UNIWERSYTET MARII CURIE-SKŁODOWSKIEJ W LUBLINIE
Wydział Chemii, Instytut Nauk Chemicznych
Katedra Chemii Nieorganicznej

dr hab. Grzegorz Wójcik, prof. UMCS

Lublin 16.02.2024

dr hab. Grzegorz Wójcik, prof. UMCS,
Katedra Chemii Nieorganicznej,
Instytut Nauk Chemicznych, Wydział Chemii,
Uniwersytet Marii Curie Skłodowskiej,
Pl. M. Curie Skłodowskiej 2, 20-031 Lublin

Recenzja
rozprawy doktorskiej **mgr inż. Michała Walczaka**
pt. „Optymalizacja parametrów procesowych wybranych węzłów instalacji wysokociśnieniowych wytwarzania melaminy"

Promotor rozprawy: **dr hab. inż. Robert Kubica**

1. Podstawa opracowania recenzji

Podstawą opracowania recenzji jest pismo Pana prof. dr hab. inż. Wojciecha Simki Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Chemiczna z dnia 6.12.2023 roku, Politechniki Śląskiej w Gliwicach, dotyczące wykonania recenzji rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Michała Walczaka.

2. Celowość podjęcia tematu

Celem badań było opracowanie rozwiązań, ograniczających negatywne zjawisko depozycji produktów ubocznych reakcji otrzymywania melaminy. Aby osiągnąć wyznaczony cel zaplanowano następujące zadania:

- określenie jakościowego i ilościowego składu złogów
- modelowanie hydrodynamiki kolumny
- optymalizację parametrów ruchowych
- modelowanie CFD
- opracowanie koncepcji koniecznych zmian i modernizacji instalacji na podstawie przeprowadzonych badań

Wybór tematyki pracy doktorskiej uważam za w pełni uzasadniony.

3. Charakterystyka rozprawy

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Michała Walczaka pt. „Optymalizacja parametrów procesowych wybranych węzłów instalacji wysokociśnieniowych wytwarzania melaminy" została przygotowana pod kierunkiem promotora dr hab. inż. Roberta Kubicy w Katedrze Inżynierii Chemicznej i Projektowania Procesowego na Wydziale Chemii Politechniki Śląskiej w Gliwicach. Rozprawa jest przygotowana w zakresie dyscypliny naukowej inżynieria chemiczna należącej do dziedziny nauk inżynieryjno-technicznych. Oceniana praca została sporządzona w formie opracowania naukowego o łącznej objętości 159 stron. Składa się z 9 rozdziałów oraz ze spisu literatury obejmującego 86 pozycji.

4. Ocena merytoryczna

Praca rozpoczyna się od wprowadzenia, w którym Doktorant opisał główne zastosowania melaminy, aktualne dane rynkowe na temat wielkości produkcji w Europie i na Świecie, dokonał charakterystyki melaminy i jej pochodnych z uwzględnieniem rozpuszczalności oraz wskazał na badania toksykologiczne. Wprowadzenie, również zawiera przegląd stanu techniki w zakresie metod otrzymywania melaminy, co jest bardzo istotne. Autor wskazał na problem tworzenia złogów dołączając dokumentację fotograficzną. Wszystkie te elementy, które zostały zawarte we wprowadzeniu pozwalają czytelnikowi na ocenę problemu i tezy badawczej, jaka została postawiona. W kolejnym rozdziale Doktorant zaprezentował przedmiot i cel badań oraz zakres prac zmierzających do jego realizacji. Uważam, że koncepcja zaplanowanych etapów prac i dobór ich kolejności są logiczne i pozwalają na osiągnięcie celu badawczego. W rozdziale 3 dokonano opisu obiektu badanego, czyli instalacji. Jest to bardzo ważny rozdział, gdyż dotyczy tej części instalacji, która jest przedmiotem badań. W rozdziale 4 Doktorant podjął się analizy jakościowej i ilościowej składu złogów. W tym celu dokonał opisu miejsca poboru próbek. Wykonał oznaczanie zawartości polikondensatów, melaminy, mocznika, oksyaminotraizyn (OAT). Ponadto dokonał charakterystyki powstających złogów z zastosowaniem nowoczesnych metod instrumentalnych jak: FTIR-ATR, ICP-OES, ICP-MS, SEM-EDS, CHN, XRD i TGA.
Ten rozdział uważam za bardzo cenny, gdyż wnosi nowe informacje na temat składu złogów. Należy również podkreślić, że skład złogów jest charakterystyczny dla instalacji Melaminy, co utrudnia porównanie wyników z danymi literaturowymi. Doktorant ustalił, że złogi mają strukturę krystaliczną, a ich skład jest charakterystyczny dla melemu oraz hydratu melemu. Wyniki tych badań zostały opublikowane w czasopiśmie Materials 2023, 16, 5795, pt. A Study on Byproducts in the High-Pressure Melamine Production Process.
W rozdziale 5 zaprezentowano badania hydrodynamiki kolumny, w której powstają złogi. Symulacje przeprowadzono z zastosowaniem numerycznej mechaniki płynów (CFD). Badania przeprowadzone w tym rozdziale uważam za ważne dla zrozumienia istoty pracy kolumny jak i możliwości powstawania złogów. W kolejnym 6 rozdziale Doktorant przedstawił możliwości zmian procesowych w celu ograniczenia wydajności reakcji pobocznych prowadzących do tworzenia melemu. Pomimo braku wyników umożliwiających

