorkowego. Założony cel rozprawy doktorskiej, poczynawszy od części doświadczalnej poprzez wyniki badań i ich dyskusję wyników stanowi logiczną całość, która pozwala na wiarygodne podsumowanie rozprawy doktorskiej.

5. Ocena formalna rozprawy

Rozprawa doktorska Pani mgr Zuzanny Kowalkiewicz stanowi znamieny przykład zagospodarowania produktów odpadowych z których został wyizolowany fluorek wapnia, jako topnik fluorkowy, wykorzystywany w przemyśle, zgodnie z Polską Normą PN-70 H-04132 z 1970 roku. Jak można zauważyć inspiracją do podjęcia tej tematyki badawczej, były rozwiązania techniczne w tym zakresie stosowane w Polsce i na świecie. Doktorantka przytacza w tym miejscu szereg opracowań naukowych, rodzimych i zagranicznych, które wskazują na wybór tej praktycznej i oszczędnej w praktyce technologii zagospodarowania odpadów.

Jak już wspomniano w recenzowanej rozprawie znajduje się pełna informacja o rodzaju stosowanych odczynników, wzorcach, certyfikowanych materiałach odniesienia, naczyniach laboratoryjnych i aparaturze stosowanej przez Doktorantkę. Na szczególną uwagę zasługuje

aparatura badawcza w tym: spektrometr fluorescencji rentgenowskiej całkowitego odbicia TXRF model S2 PICOFOX Bruker wyposażony w lampę Mo, 50 kV, jak również mikroskop optyczny, dyfraktometr, spektrometr emisyjny Varian, mineralizator mikrofalowy, jonoselektywna elektroda fluorkowa oraz szereg innej aparatury badawczej znajdującej się w laboratoriach Wydziału Chemii lub fundacji Uniwersytetu im. AM w Poznaniu, dostępnej dla Doktorantki. Doktorantka wykorzystwała do badań m.in. kwas heksafluorokrzemowy jako produkt uboczny produkcji kwasu fosforowego(V) metodą ekstrakcyjną a ten z kolei otrzymuje się z apatytów i fosforytów. Pochodził on z zakładu Luvena w Luboniu, podobnie węglan wapnia. Doktorantka każdorazowo prezentuje poszczególne procesy technologiczne na schematach (przykład: rys. 12). Niezbędny węglan wapnia (tzw. kreda strącana) do produkcji topnika, otrzymuje się z m.in. z kalcytu, kredy, aragonitu lub szpatu islandzkiego. Węglan wapnia pozyskuje się z minerałów i skał osadowych lub w wyniku syntezy chemicznej. Jest on produktem ubocznym w procesie produkcji węgla sodowego (popularnej sody) metodą Solvay'a. Zagospodarowanie nagromadzonego wapna posodowego stanowi ciągły problem na terenach nieczynnych zakładów w Krakowie lub funkcjonujących w Janikowie. Wymienione surowce zostały wykorzystane przez Doktorantkę do badań nad syntetycznymi topnikami fluorkowymi. W tym celu wykonała badania: wilgotności próbek (metoda wagowa), badania zawartości chlorków (metoda argentometryczna), uziarnienia (mikroskopia optyczna), analiza jakościowa (dyfrakcja rentgenowska oraz reakcje charakterystyczne - trawienie szkła), również analiza ilościowa (elektroda jonoselektywna i spektrometria emisyjna z wzbudzeniem plazmowym) oraz analiza jakościowa i ilościowa - metoda TXRF, (przy użyciu dysku kwarcowego). Każda z tych analiz została opisana bardzo szczegółowo. Do opracowania wyników badań wykorzystano oprogramowanie Statistica 12.0 (Stat Soft® Polska) oraz Microsoft Office®Excel 2007®. Hipotezy statystyczne weryfikowano na poziomie istotności równym 5%. Charakter rozkładu danych ustalono za pomocą testu Shapiro-Wilka lub testu Kołmogorowa-Lillieforsa ($n > 50$). W przypadku pomiarów wielokrotnych przeprowadzono test Q-Dixona w celu eliminacji błędów grubych na poziomie ufności równym 95%, a przedstawione wartości wyników pomiarów zostały podane jako wartości średniej arytmetycznej. W celu stwierdzenia występowania statystycznie istotnych różnic między danymi użyto testu t-Studenta, F-Snedecora i Umanna-Whitney'a. Korelacje między zmiennymi badano stosując korelację liniową Pearsona.

