



Poznań, 4 listopada 2024 roku

RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Radosława Krzosa

pt. „**Badania procesów deaglomeracji cząstek tlenku tytanu prowadzonych
w urządzeniach przemysłowych**”.

Podstawą prawną sporządzenia niniejszej recenzji jest pismo Pana Profesora dr hab. inż. Tomasza Sosnowskiego – Przewodniczącego Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Chemiczna Politechniki Warszawskiej, z dnia 15 października 2024 roku informujące o powołaniu przez Radę Naukową Dyscypliny Inżynieria Chemiczna uchwałą RNDICh.10-4.2024 mojej osoby na recenzenta rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Radosława Krzosa.

Rozprawa doktorska Pana mgr inż. Radosława Krzosa od samego początku wzbudza bardzo pozytywne wrażenia. Jest nie tylko interesująca, ale także precyzyjnie napisana i zredagowana, z wyraźnie zarysowaną, klasyczną i czytelną strukturą, co ułatwia czytelnikowi poruszanie się po treści. Autor odwołuje się do bogatej literatury przedmiotu, przy czym większość pozycji pochodzi z najnowszych badań, co świadczy o aktualności tematu. Na szczególną uwagę zasługuje widoczne zaangażowanie autora w tematykę badań oraz jego szerokie zainteresowanie zagadnieniami z obszaru inżynierii chemicznej. Co więcej, badania nad procesami deaglomeracji cząstek tlenku tytanu, które są kluczowym elementem pracy, zostały zrealizowane w skali przemysłowej, co dodatkowo podnosi ich praktyczną wartość i znaczenie dla branży.

1. Treść i zakres rozprawy

Niniejsza rozprawa doktorska podejmuje zagadnienie efektywności procesów deaglomeracji i deagregacji cząstek stałych, zwłaszcza tlenku tytanu, w różnorodnych urządzeniach przemysłowych, takich jak mieszalniki, układy typu rotor-stator oraz młyny kulowe. Autor przeprowadził kompleksowe badania, obejmujące zarówno aspekty mikroskopowe, jak i makroskopowe, dążąc do wieloskalowego ujęcia procesu. Zastosowanie metod modelowania matematycznego, w tym technik CFD oraz bilansu populacji, ma na celu

przewidywanie skuteczności działania tych urządzeń, a otrzymane wyniki znajdują bezpośrednie zastosowanie w przemyśle.

W literaturze terminologia dotycząca struktur cząstek jest niejednoznaczna. Niektórzy badacze używają określeń "agregaty" i "aglomeraty" w sposób odwrotny do przyjętego w tej pracy. W pracy autor konsekwentnie stosuje termin „agregaty” w odniesieniu do struktur sztywno połączonych mostkami krystalicznymi, natomiast „aglomeraty” dotyczą cząstek połączonych słabszymi oddziaływaniami, takimi jak siły van der Waalsa, co jest zgodne z odpowiednią normą ISO. Warto podkreślić, że różnica w sile oddziaływań między tymi strukturami prowadzi do różnej wytrzymałości mechanicznej, co jest kluczowe przy wyborze urządzeń do ich rozbijania. W rozprawie omówiono trzy mechanizmy deaglomeracji opisane w literaturze dotyczącej analizowanego zagadnienia: rozgniatanie (ang. shattering), pękanie (ang. rupture) oraz erozję (ang. erosion). Mechanizmy te różnią się intensywnością naprężeń, co bezpośrednio wpływa na sposób rozbijania aglomeratów na cząstki pierwotne lub agregaty. Rozgniatanie prowadzi do całkowitego rozpadu aglomeratów, pękanie zmniejsza ich rozmiar stopniowo, a erozja skutkuje powolnym oderwaniem pojedynczych cząstek.

