Prof. dr hab. Mariusz Holtzer
Akademia Górniczo-Hutnicza
Wydział Odlewnictwa
30-059 Kraków
Ul. Reymonta 23

Kraków, 21.11.2016 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Magdaleny Suchora – Kozakiewicz pt. „ Napięcia międzyfazowe w procesie recyklingu metalowych tworzyw kompozytowych z osnową aluminiową"

Recenzja została opracowana na zlecenie dr hab. inż. Olafa Ciszaka, Dziekana Wydziału Budowy Maszyn i Zarządzania Politechniki Poznańskiej zgodnie z pismem DM – 63/539/2016 z dnia 26.09.2016 r.

1. **Ogólna charakterystyka pracy i zasadność wyboru tematu pracy doktorskiej**

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska liczy 88 ponumerowanych stron, w tym 28 tablic, 32 rysunki i 68 pozycji literaturowych, w tym 5 artykułów, w których Doktorantka jest współautorem.

Rozprawa doktorska dotyczy istotnego zagadnienia, jakim jest recykling metalowych materiałów kompozytowych (MMK).

Kompozyty metalowe wzmacniane cząstkami (ang. Metal Matrix Composites MMCs), są jednym z większych osiągnięć inżynierii materiałowej w ostatnich latach. Znajdują zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu lotniczego, kosmicznego, elektronicznego, maszynowego czy motoryzacyjnego, ponadto w medycynie, budownictwie Kompozyty stanowią odpowiedź na rosnące zapotrzebowanie na materiały o lepszych wskaźnikach konstrukcyjnych i eksploatacyjnych, a ponadto pozwalają na świadome kształtowanie pożądanych właściwości w stopniu niedostępnym w przypadku innych materiałów.

Materiały kompozytowe znane są ludzkości od tysięcy lat np. tradycyjna chińska laka, która złożona była z wielu cienkich warstw papieru i tkanin przesyconych żywicznym „samoutwardzalnym" sokiem z sumaka rhus, była stosowana od co najmniej V w. p.n.e.

Zgodnie jednak z zasadami zrównoważonego rozwoju, oraz zasadą oceny cyklu życia wyrobu, na producencie ciąży obowiązek opracowania sposobu recyklingu, zagospodarowania lub utylizacji danego wyrobu po zakończeniu jego użytkowania. Dotyczy to również wyrobów wykonanych z MMK. W przeciwnym wypadku będziemy mieli z jednej strony składowiska zużytych elementów wykonanych z materiałów kompozytowych (udział metalu w wyrobach kompozytowych jest znaczny), a z drugiej strony konieczne będzie pozyskiwanie dużych ilości metali stanowiących osnowę w kompozytach metalowych (np. Cu, Al).

Dlatego tematyka badawcza podjęta przez Doktorantkę, a będąca przedmiotem rozprawy jest z tego względu bardzo aktualna, a zarazem stanowiła dla niej szerokie pole do wykazania swojej dojrzałości w planowaniu, weryfikacji i interpretacji wyników badań. Z pewnością uzyskane wyniki przyczynią się w znacznym stopniu do opracowania metody utylizacji metalowych materiałów kompozytowych.

Doktorantka przedstawiła w rozprawie trzy tezy, których udowodnienie umożliwiła realizacja celów pracy dotyczących wyboru cieczy, jako jednego ze składników układu „recyklingowego" oraz wyznaczenie wartości napięcia międzyfazowego na granicy ciekły stop aluminium/mieszanina stopionych soli.

Tezy pracy zostały udowodnione z zastosowaniem logicznego ciągu badań. Można się zastanowić, czy pierwsza teza nie jest oczywistym następstwem znanych metod pomiaru napięcia powierzchniowego i międzyfazowego.

Tematyka rozprawy doktorskiej pani mgr inż. M. Suchora-Kozakiewicz jest ściśle związana z pracami prowadzonymi od wielu lat w zakładzie Odlewnictwa Instytutu Technologii Materiałów Politechniki Poznańskiej z zakresu recyklingu MMK, wcześniej pod kierownictwem prof. Michała Szweycera, a obecnie prof. Jacka Jackowskiego.

