Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny w Szczecinie
Katedra Technologii Chemicznej Nieorganicznej
i Inżynierii Środowiska

West Pomeranian University of Technology in Szczecin
Department of Inorganic Chemical and Environment Engineering

Fax: (48 91) 449 46 86
Tel.: (48 91) 449 47 30

70-322 Szczecin, ul. Pułaskiego 10

dr hab. inż. Rafał Pełka, prof. ZUT
Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny
w Szczecinie
Katedra Technologii Chemicznej Nieorganicznej
i Inżynierii Środowiska
ul. Pułaskiego 10, 70-322 Szczecin
rpelka@zut.edu.pl

Szczecin, 15.02.2024 r.

Recenzja rozprawy doktorskiej

mgr. inż. Michała Walczaka

pt. **„Optymalizacja parametrów procesowych wybranych węzłów instalacji wysokociśnieniowych wytwarzania melaminy"**

Promotor: dr hab. inż. Robert Kubica, prof. Pol. Śl.

Podstawą formalną opracowania niniejszej recenzji jest pismo Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Chemiczna Politechniki Śląskiej Pana prof. dr. hab. inż. Wojciecha Simka z dnia 6 grudnia 2023 r. (RDICh.512.8.2023). Po analizie treści przedmiotowej dysertacji stwierdzam, że jej tematyka jest zbieżna z moimi zainteresowaniami naukowymi, co pozwala mi podjąć się opracowania recenzji merytorycznej tej rozprawy. Jednocześnie oświadczam, że nie istnieją jakiekolwiek okoliczności mogące budzić wątpliwości co do mojej bezstronności; w szczególności nie prowadziłem i nie prowadzę z Panem mgr. inż. Michałem Walczakiem żadnych wspólnych badań naukowych oraz nie jesteśmy współautorami publikacji naukowych.

Tematyka przedstawionej pracy doktorskiej dotyczy badań procesu syntezy melaminy z mocznika. Proces ten w skali przemysłowej jest realizowany w Grupie Azoty Zakłady Azotowe Puławy S.A. (GA ZAP S.A.). Motywacją do podjęcia badań były trudności ruchowe zdiagnozowane podczas pracy instalacji wysokociśnieniowych Melamina 2 i Melamina 3, będących częścią infrastruktury produkcyjnej GA ZAP S.A. Podczas okresowych inspekcji wspomnianych instalacji stwierdzono mianowicie występowanie zjawiska depozycji produktów ubocznych reakcji w niektórych węzłach instalacji przemysłowej, negatywnie wpływającego na wydajność pracy tej instalacji. Co więcej, podczas rutynowych inspekcji udało się precyzyjnie zlokalizować strefy

najintensywniejszego występowania szkodliwych depozytów. Na podstawie uzyskanych danych ruchowych przeprowadzono analizę ekonomiczną i oszacowano wpływ zakłóceń pracy instalacji na koszty produkcji melaminy. Z przeprowadzonego rozeznania wynikała przesłanka, iż uzasadnione jest wyeliminowanie lub przynajmniej zminimalizowanie ilości tworzących się depozytów. W związku z tym celem pracy było opracowanie rozwiązań – zarówno metod pierwotnych, jak i wtórnych – ograniczających negatywne zjawisko osadzania się produktów reakcji ubocznych w postaci depozytów w określonych węzłach instalacji przemysłowej. Stwierdzić zatem należy, że podjęta w pracy tematyka badawcza niewątpliwie jest niezwykle ważna i aktualna z punktu widzenia naukowego, a przede wszystkim aplikacyjnego, a przez to w pełni uzasadniona.

Struktura i strona edytorska rozprawy: opiniowana rozprawa doktorska liczy 159 stron maszynopisu w języku polskim, co spełnia zwyczajowo przyjęte standardy. Tytuł rozprawy został sformułowany poprawnie i odpowiada przedstawionym w ramach pracy rezultatom badań. Dysertacja ma układ typowy dla tego typu opracowań. Mianowicie, pracę rozpoczyna *Spis treści*. Dalej zamieszczone są zasadnicze części pracy takie jak: część literaturowa, czyli *Wprowadzenie* (rozdział 1, 31 stron), *Przedmiot i cel pracy* (rozdział 2, 2 strony), część badawcza zawierająca kolejno rozdziały *Charakterystyka obiektu badanego* (rozdział 3, 7 stron), *Badania składu złogów* (rozdział 4, 23 strony), *Hydrodynamika strefy zasilania kolumny odpędowej* (rozdział 5, 25 stron), *Optymalizacja parametrów procesu* (rozdział 6, 35 stron), *Badania w obszarze usprawnień aparaturowych* (rozdział 7, 12 stron), *Koncepcja modernizacji instalacji* (rozdział 8, 5 stron) oraz *Podsumowanie i wnioski* (rozdział 9, 5 stron). Pracę kończą: *Spis rysunków* (4 strony), *Spis tablic* (2 strony) oraz *Bibliografia* (8 stron). Bibliografia zawiera 86 pozycji literaturowych, na które składają się przede wszystkim publikacje w uznanych czasopismach o zasięgu międzynarodowym. Występują także monografie oraz podręczniki (np. związane z użytkowaniem zastosowanego oprogramowania). Nie zauważono raportu z przeglądu baz patentowych, co w tak aplikacyjnej pracy może dziwić. Zaskakującym też może się wydawać fakt, że nie są przywoływane publikacje, w których Doktorant jest współautorem (jak np. „A study on byproducts in the high-pressure melamine production process", *Materials* 16, **2023**, 5795). Jakkolwiek, dobór literatury niewątpliwie świadczy o dobrej znajomości tematyki publikacyjnej w zakresie reprezentowanej przez Doktoranta dziedziny wiedzy.

