

dr hab. inż. Jerzy Łabaj, prof. nzw. Pol. Śl.
Instytut Technologii Metali
Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii
Politechnika Śląska
Ul. Krasińskiego 8
40-019 Katowice

Katowice, 28.08.2016r.

RECENZJA

**rozprawy doktorskiej mgr inż. Tomasza Sak
pt.: „Gęstość i napięcie powierzchniowe stopów z układu Cu-Pb-Fe”
pod kierunkiem: Promotora: Dr hab. Stanisława Pietrzyka, prof. nzw.**

Wykonana na zlecenie Rady Wydziału Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie

Prezentowana tematyka opiniowanej pracy doktorskiej dotyczy zagadnienia związanego z określeniem właściwości fizyko-chemicznych stopu Cu-Pb-Fe powstającego w trakcie odmiedziowania żużla po procesie otrzymywania miedzi w procesie zawieszinowym. Proces odmiedziowania żużla prowadzony jest w sposób cykliczny przy znacznym zużyciu reduktora oraz energii, która jest niezbędna do wyekstrahowania metalu.

Przekłada się to w bezpośredni sposób na koszty otrzymywania miedzi. Z tego względu wszelkie działania badawcze mające na celu intensyfikację i optymalizację procesu mają uzasadnienie. Poznanie właściwości fizyko-chemicznych stopów Cu-Pb-Fe, a także określenie zjawisk zachodzących na granicy faz, w warunkach zbliżonych do przemysłowych, jest z tego punktu widzenia bardzo ważne.

Recenzowana rozprawa doktorska ma typowy układ dla tego rodzaju prac i logicznie prowadzi przez tok rozumowania autora. Praca zawiera się na 182 stronach w 7 rozdziałach, w których umieszczono 102 rysunki i 33 tabele. Na wstępie pracy Doktorant scharakteryzował w sposób syntetyczny źródło i potrzeby związane z koniecznością podjęcia prezentowanego tematu pracy. Przegląd aktualnej literatury, zawiera szczegółowy opis dotychczasowego stanu wiedzy w obszarze technik wykonywania pomiarów gęstości i napięcia powierzchniowego oraz modelowania napięcia powierzchniowego ciekłych metali

i stopów. Kolejny rozdział „Metodyka badań” zawiera cel i zakres pracy oraz opis metodyki i aparatury stosowanej w badaniach.

Do zrealizowania sformułowanego celu Doktorant przyjął i zrealizował merytorycznie szeroki i ambitny zakres pracy o wartości poznawczej i praktycznej, bazujący na nowoczesnych metodach badań procesów wysokotemperaturowych.

W rozdziałach 4 i 5, autor przedstawia wyniki badań i ich interpretację. W rozdziale 6 Autor zawarł Dyskusję wyników, która jest bardzo ważnym elementem dysertacji naukowych, w których uwypuklona zostaje umiejętność interpretacji wyników oraz sposobu ich uogólnienia. W rozdziale 7 przedstawiono wnioski. W zestawieniu bibliograficznym znajdują się 133 pozycje, z czego 1 jest współautorstwa Doktoranta. Zakres tematyczny przytoczonej literatury jest właściwy dla realizacji pracy, a przeprowadzona analiza źródeł jest wyczerpująca.

Praca odznacza się bardzo starannym opracowaniem redakcyjnym, oryginalnym materiałem faktograficznym przedstawionym w bardzo czytelnej formie w postaci tabelaryzowanej i graficznej. Rozprawa jest napisana poprawnym językiem. Stosowana terminologia techniczna nie budzi zastrzeżeń. Stronę edycyjną charakteryzuje wysoki poziom techniczny i logiczny układ treści. Doktorant na wstępie pracy zamieścił licznie stosowane symbole i oznaczenia, które ułatwiają zrozumienie treści.

W swojej recenzji odniosę się do poszczególnych rozdziałów pracy osobno. Zapoznając się z częścią literaturową pracy muszę stwierdzić, że Autor dokonał dogłębnej analizy metod pomiaru gęstości i napięcia powierzchniowego oraz przeprowadził modelowanie napięcia powierzchniowego ciekłych roztworów metali uwzględniając zjawisko rozwarstwienia w fazie ciekłej układu Cu-Pb-Fe.

Omówione zostały metody pomiaru gęstości w oparciu o prawo Archimedesesa, metody piknometryczne, dylatometryczne, wykorzystujące maksymalne ciśnienie w pęcherzyku gazowym oraz metody oparte na analizie zmian geometrycznych konturu leżącej lub lewitującej kropli. W mojej opinii w dysertacji naukowej opis metod pomiarowych niestosowanych w pracy nie wnosi nic nowego i jest zbędny. Natomiast brakuje części, która w jasny sposób przedstawiałaby uzasadnienie wyboru danej metody pomiarowej w odniesieniu do zalet i wad innych. W podobny sposób charakteryzuje się opis metody pomiaru napięcia powierzchniowego.