Redakcja pracy jest staranna, a użyty w pracy język, z małymi wyjątkami (o których szerzej wypowiem się w dalszej części recenzji) poprawny, zarówno

w aspekcie semantycznym, jak i terminologii technicznej. Autorka bardzo oszczędnie używa przecinków, nawet w miejscach, ewidentnie wynikających z zasad pisowni (przed „a", „ale", „że").

2. Analiza i ocena poszczególnych elementów rozprawy doktorskiej

Część teoretyczna

Dokonany przez Doktorantkę przegląd literatury dotyczącej zagadnień będących przedmiotem rozprawy koncentruje się m.in. na opisie różnych odmian odlewanych kompozytów metalowych, metodach ich uzyskiwania, oraz recyklingu. Szczególną trudność sprawia recykling drobnych odpadów materiałów kompozytowych, uzyskiwanych przez nasycenie porowatych kształtek ciekłą osnową metalową, w przypadku których recykling polega na rozdzieleniu komponentów, co jest możliwe tylko w stanie ciekłym. Dlatego konieczne jest zastosowanie ośrodka, który będzie pełnił rolę „wyciskacza" ciekłej osnowy z kapilar elementu zbrojącego.

Do tej części rozprawy pragnę przedstawić następujące uwagi:

- s. 4 w. 1d użyto sformułowania „kationy aluminium", „fluorek aluminium", co jest niepoprawne. Jest to prawdopodobnie efekt pewnego dualizmu w nomenklaturze pierwiastka o symbolu „Al".

  Dyskusja na temat nazw: glin – aluminium trwa od II połowy XIX wieku. Spolszczenia nazwy „aluminium" dokonał Jędrzej Śniadecki w dwutomowym wydaniu „Początki Chemii" (rok wydania 1800), gdzie używa nazwy „glinian". J. K. Krzyżanowski w „Chemii dla szkól wojewódzkich" (rok wydania 1827) stosuje nazwę „glinek". Jednak obie nazwy się nie przyjęły. Nazwa „glin" stosowana w Polsce ustaliła się dopiero w 1850 r. Pewne wątpliwości budziło podobieństwo nazw „glin" i połączenia „glinowe" z nazwami „glina" i wyroby „gliniane". Polemika w tym zakresie prowadzona była w okresie międzywojennym pomiędzy prof. Janem Czochralskim a prof. Tadeuszem Estraicherem [Przemysł Chemiczny (1938), 22, s. 45-46]. Według prof. Adama Bielańskiego, wielkiego polskiego chemika „...w języku polskim utarł się zwyczaj używania nazwy glin, gdy mowa jest o pierwiastku chemicznym oraz nazwy aluminium, gdy mamy na myśli zastosowanie tego pierwiastka jako

metalu użytkowego...". I tak mówimy kationy glinu, tlenek glinu, ale stopy aluminium.

- Doktorantka w rozprawie używa nazw: żużel i topnik, które definiuje następująco: "żużel to topnik po pierwszym jego kontakcie z kąpielą metalową". Ale w procesach wtórnej produkcji aluminium występuje jeszcze pojęcie „zgar biały oraz zgar czarny" (ang. white dross and black dross). *Co to jest?*
- Zarówno w części teoretycznej, jak i eksperymentalnej Doktorantka opisuje procesy, w których stosowane są sole zawierające fluor (NaF, KF, CaF_2). Należy poszukiwać zamienników tych soli, ponieważ w chwili obecnej wprowadzono znaczne ograniczenia w ich stosowaniu, a w przyszłości przewidywany jest całkowity zakaz.
  Jakie Pani może zaproponować zamienniki soli fluorkowych ?

Część badawcza

Do tej części pracy można zaliczyć trzy rozdziały: 6. Metodyka pracy, 7. Przebieg badań, 8. Wyniki badań i ich omówienie.

W rozdziale *6. Metodyka badań* Doktorantka przedstawiła działania konieczne do realizacji wyznaczonego zakresu prac związanych z przygotowaniem i przeprowadzeniem eksperymentów. Przeprowadzono analizę w zakresie doboru ośrodków „recyklingowych" w oparciu o stosowane w metalurgii aluminium i jego stopów topniki, biorąc pod uwagę ich skład chemiczny, temperaturę topnienia oraz wartości napięcia powierzchniowego. Do dalszych badań wytypowano cztery sole: NaCl, KCl, NaF, KF. W ramach tych prac przygotowawczych opracowano wskaźnik właściwości powierzchniowych WS dla danej mieszaniny soli.