Zastosowana struktura pracy w pełni odpowiada wymaganiom stawianym pracom doktorskim. Praca napisana jest dość poprawnym językiem, aczkolwiek jej strona edytorska budzi szereg zastrzeżeń – treść rozprawy mogłaby być skomponowana nieco staranniej odnośnie użytego języka i opracowanych grafik. Można dostrzec pewne problemy Doktoranta z poprawnością frazeologiczną formułowanych komentarzy (pojawiają się mianowicie skróty myślowe czy wręcz żargon techniczny lub tzw. lapsusy językowe). Ze względu na ich liczbę oraz chcąc precyzyjnie wskazać ich lokalizację w treści pracy proponuję, aby przekazany mi egzemplarz pracy zawierający moje uwagi i komentarze przekazano Doktorantowi w celu dokonania ewentualnych korekt. Pragnę w tym miejscu podkreślić, że tego rodzaju uchybienia zgłaszam jedynie z obowiązku wynikającego z roli recenzenta i nie

umniejszają one mojej pozytywnej oceny merytorycznych aspektów recenzowanej pracy. Wspomniane mankamenty nie zmieniają także faktu, że dopełniające treść tabele, schematy reakcji, wzory chemiczne, graficzne prezentacje uzyskanych wyników pomiarów i modelowania numerycznego wskazują na łatwość poruszania się Doktoranta w podjętej przez siebie tematyce badawczej i udowadniają znajomość warsztatu służącego opracowywaniu uzyskanych wyników.

Ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej: Zgodnie z tytułem pracy „Optymalizacja parametrów procesowych wybranych węzłów instalacji wysokociśnieniowych wytwarzania melaminy" dotyczy ona badań nad opracowaniem środków poprawiających funkcjonowanie instalacji do wytwarzania melaminy, w szczególności tych istniejących w obrębie GA ZAP S.A.

Cele i założenia badawcze pracy zostały zdefiniowane w specjalnie przygotowanym rozdziale *2. Przedmiot i cel pracy* jako swego rodzaju zwieńczenie części literaturowej (jest to rozdział pojawiający się bezpośrednio po części literaturowej pracy doktorskiej). Na podstawie zdobytych informacji Doktorant nie tylko wskazuje możliwe ścieżki realizacji poszukiwań rozwiązań właściwych badanemu zagadnieniu, lecz także trafnie zauważa i identyfikuje niedostatki w wiedzy powszechnej w studiowanym zakresie tematycznym i proponuje sposoby uzupełnienia brakujących informacji przy użyciu nowoczesnych technik modelowania numerycznego. Proponowana struktura metodyki poszukiwania rozwiązania badanego problemu znalazła swoje odzwierciedlenie w strukturze dysertacji: a) określenie składu chemicznego i fazowego powstających depozytów, b) badania hydrodynamiki strumieni występujących w obecnie funkcjonującym aparacie, c) określenie optymalnych warunków prowadzenia badanego procesu i stwierdzenie (lub nie) możliwości ich zastosowania w praktyce, d) wytypowanie modyfikacji geometrii istniejącego aparatu w celu ograniczenia zjawiska depozycji złogów produktów reakcji ubocznych. Każdy z wytypowanych w tym miejscu obszarów badawczych został omówiony w dedykowanym rozdziale wraz z zestawieniem użytych metod analitycznych, uzyskanych z ich pomocą wyników i przedstawieniem wniosków cząstkowych.

Część literaturowa składa się kilku podrozdziałów, w których przedstawiono istotne informacje dotyczące zastosowania głównego produktu reakcji, czyli melaminy, z uwzględnieniem aspektów ekonomicznych i technologicznych, w szczególności związanych z instalacjami należących do GA ZAP S.A. Przedstawiono tutaj także wyniki badań literaturowych na temat pochodnych melaminy. W zakończeniu tej części pracy słusznie dokonano podsumowania zgromadzonych informacji, prowadzącego do zdefiniowania problemu badawczego i uzasadnienia podjęcia badań będących przedmiotem recenzowanej dysertacji.