W pierwszym etapie Doktorantka ilustruje procedurę analityczną oznaczania fluoru (schemat), uwzględniając przy tym normę PN-70 H-04132 (rys. 14). Procedura ta jest bardzo pracochłonna i zajmuje około 36 godzin. Tym samym nie może być wykorzystana do kontroli

topnika w trakcie produkcji ciągłej. Metoda zmodyfikowana, wg propozycji Doktorantki przy wykorzystaniu metody TXRF oraz ługowania próbki kwasem octowym umożliwia korzystną poprawę. Efekt ten ilustrują poszczególne wykresy na rysunkach 16 i 17 skojarzone z widmami TXRF materiału odniesienia z certyfikowaną zawartością składników (rys. 18 i 19). Użycie spektrometrii TXRF pozwala na zdecydowane obniżenie czasu pomiaru próbek i mieści się w przedziale 100 - 1000 sekund. Jednocześnie skrócenie czasu pomiaru pozwala na uzyskanie wysokiej granicy wartości wykrywalności procedury analitycznej. Wymagana jest przy tym kontrola uziarnienia próbek. Uwagi te nie stoją w sprzeczności z badaniami prowadzonymi w innych ośrodkach naukowych, na które powołuje się Doktorantka. Analizowane są przy tym inne czynniki takie kwestie jak wpływ alkoholu poliwinylowego na homogeniczność rozkładu cząstek próbki lub wpływ homogenizacji ultradźwiękami na precyzję wyników. W konsekwencji Doktorantka podejmuje zagadnienie zdefiniowania wszystkich etapów procedury analitycznej oznaczania fluoru w postaci CaF_2 za pomocą spektroskopii TXRF. Można wyróżnić tutaj 6 głównych etapów (rys. 25), które poddała walidacji. Mają one bardzo praktyczny wymiar. Parametry walidacyjne odnoszą się do wapnia, nie do fluoru, ponieważ procedura analityczna dotyczy pośredniego oznaczania fluoru w postaci fluorku wapnia. Została przy tym oszacowana niepewność wyników pomiarów wykonanych za pomocą spektrometrii TXRF i wpływających na nią czynników (rys. 27) i wartości stabilizowanych (tab.13). To bardzo rzadki przypadek dotyczący techniki TXRF i słabo opisany w literaturze. Doktorantka nie omieszczała po wyznaczeniu niepewności pomiaru ponownie sprawdzić dokładność procedury analitycznej, wykorzystując zależności opracowane przez Namieśnika i Konieczkę. Tym samym potwierdziła zgodność uzyskanej wartości pomiarów z wartością odniesienia (tab. 14). W rozprawie Doktorantka podaje również przykład zastosowania procedury analitycznej do oznaczania fluoru w postaci fluorku wapnia oraz przykłady porównania metod oznaczania fluoru w topnikach fluorkowych. Możliwe było również porównanie zawartości fluorku wapnia w topniku oznaczonym jako U15 wykonanych według zwalidowanej procedury analitycznej.

Opracowana przez Doktorantkę metoda syntezy topnika fluorkowego spełnia kryteria wymagane przez przemysł. Wiadomym jest, że Produkt taki nie może powodować emisji do atmosfery oraz powstawania odpadów niebezpiecznych. Założenia procesu technologicznego muszą spełniać kryteria BAT które w przypadku topników fluorkowych dotyczą: całkowitego unieszkodliwienia kwasu heksafluorokrzemowego obecnego w substratach i przekształcenia go w bezpieczny CaF_2 oraz otrzymanie topnika nie zawierającego czynników

stanowiących potencjalne źródło emisji różnych substancji lotnych do atmosfery. Wprowadzenie na rynek nowego topnika musi wynikać z popytu na ten produkt.