Autor szczegółowo omawia urządzenia stosowane w procesie rozbijania aglomeratów, w tym maszyny generujące naprężenia hydrodynamiczne, takie jak mieszalniki wyposażone w specjalne mieszadła, układy rotor-stator oraz młyny kulowe. Wprowadzenie technik takich jak zjawisko kawitacji, wykorzystywane w dyszach homogenizujących i ultradźwiękowych, pozwala na bardziej efektywne rozbijanie aglomeratów. Proces deagregacji, wymagający większych naprężeń ze względu na obecność mostków krystalicznych, jest znacznie trudniejszy do zrealizowania i wymaga zastosowania innych urządzeń, takich jak młyny kulowe i trójwalcarki. Badania eksperymentalne przeprowadzone w ramach rozprawy były wsparte zaawansowanymi obliczeniami numerycznymi, co umożliwiło dokładne przewidywanie skuteczności urządzeń przemysłowych w *rozbijaniu cząstek tlenku tytanu*. Opracowane modele uwzględniają różne czynniki, takie jak pola przepływu i rozkłady naprężeń, co pozwala na porównanie wyników eksperymentalnych z przewidywaniami teoretycznymi. Praca ta doskonale wpisuje się w ramy współczesnej inżynierii chemicznej, podejmując tematykę wieloskalowego podejścia do badania procesów przemysłowych. Opracowane przez Autora metody znajdują praktyczne zastosowanie w przemyśle, co nadaje pracy duże znaczenie aplikacyjne. Współpraca z otoczeniem przemysłowym przyczyniła się do wdrożenia wyników badań do realnych procesów technologicznych, co czyni pracę wyjątkowo wartościową z perspektywy zarówno naukowej, jak i przemysłowej.

Celem rozprawy doktorskiej było przeprowadzenie kompleksowych badań nad procesem *rozbijania cząstek tlenku tytanu*, z wykorzystaniem urządzeń przemysłowych, a także stworzenie i walidacja modelu matematycznego tego procesu. Autor podjął się wieloaspektowej analizy, obejmującej zarówno charakterystykę komercyjnie dostępnych proszków tlenku tytanu, jak i badania ich właściwości fizykochemicznych, w tym składu, wielkości cząstek, energii oddziaływań pomiędzy nimi oraz właściwości reologicznych wodnych zawiesin tlenku tytanu. Szczególną uwagę zwrócono na wpływ tych właściwości na przebieg procesów *rozbijania cząstek* w różnorodnych urządzeniach przemysłowych.

Ambitnym celem rozprawy było opracowanie matematycznego modelu *rozbijania cząstek stałych*, z zastosowaniem technik obliczeniowej mechaniki płynów (CFD) i modeli wielofazowych, przy jednoczesnym wykorzystaniu technik bilansu populacji. Tego rodzaju podejście miało na celu dokładne odwzorowanie zjawisk zachodzących podczas *rozbijania cząstek* w urządzeniach przemysłowych, co mogłoby przyczynić się do optymalizacji procesów produkcyjnych i lepszego zrozumienia mechanizmów rozdrabniania materiałów.

Zakres zaplanowanych badań obejmował szerokie spektrum eksperymentów, w tym:

- szczegółową charakterystykę proszków tlenku tytanu, dostępnych komercyjnie,
- badanie reologicznych właściwości wodnych zawiesin proszku tlenku tytanu, co miało na celu zrozumienie ich zachowania w warunkach przemysłowych,
- eksperymentalne badania procesu *rozbijania cząstek* w mieszalniku zbiornikowym wyposażonym w mieszadła generujące wysokie naprężenia ścinające,
- badania z wykorzystaniem układu rotor-stator, który pozwala na intensywne rozdrabnianie cząstek,
- analizę procesu rozdrabniania w młynie kuleczkowym, będącym kolejnym istotnym narzędziem w przemyśle,
- symulacje numeryczne procesu *rozbijania* w różnych urządzeniach przemysłowych, co umożliwiło porównanie wyników eksperymentalnych z danymi teoretycznymi,
- stworzenie i walidację modelu rozpadu cząstek z wykorzystaniem metod bilansu populacji, a także jego weryfikację przy pomocy wyników uzyskanych podczas badań doświadczalnych.

Dzięki tak szerokiemu programowi badawczemu, autor rozprawy podjął się niezwykle trudnego zadania, które wymagało zastosowania nowoczesnych metod badawczych, zarówno eksperymentalnych, jak i numerycznych.

Praca została wykonana w Zakładzie Intensyfikacji Procesów Przemysłowych na Wydziale Inżynierii Chemicznej i Procesowej Politechniki Warszawskiej pod opieką Pana Promotora Prof. dr hab. inż. Łukasza Makowskiego oraz promotora pomocniczego Pana dr inż. Wojciecha Orciucha. Przedstawiona rozprawa doktorska koncentruje się na kluczowym z perspektywy praktyki przemysłowej procesie deaglomeracji cząstek tlenku tytanu. Uzyskane wyniki mogą znacząco wpłynąć na rozwój technologii związanych z przetwarzaniem proszków, zwłaszcza w zakresie optymalizacji procesów rozdrabniania oraz modelowania tych zjawisk przy użyciu zaawansowanych technik matematycznych.