Kolejną częścią, zapewne najważniejszą w całej rozprawie, jest część badawcza, w której przedstawione zostały uzyskane przez Doktoranta wyniki badań (doświadczalnych i modelowych) oraz ich dyskusja. Po przyjęciu hipotezy badawczej na temat formujących się depozytów i ich wpływu na proces syntezy melaminy, wykonano pełną analizę i określono skład chemiczny i fazowy depozytów zebranych podczas rutynowych inspekcji instalacji. Numerycznie zamodelowano układ odwzorowujący fragment funkcjonującej instalacji i zweryfikowano postawioną hipotezę dotyczącą negatywnej roli

depozytów produktów reakcji ubocznych przy produkcji melaminy. Stwierdzono jednak, że zmiana warunków prowadzenia procesu produkcyjnego (metoda pierwotna) ograniczy wprawdzie depozycję złogów, ale pogorszeniu ulegnie wydajność reakcji głównej. Przystąpiono zatem do przeprowadzenia badań usprawnień aparaturowych (metoda wtórna). Badania te obejmowały modelowanie hydrodynamiki rzeczywistego układu z wykorzystaniem oprogramowania do obliczeń CFD. W połączeniu z badaniami literaturowymi, doprowadziło to do określenia optymalnego rozwiązania modyfikującego obecną konstrukcję aparatu stanowiącego część instalacji produkcyjnej. Nie ustrzeżono się jednak szeregu uchybień, które wykazane zostały w poniższych akapitach niniejszej recenzji.

Zamieszczona na końcu pracy część podsumowująca oraz wnioski (rozdział 9) zawiera bardzo szczegółowo przedstawione spostrzeżenia Doktoranta po przeprowadzeniu wszystkich zaplanowanych działań. Treść tego rozdziału wydaje się przez to zbyt obszerna i przypomina miejscami raczej streszczenie pracy niż precyzyjne wskazanie ważnych efektów przeprowadzonych badań. Nie zmienia to faktu, że zrealizowano założone na wstępie cele badawcze, a sformułowane wnioski są interesujące i prowadzą do określenia konkretnego i prawdopodobnie skutecznego sposobu ograniczenia niekorzystnych wpływów deponowania złogów produktów reakcji ubocznych na wydajność reakcji głównej – syntezy melaminy.

Szczegółowe komentarze i uwagi krytyczne

W trakcie lektury recenzowanej pracy nasunęło mi się również kilka uwag i wątpliwości dotyczących prowadzonych badań. Szczegółowe komentarze i uwagi krytyczne zawarte zostały w niejawnej części recenzji

Mimo szeregu uwag, pozytywnie oceniłem pracę, ponieważ jej Autor nie tylko wykonał w sposób rzetelny i przemyślany odpowiednie eksperymenty, ale również zastosował nowoczesne, zaawansowane, komputerowe metody modelowania i analizy danych eksperymentalnych. Metody te wciąż wydają się być niedocenianym narzędziem pracy badacza. Doktorant pokazał też rzetelny warsztat eksperymentalny. Zauważone niedostatki w sposobie prezentacji uzyskanych wyników i wniosków nie negują prawidłowości rozumowania stojącego za publikacjami, eksperymentem i obliczeniami. Doktorant z pewnością będzie potrafił udoskonalić sposób prezentacji wniosków ze swojej pracy, co zresztą każdy z nas doskonali przez cały czas swojej kariery naukowej.

Ocena końcowa rozprawy doktorskiej: na podstawie analizy treści recenzowanej pracy – omawianych problemów badawczych naukowych i aplikacyjnych, zastosowanych metod ich rozwiązania i uzyskanych wyników – stwierdzam, że moja ogólna ocena pracy jest pozytywna. Doktorant podjął aktualną i ważną tematykę badawczą, przedstawił oryginalne podejście do postawionego zagadnienia, wykazał się ugruntowaną wiedzą w dziedzinie syntezy melaminy i jej pochodnych, wykazał kompetencje i umiejętności w prowadzeniu nowoczesnych badań naukowych, posiadających nie tylko wymiar badań podstawowych, ale także – co być może ważniejsze

w aspekcie funkcjonowania firmy produkcyjnej – aplikacyjnych. Uwagi i zastrzeżenia wyszczególnione w recenzji mają głównie na celu zwrócenie uwagi na staranność w opracowywaniu i prezentacji wyników badań oraz podniesienie jakości przyszłych opracowań Doktoranta.

Na podstawie oceny rozprawy doktorskiej Pana mgr. inż. Michała Walczaka pt. „Optymalizacja parametrów procesowych wybranych węzłów instalacji wysokociśnieniowych wytwarzania melaminy" stwierdzam, że przedstawiona do recenzji praca spełnia wymogi stawiane pracom doktorskim określone w art. 187 ust. 1-3 Ustawy Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce, z dnia 20 lipca 2018 r. (Dz. U. 2022, poz. 574 z późn. zm.) i wnoszę do Rady Dyscypliny Inżynieria Chemiczna Politechniki Śląskiej o dopuszczenie mgr. inż. Michała Walczaka od dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Podpisano odręcznie przez autora