Ze względu na niepełną charakterystykę fizykochemiczną wytypowanych mieszanin soli konieczne było określenie przez Doktorantkę ich temperatury topnienia z wykorzystaniem specjalnego stanowiska pomiarowego.

Zasadnicza część badawcza obejmowała pomiar napięć międzyfazowych na granicy wytypowanych ciekłych ośrodków „recyklingowych" i ciekłego metalu (dwa stopy aluminium: EN AW-1070A i EN AC-AlSi 11). W tym celu konieczne było zbudowanie stanowiska pomiarowego. Po przeanalizowaniu znanych metod pomiaru napięcia

międzyfazowego Doktorantka wybrała metodę odrywanego pierścienia du Noüy'a, dla której zbudowano stanowisko pomiarowe.

Jaki był udział Doktorantki w budowie tego stanowiska pomiarowego?

W oparciu o badania wytypowano cztery ośrodki „recyklingowe", po dwa dla każdego ze stopów aluminium, dla których wykonano badania napięcia międzyfazowych w zakresie temperatury 700 do 800 °C. Właśnie te uzyskane wyniki pomiarów napięć międzyfazowych w układzie ciekły stop aluminium – ciekły materiał „recyklingowy" stanowią najważniejszy efekt recenzowanej rozprawy.

Zmierzone wartości napięć międzyfazowych są znacznie niższe od podawanych w literaturze, co z punktu widzenia skuteczności recyklingu MMK na osnowie stopów aluminium jest bardzo korzystne.

Drugim ważnym osiągnięciem doktorantki było opracowanie wskaźnika właściwości powierzchniowych WS dla stopionych mieszanin soli i powiązanie go ze składem chemicznym, a w konsekwencji z wartościami napięć międzyfazowych.

Wskaźnik WS zmniejsza się wraz ze zmniejszeniem napięcia międzyfazowego na granicy ośrodek „recyklingowy" ciekły metal.

Do tej części pracy pragnę przedstawić następujące uwagi:

1. Błąd popełniany przy stosowaniu metody odrywanego pierścienia dla pomiaru napięć międzyfazowych może dochodzić nawet do 25%. W związku z tym, Harkins i Jordan [Harkins, W. D., Jordan, H. F., J. Amer. Chem. Soc., 1930, vol. 52, 175] wprowadzili poprawki empiryczne związane z promieniem pierścienia R, promieniem drutu r, z którego wykonano pierścień, objętością cieczy wzniesionej ponad poziom V i wysokością h pierścienia ponad poziom cieczy. Współczynnik korekcyjny $f(R^3/V, R/r)$, którego wartości są stabelaryzowane, pozwalają na dokładne wyznaczenie wartości napięć międzyfazowych na granicy dwóch cieczy.
   Jaki był błąd wyznaczonych wartości napięć międzyfazowych w Pani pracy?
2. *Jakie wnioski praktyczne odnośnie procesu recyklingu metalowych materiałów kompozytowych wynikają z Pani pracy?*
3. Dot. Tabeli 3: *Dlaczego dla niektórych soli wartość napięcia powierzchniowego podana jest dla temperatury niższej od temperatury topnienia tej soli?*
4. Skład chemiczny powinien być wyrażany w % mas. a nie w % wag.

5. Pewne wątpliwości językowe u Recenzenta budzi stosowanie takich pojęć jak: „ciekłość badanych układów"; „układy recyklingowane"; „recyklingowany materiał".
6. Temperatura zawsze występuje w liczbie pojedynczej.

Podsumowanie

Wymienione uwagi nie obniżają wartości merytorycznej pracy doktorskiej Pani mgr inż. Magdaleny Suchora-Kozakiewicz. Całość pracy oceniam bardzo pozytywnie.

Analiza przedstawionej do recenzji rozprawy doktorskiej pozwala stwierdzić, że Doktorantka spełnia wszystkie wymagania oraz obowiązujące standardy w przewodach doktorskich określone przez Ustawę o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (ustawa z dnia 14 marca 2003 r., Dz. Ustaw Nr 65, poz. 595 z późn. zm.), zatem:

wnoszę do Rady Wydziału Budowy Maszyn
i Zarządzania Politechniki Poznańskiej o dopuszczenie
Pani mgr inż. MAGDALENY SUCHORA-KOZAKIEWICZ
do publicznej obrony.