Rozprawa została przedstawiona w postaci 199 stronicowej monografii wydrukowanej przez Politechnikę Warszawską. Praca przedstawiona do recenzji, składająca się z 10 rozdziałów, stanowi spójną monografię, w której elementy teoretyczne i doświadczalne są ze sobą ściśle zintegrowane i nie da się ich oddzielić. Całość poprzedza rozdział zawierający streszczenie pracy w językach polskim i angielskim oraz krótki wstęp. Kończą natomiast podsumowanie, bibliografia oraz spisy rysunków i tabel. Autor nie zamieścił swojego dotychczasowego dorobku naukowego. Tytuł rozprawy oddaje w pełni jej zawartość. Niespełna ośmiostronicowy wstęp (rozdział 1) oraz sformułowane cele badawcze i zakres pracy (rozdział 2) wprowadzają czytelnika w analizowane zagadnienia i w sposób bardzo jasny przedstawiają konieczność podjęcia proponowanych przez Autora badań. Rozdział 3 koncentruje się na charakterystyce proszków tlenku tytanu, obejmując tematykę obrazowania mikroskopowego oraz analizę składu, rozmiarów cząstek i oddziaływań między nimi. W szczególności omówiono właściwości reologiczne zawieszin cząstek stałych w rozdziale 4, co dostarcza cennych informacji na temat ich zachowania w procesach przemysłowych. Następnie, w rozdziałach 5, 6 i 7, zaprezentowano szczegółowe badania nad *rozbijaniem cząstek* w różnych urządzeniach, takich jak mieszalnik, układ rotor-stator oraz młynek kuleczkowy. Autor starannie dokumentuje wyniki tych badań, posługując się tabelami i rysunkami, które są wysokiej jakości i dobrze ilustrują przedstawiane zjawiska. Rozdział 8 poświęcony jest modelowaniu pracy urządzeń przemysłowych w kontekście deaglomeracji, wprowadzając teoretyczne podstawy do praktycznego zastosowania. Rozdział 9 wprowadza techniki bilansu populacji, które służą do modelowania procesu *rozbijania cząstek*, a wyniki teoretycznego modelowania są ściśle powiązane z wynikami wcześniejszych badań eksperymentalnych. Na zakończenie, rozdział 10 podsumowuje najważniejsze wnioski, ukazując znaczenie uzyskanych wyników dla rozwoju technologii związanych z przetwarzaniem proszków. Całość pracy prezentuje zintegrowane podejście do tematu, łącząc różnorodne aspekty badań w sposób przemyślany i konsekwentny. Na końcu pracy Doktorant zawarł spis cytowanej literatury. Przedstawiony przegląd literatury obejmuje 83 pozycje literaturowe, co w opinii recenzenta jest w zupełności wystarczające. Doktorant umiejętnie wybrał oraz przejrzyście przedstawił najważniejsze zagadnienia w obszernej rozprawie. Podsumowując, można stwierdzić, że Autor pracy wykazał się nie tylko solidnym przygotowaniem teoretycznym do przeprowadzonych badań, ale również trafnie uzasadnił potrzebę ich realizacji. Doktorant wnosi istotny element nowości naukowej do aktualnego stanu wiedzy, a jego badania charakteryzują się oryginalnością i znacznym potencjałem praktycznym, szczególnie w kontekście zastosowań technologicznych związanych z przetwarzaniem proszków.

2. Ocena merytoryczna rozprawy – uwagi ogólne

W ramach pracy przeprowadzono szczegółowe analizy składu proszków, które wykazały obecność zanieczyszczeń, głównie w postaci węglanu wapnia. Badania wykazały również, że cząstki tlenku tytanu mają pokrycie powierzchniowe w postaci związków glinu i krzemu. Wykorzystując nowoczesne techniki obrazowania, takie jak skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM), Autor dokonał analizy rozkładów rozmiarów cząstek, co pozwoliło na

zrozumienie struktury aglomeratów i agregatów oraz na ocenę interakcji między cząstkami, takich jak oddziaływania van der Waalsa i elektrostatyczne.