Doktorantka prowadziła badania nad otrzymywaniem topnika CaF_2 trzema metodami i w konsekwencji wybrała optymalną procedurę otrzymywania z wykorzystaniem kwasu fluorokrzemowego L, węglanu wapnia L lub wapna posodowego. Różnice między nimi ilustrują rysunki 29 - 31. Opisała tu właściwości poszczególnych substratów, podała zawartość zanieczyszczeń w substratach bazowych, zamieściła dyfraktogramy substratów i produktów w tym dyfraktogram topnika fluorkowego uzyskanego z syntezy składników uważanych za optymalne, a też zachowanie ich w zróżnicowanych temperaturach prowadzenia syntezy topnika (20 i 60°C) oraz wpływ nadmiaru reagentów. Z myślą o kontekście aplikacyjnym metody otrzymywania topnika fluorowego wg technologii opracowanej przez Doktorantkę badania te wydają się bezwzględnie potrzebne. W rozdziale 9.5. Doktorantka przedkłada prawdopodobne mechanizmy reakcji otrzymywania syntetycznych topników fluorkowych. Korzysta wówczas z bogatej literatury naukowej, która potwierdza te mechanizmy. W opinii recenzenta mechanizmy te są bardzo prawdopodobne i pozytywnie korelują z obecnością substratów i produktów występujących w fazie stałej, ciekłej lub gazowej. Recenzent prosi Doktorantkę w kwestii wyjaśnienia różnic dot. kondensacji kwasów krzemowych czy może polimeryzacji o której nieraz mówi się w literaturze w przypadku tych kwasów. Rysunek 62 rozprawy stanowi schemat procedury otrzymywania topnika fluorkowego. W rozdziale 9.6. wspomina się o potrzebie dodawania do mieszaniny reakcyjnej środka przeciwpieniącego. Ponieważ na rynku spotykamy szereg tego typu środków to poproszę Doktorantkę o wskazanie tego, który uważa za najlepszy i przy okazji "kilka słów" o roli jaką pełni w mieszaninie reagentów. W rozprawie doktorskiej Autorka zwraca uwagę na inne technologie produkcji syntetycznych topników fluorkowych, jak też innych substratów będących materiałem odpadowym. To bardzo rozsądne rozumowanie wskazujące, że odpady dla Doktorantki to potencjalne źródło surowców. Mając na uwadze otrzymywanie syntetycznych topników fluorkowych oraz procedury analitycznej oznaczania fluoru w postaci CaF_2 za pomocą spektrometrii TXRF Doktorantka jest przekonana o możliwości wdrożenia tej procedury na skalę przemysłową. Recenzent w pełni popiera dążenia do finału czyli pełnego wdrożenia procedury otrzymywania topników syntetycznych otrzymywanych z odpadowych materiałów zawierających fluor i jego związki. Jak można zauważyć do oceny możliwości wdrożenia tej technologii można "zaprząć" analizy PESTEL i SWOT. Sądzę, że są one jeszcze mało znane w innym środowisku niż w środowisku technologów. Jak można zauważyć, przykład zamieszczony w rozprawie,

wskazuje, że "analizowana technologia dostarcza dużą wartość dla jej odbiorców tj. oferuje możliwość obniżenia kosztów finansowych, społecznych, środowiskowych związanych z gospodarowaniem odpadami i niezagospodarowanymi produktami ubocznymi, a także uzyskiwanie dodatkowych przychodów z tytułu sprzedaży otrzymanych topników".

W rozprawie recenzent napotykał bardzo nieliczne chochliki drukarskie (w wykazie skrótów i na str 146 - jest regnowskiej zamiast rentgenowskiej), przejęzyczenia np. piszemy w j. polskim "z wyjątkiem" a nie "za wyjątkiem". itd. To w niczym nie obniża walorów rozprawy, natomiast na szczególne wyróżnienie zasługuje:

- wartość naukowa i aplikacyjnej rozprawy doktorskiej,
- podjęcie tematyki zagospodarowania odpadów zawierających związki fluoru,
- przeprowadzenie badań na materiale odpadowym z tego procesu, polegających na otrzymywaniu syntetycznych topników fluorkowych,
- opracowanie nowej procedury analitycznej polegającej na zastosowaniu spektroskopii fluorescencji rentgenowskiej całkowitego odbicia (TXRF) jako metody oznaczania końcowego fluoru w postaci CaF_2 ,
- sporządzenie budżetu niepewności pomiaru i wykazanie, że istotny wpływ na niepewność mają tylko wartości rejestrowanych sygnałów przez spektrometr,
- wykonanie analiz statystycznych z prowadzonych badań,
- walidacja procedury analitycznej, która polegała na wyznaczeniu niezbędnych dla tego oznaczenia parametrów walidacyjnych,
- wykonanie różnych, tym niemniej istotnych, analiz chemicznych poszczególnych substratów i produktów,
- zaproponowanie procedury analitycznej, tym samym umożliwienie szybkiej, prostej i wiarygodnej procedury oznaczania fluoru w topnikach fluorkowych,
- określenie warunków jakim winny odpowiadać surowce odpadowe, którymi okazał się kwas heksafluorokrzemowy oraz wapno posodowe, jako uboczne produkty przemysłu fosforowego i sodowego,
- prezentacja tabelaryczna i graficzna wyników badań.

6. Podsumowanie

Problematyka poruszana w recenzowanej rozprawie doktorskiej Pani mgr Zuzanny Kowalkiewicz pt. "Otrzymywanie i właściwości syntetycznych topników fluorkowych"

zasługuje na wyróżnienie. Doktorantka dokonała właściwego wyboru materiału badawczego, przygotowała próbki do badań i zoptymalizowała warunki prowadzenia procesu, wykorzystując zestawy unikalnych urządzeń laboratoryjnych i aparaturowych co umożliwiło zastosowanie nowoczesnej techniki pomiarowej. Recenzent nie wnosi uwag do układu pracy, który jest logiczny i przejrzysty. Rozprawa zawiera obszerne wprowadzenie literaturowe, w którym Doktorantka uzasadnia istotę i znaczenie podjętych badań oraz ogólne założenia pracy, po czym przechodzi do wskazania genezy, celu i zakresu pracy. Zakres i układ części rozprawy doktorskiej nie budzi zastrzeżeń a poruszane zagadnienia opisane są jasno i rzeczowo. Na szczególną uwagę zasługuje skrupulatność z jaką analizuje poszczególne zagadnienia naukowe i aplikacyjne. Rozprawa doktorska może stanowić cenną pomoc dla innych badaczy zainteresowanych podobną problematyką. Poszczególne fragmenty pracy stanowią świadectwo bardzo dobrego opanowania materiału teoretycznego Doktorantki i jej przygotowania do badań eksperymentalnych. Poszczególne eksperymenty zostały opisane w sposób staranny i klarowny, pozwalający na dokładne śledzenie kolejnych etapów badań. Dyskusja wyników badań jest przekonująca i wyczerpująca, a wyciągnięte wnioski właściwe i trafne. Praca jest zredagowana bardzo starannie, pomijając fakt drobnych uwag recenzenta. Zamieszczone tabele, rysunki, oraz załączniki są wzorowo przygotowane i bardzo czytelne oraz opatrzone wyczerpującymi podpisami. Recenzowana rozprawa charakteryzuje się znaczącym ładunkiem naukowym a też wyróżnia się szczególnie dużą wartością aplikacyjną. Świadczy to o dużej samodzielności naukowej i badawczej Doktorantki oraz o umiejętnościach rozwiązywania problemów metodologicznych i doświadczalnych.

Wymienione drobne uwagi w niczym nie umniejszają mojej wysokiej oceny rozprawy. Tym samym stwierdzam, że przedłożona mi do recenzji rozprawa doktorska Pani mgr Zuzanny Kowalkiewicz spełnia wymagania stawiane tego rodzaju pracom (zgodnie z art. 13 ust.1. Ustawy z dnia 14 marca 2003 r., Dz.U. nr 65, poz.595 z późn.zm). Wobec powyższego stawiam wniosek o dopuszczenia Doktorantki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

prof. zw. dr hab. Kazimierz Szymański