Analizując część badawczą pracy należy stwierdzić, że zawiera ona, przedstawiony w sposób jasny i czytelny, cenny materiał doświadczalny, poszerzający istniejącą bazę danych fizykochemicznych. Omówiony w pracy zakres badań obejmował:

- pomiar gęstości stopu Cu-Fe o zawartości żelaza $X_{Fe}=0,1$ w zakresie temperatur 1573-1773K
- pomiary gęstości i napięcia powierzchniowego stopów Cu-Pb o zawartości ołowiu $X_{Pb}=0,1; 0,2; 0,3$ w zakresie temperatur 1293-1573K
- pomiary gęstości i napięcia powierzchniowego stopów Cu-Pb-Fe o stałej zawartości miedzi $X_{Cu}=0,9; 0,8; 0,7$ w zakresie temperatur 1313-1623K
- przeprowadzenie obliczeń modelowych gęstości i napięcia powierzchniowego oraz porównanie ich z wynikami własnymi pomiarów dla stopów Cu-Fe, Cu-Pb i Cu-Pb-Fe.

Podstawową zaletą pracy jest kompleksowe podejście do rozwiązania przedstawionego problemu łączące pomiar gęstości oraz napięcia powierzchniowego wraz z analizą termodynamiczną charakteryzującą obszar międzyfazowy. Praca ma zatem walory poznawcze jak i aplikacyjne z zakresu optymalizacji prowadzonego w piecu elektrycznym procesu odmiedziowania żużla zawieszinowego i otrzymywania stopu Cu-Pb-Fe.

Stwierdzam, że Doktorant wykazał się bardzo dobrym rozeznaniem w zakresie rozprawy umiejętnie wykorzystując swoją wiedzę z zakresu prowadzenia badań właściwości fizykochemicznych ciekłych stopów - oddające złożone warunki procesu odmiedziowania żużla zawieszinowego. Mgr inż. Tomasz Sak zrealizował szeroki, jasno zaprezentowany program badań, opanował w bardzo dobrym stopniu specjalistyczne metody badawcze, umiał je właściwie zastosować, a uzyskane wyniki poprawnie zinterpretować i w sposób przekonujący opracować wnioski wynikające z pracy.

Oprócz niewątpliwych zalet, rozprawa zawiera pewne elementy, które powinny być wyjaśnione przez Doktoranta w trakcie obrony:

- w oparciu o jakie kryteria dobrano składy chemiczne stopów dwu składnikowych i trójskładnikowych,
- zaproponowanie różnych zakresów temperaturowych badań powoduje, że porównanie wyników może stanowić problem. W jaki sposób Doktorant uwzględnił ten fakt w interpretacji wyników.

- z czego wynika stosowanie różnej dokładności w zapisie wyników dla gęstości i dla napięcia powierzchniowego (np. tab. 12).
- w zapisie wyników gęstości (tab. 14-16, str. 113-115) oraz wyników napięcia powierzchniowego (tab. 21-23, str. 135-137) nie uwzględniono zapisu ułamka molowego ołowiu, jakie jest uzasadnienie,
- uwaga: w przypadku cytowania, po kolei, wielu pozycji literaturowych – uzasadnione jest aby zapisać pierwszą i ostatnią pozycję rozdzieloną myślnikiem (str. 124, 154)
- str. 127, rys. 81 – opis rysunku odbiega od przyjętego w pracy formatu,
- wyjaśnienia wymaga na str. 131 użyte sformułowanie: „Obliczono, że po eksperymencie, w wyniku odparowania ołowiu z próbki skład stopu zmienił się nieznacznie” – czy wykonano analizy chemiczne badanych próbek?
- str. 131. zamieszczono równanie (równania) bez przyporządkowania numerowego,
- czy przedstawiona w pkt. Dyskusja wyników, argumentacja dotycząca zmian składu chemicznego w warstwie przypowierzchniowej znajduje potwierdzenie np. w analizach chemicznych badanych stopów?
- we wniosku nr 1 Autor posługuje się stwierdzeniem, że „Wyznaczone wartości wykazują dobrą zgodność z wynikami innych autorów” – co to oznacza, na jakiej podstawie zostało to określone
- uwaga: używanie stwierdzeń, które są ogólnie znane, nie powinno być explicite wnioskiem z pracy (np. gęstość maleje wraz z temperaturą, etc). Jeżeli Autor uważa to za ważne osiągnięcie w pracy, powinien przedstawić wartości liczbowe, które tym zmianom towarzyszą.

Ponadto drobne uwagi edycyjne, które zostały odnotowane w tekście rozprawy nie obniżają wartości merytorycznej pracy i uważam je za mało istotne niewymagające wyjaśnień.

5 Wniosek końcowy

Podsumowując moją opinię pragnę stwierdzić, że zadanie naukowe jakie sobie postawił do wykonania Autor rozprawy jest trudne ze względu na konieczność realizacji skomplikowanych eksperymentów w warunkach wysokiej temperatury.

Wykazał się przy tym bardzo dobrą wiedzą z zakresu chemii fizycznej oraz metalurgicznej inżynierii procesowej. Praca zawiera obszerny zakres badań o charakterze poznawczym jak i utylitarnym zmierzającym do zaproponowania optymalnych warunków pozwalających na

intensyfikację i optymalizację procesu odmiedziowania żużła zawiesinowego przy otrzymywaniu stopu Cu-Pb-Fe.

Dokonując ostatecznie oceny pracy doktorskiej mgr inż. Tomasza Saka stwierdzam z pełnym przekonaniem, że spełnia ona warunki „Ustawy o stopniach naukowych oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki” dlatego wnoszę o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

A handwritten signature in blue ink, appearing to be 'T. Saka', written in a cursive style.