Celem tych badań było nie tylko określenie warunków optymalnych dla *rozbijania cząstek*, ale również zastosowanie nowoczesnych metod pomiarowych i obliczeniowych w kontekście przemysłowym. Istotnym osiągnięciem Autora jest zastosowanie technik CFD (ang. Computational Fluid Dynamics) do modelowania pracy urządzeń dyspergujących. Dzięki tym symulacjom udało się wyznaczyć kluczowe parametry efektywności procesów *rozbijania cząstek*, co może przyczynić się do udoskonalenia istniejących technologii. Należy podkreślić, że przedstawiona tematyka rozprawy doktorskiej wnosi istotny wkład w rozwój wiedzy dotyczącej procesów deaglomeracji cząstek tlenku tytanu prowadzonych w urządzeniach przemysłowych, dlatego podjęte działania badawcze uważam za w pełni uzasadnione.

Stwierdzam, że Pan mgr inż. Radosław Krzosa zrealizowała wszystkie zadeklarowane cele pracy a uzyskane z wykorzystaniem nowoczesnych metod badawczych. Do głównych osiągnięć Doktoranta należy zaliczyć:

- scharakteryzowanie sześciu różnych materiałów tlenku tytanu, co pozwoliło na identyfikację ich specyficznych właściwości,
- przeprowadzenie analizy wpływu parametrów procesowych, takich jak prędkość obrotowa mieszadeł i sposób dozowania proszku, na rozkład rozmiarów cząstek,
- zastosowanie metod reologicznych do oceny właściwości zawiesin, co dostarczyło cennych informacji o ich zachowaniu w procesach przemysłowych,
- opracowanie modeli bilansu populacji dla różnych procesów *rozbijania*, co umożliwiło przewidywanie końcowego rozmiaru cząstek oraz wydatku energetycznego,
- wykazanie, że techniki CFD mogą znacząco wpłynąć na efektywność procesów dyspergowania, co otwiera nowe możliwości w projektowaniu urządzeń.

Przedstawiona tematyka wnosi istotny wkład w rozwój wiedzy dotyczącej technologii *rozbijania cząstek* w przemyśle. Autor nie tylko zrealizował wszystkie zadeklarowane cele pracy, ale także dostarczył praktycznych wyników, które mogą być wykorzystane do optymalizacji procesów przemysłowych. Umożliwia to nie tylko dobór odpowiednich urządzeń oraz kosztów eksploatacyjnych, ale także rozwój nowych rozwiązań technologicznych o większej efektywności procesowej.

3. Ocena strony formalnej rozprawy – uwagi szczegółowe

Recenzowaną rozprawę czyta się z zainteresowaniem. Autor skutecznie wprowadza w temat, a struktura pracy pozwala na łatwe śledzenie argumentacji. Dobrze zorganizowany układ rozdziałów ułatwia zrozumienie poruszanych zagadnień. Praca jest poprawna językowo i wolna od błędów edytorskich. Dbłość o szczegóły, takie jak gramatyka i terminologia, jest widoczna i wpływa na czytelność tekstu. Praca jest również wzorowo przygotowana pod względem formy. przejrzystość wykresów i tabel wspiera analizowane zagadnienia. Dodatkowo autor dobrze odnosi się do literatury przedmiotu, wskazując na istniejące badania i krytycznie je analizując. To potwierdza jego znajomość tematu i umiejętność prowadzenia dyskusji.

Drugą grupę stanowią uwagi o charakterze merytorycznym. W tym przypadku oczekuję wyjaśnień Doktoranta podczas publicznej obrony pracy doktorskiej.

- W niniejszym opracowaniu Recenzent pozwolił sobie na zastosowanie skrótu myślowego używanego w całej pracy przez Autora tj. „*proces rozbijania cząstek tlenku tytanu*” – choć właściwa nazwa chemiczna substancji to ditlenek tytanu, a rozbijane były aglomeraty/agregaty ditlenku tytanu. Wybór terminologii ma tutaj istotne znaczenie, zwłaszcza w kontekście prac naukowych, gdzie precyzja językowa odgrywa kluczową rolę. Użycie skrótu myślowego, jak „*rozbijanie cząstek tlenku tytanu*” zamiast „*rozbijanie aglomeratów/agregatów ditlenku tytanu,*” może wprowadzać niepotrzebne uproszczenia, które zaciemniają faktyczne procesy zachodzące w badaniach. O ile użycie „*cząstek tlenku tytanu*” jest powszechne w języku potocznym i może być bardziej zrozumiałe dla szerszego grona odbiorców, w pracy naukowej warto jednak posługiwać się bardziej precyzyjnymi określeniami. Jakie jest Pana zdanie na ten temat?
- Czy Pana zdaniem podana liczba cząstek pierwotnych tj. od 169 do 326 (str. 36) nie jest zbyt mała, aby przeprowadzić dalszą analizę (histogramy, dopasowanie rozkładu)? Czy tak mała liczba nie skutkuje dużymi błędami w analizie?
- Czy zdaniem Doktoranta zamiast pojęcia „lepkość pozorna” można byłoby użyć pojęcia „lepkość”? Czy wyznaczone modele reologiczne (str. 66) są słuszne w całym zakresie zmienności szybkości ścinania? Różnice wydają się być istotne, gdyż obserwowane lepkości przy szybkości ścinania bliskiej 1 s^{-1} są o rząd wielkości niższe niż uzyskane z modelu.