poprawę parametrów ciśnienia i temperatury uważam ten rozdział za bardzo istotny dla charakterystyki instalacji produkcji Melaminy. W kolejnym 7 rozdziale Doktorant zaproponował i opisał zastosowanie metod wtórnych, które będą powodowały odpowiednie ukierunkowanie strumienia zasilającego kolumnę odpędową. Pod uwagę wzięto tanie i proste rozwiązania. Badania pozwoliły na wytypowanie elementów łatwych do zainstalowania w kolumnie. W kolejnym 8 rozdziale Doktorant przedstawił swoją koncepcję modernizacji instalacji. Jest to bardzo istotny rozdział pracy, gdyż bazuje na wszystkich symulacjach, jakie zaprezentowano w całej pracy. W mojej ocenie te dwie modyfikacje powinny znacząco ograniczyć możliwość powstawania złogów w tej części kolumny. W rozdziale 9 Doktorant podsumował badania i wyciągnął wnioski. Wnioski są poprawne i odnoszą się do wszystkich badań, jakie zostały wykonane w pracy.

Biorąc pod uwagę zakres prac eksperymentalnych oraz przebadanych parametrów i wariantów, należy stwierdzić, że praca doktorska zawiera szereg bardzo interesujących i ważnych wyników, zarówno z punku widzenia poznawczego, jak i możliwości wykorzystania ich w praktyce. Do najważniejszych, oryginalnych osiągnięć uzyskanych w pracy zaliczam:

1. Opracowanie charakterystyki powstających złogów z zastosowaniem nowoczesnych metod instrumentalnych jak: FTIR-ATR, ICP-OES, ICP-MS, SEM-EDS, CHN, XRD i TGA.
2. Opracowanie modelu odwzorującego pracę instalacji i potwierdzenie możliwości tworzenia się złogów.
3. Wykonanie badań optymalizacji parametrów procesowych.
4. Przeprowadzenie badań modelowania hydrodynamiki kolumny.
5. Opracowanie zmian konstrukcyjnych w instalacji.

5. Uwagi

Podczas czytania rozprawy nasunęło mi się również kilka uwag, wątpliwości i pytań. Całość uwag została zawarta w części niejawnej recenzji.

W pracy zdarzają się drobne błędy edytorskie.

Uwagi i komentarze mają charakter dyskusyjny i nie podważają wartości merytorycznej rozprawy doktorskiej, a moja opinia na jej temat jest pozytywna.

6. Podsumowanie i wnioski końcowe

Uważam, że Doktorant osiągnął wyznaczone cele badawcze, a uzyskane wyniki stanowią istotny wkład w stan wiedzy na temat otrzymywania melaminy metodą wysokociśnieniową, jak również możliwości usprawnienia jej produkcji.

Przedstawiona do oceny Rozprawa Doktorska zawiera oryginalne wyniki badań wykonane przez Doktoranta, co świadczy o jego dojrzałości do samodzielnego prowadzenia badań w dyscyplinie naukowej Inżynieria Chemiczna.

W podsumowaniu pragnę stwierdzić, że rozprawa mgr inż. Michała Walczaka spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018r. – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. 2018 poz.1668 z późniejszymi zmianami) i niniejszym wnioskuję do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Chemiczna o dopuszczenie Doktoranta do dalszych etapów procedury postępowania w sprawie nadania stopnia doktora w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych, dyscyplina inżynieria chemiczna.

Podpisano odręcznie przez autora

dr hab. Grzegorz Wójcik, prof. UMCS