Powyższe uwagi, poczynione z obowiązku recenzenta, w najmniejszym stopniu nie podważają wartości poznawczej i aplikacyjnej rozprawy, a stanowią jedynie podstawę do merytorycznej dyskusji podczas publicznej obrony pracy doktorskiej. W mojej opinii przedstawiony w rozprawie materiał spełnia wymogi stawiane rozprawom doktorskim.

4. Podsumowanie i wniosek końcowy

Uwzględniając aktualność podjętej tematyki rozprawy, trafność zdefiniowanego celu oraz poprawność wnioskowania, pozytywnie oceniam rozprawę doktorską pt. „Badania procesów deaglomeracji cząstek tlenku tytanu prowadzonych w urządzeniach przemysłowych”. Złożoność problemów z jakimi spotkał się Doktorant realizując recenzowaną rozprawę oraz ich wielowątkowość wymagała wiedzy teoretycznej i praktycznej niezbędnej do prowadzenia badań eksperymentalnych (zarówno w skali laboratoryjnej, jak i przemysłowej) oraz ogromnego nakładu pracy. Sposób zaplanowania i prowadzenia badań, jak również forma przedstawienia uzyskanych wyników oraz ich analiza świadczą o dużej wiedzy oraz kompetencjach. Uważam, że Doktorant zrealizowała założony cel swojej pracy.

Reasumując stwierdzam, że recenzowana przeze mnie praca doktorska Pana mgr inż. Radosława Krzosa spełnia podstawowe wymagania stawiane doktoratom w dziedzinie nauk inżyniersko-technicznych i tym samym wnoszę do Wysockiej Rady Dyscypliny Inżynierii Chemicznej Politechniki Warszawskiej o dopuszczenie Pana mgr inż. Radosława Krzosa do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

POLITECHNIKA POZNAŃSKA
WYDZIAŁ TECHNOLOGII CHEMICZNEJ
INSTYTUT TECHNOLOGII I INŻYNIERII CHEMICZNEJ



PROF. DR HAB. INŻ. MAREK OCHOWIAK
KIEROWNIK ZAKŁADU INŻYNIERII I APARATURY CHEMICZNEJ



prof. dr hab. inż. Marek Ochowiak
WYDZIAŁ TECHNOLOGII CHEMICZNEJ
Instytut Technologii i Inżynierii Chemicznej
ul. Berdychowo 4, 61-131 Poznań, tel. +48 61 665 2789
e-mail: marek.ochowiak@put.poznan.pl, www.put.poznan.pl

Uzasadnienie wniosku o wyróżnienie

rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Radosława Krzossy
pt. „Badania procesów deaglomeracji cząstek tlenku tytanu prowadzonych
w urządzeniach przemysłowych”.

Uważam, że ze względu na istotne elementy nowości naukowej, pomyślnie zrealizowany bardzo obszerny program badawczy, wielowątkowość badań, przejrzysty sposób opracowania dużej liczby uzyskanych wyników oraz duże ich znaczenie praktyczne praca zasługuje na wyróżnienie. Na podkreślenie zasługuje też bogaty dorobek publikacyjny Autora obejmujący łącznie 19 wartościowych publikacji, wśród których należy wymienić dwa artykuły opublikowane w Powder Technology i w Pharmaceutics.

POLITECHNIKA POZNAŃSKA
WYDZIAŁ TECHNOLOGII CHEMICZNEJ
INSTYTUT TECHNOLOGII I INŻYNIERII CHEMICZNEJ

PROF. DR HAB. INŻ. MAREK OCHOWIAK
KIEROWNIK ZAKŁADU INŻYNIERII I APARATURY CHEMICZNEJ