

**Recenzja rozprawy doktorskiej Pani
mgr inż. Katarzyny Kaczyńskiej
pt. „Badania możliwości termicznego wzbogacania minerałów ilastych w
warstwie fluidalnej”**

Podstawą formalną niniejszej recenzji jest Uchwała nr 36//2022/2023 Rady Dyscypliny Naukowej „Inżynieria Mechaniczna” Politechniki Częstochowskiej z dnia 29 czerwca 2023 oraz pismo Kierownika Dyscypliny „Inżynieria Mechaniczna” Politechniki Częstochowskiej, Pana dr. hab. inż. Janusza Szmidla, prof. uczelni z dnia 11 września 2023.

Recenzowana rozprawa Pani mgr inż. Katarzyny Kaczyńskiej pt. „Badania możliwości termicznego wzbogacania minerałów ilastych w warstwie fluidalnej” została napisana pod kierunkiem promotora Pana dr. hab. inż. Piotra Pełki, prof. Politechniki Częstochowskiej.

Praca poświęcona jest opracowaniu i zbadaniu możliwości stosowania metody termicznego wzbogacania minerałów ilastych w warstwie fluidalnej, materiałów, które są podstawowymi składnikami wyrobów ogniotrwałych. Zaproponowana metoda wykorzystuje technologię fluidalną, która umożliwia kalcynowanie wzbogaconych granulatów, dając przy tym możliwość regulowania składu chemicznego i standaryzacji produktów na potrzeby odbiorcy. W pracy ustalono również warunki przebiegu kalcynacji, co pozwoliło na obniżenie energochłonności procesu wynikającej z obniżenia temperatury wypalania.

Należy zaznaczyć już na wstępie, że zakres pracy był szeroki i objął eksperymentalne badania możliwości kalcynowania granulowanego wzbogaconego materiału ilastego w warstwie fluidalnej oraz badania eksperymentalne kalcynacji fluidalnej w reaktorze zasilanym paliwem węglowym.

Praca wymagała szeregu badań laboratoryjnych, analiz oraz wskazania kierunku technologicznego, mającego wymiar zarówno użytkowy, jak i naukowy.

Zasadność podjęcia tematyki

Kalcynacja surowców ilastych jest ważnym procesem stosowanym w produkcji szeregu materiałów np. ogniotrwałych, ściernych, farb, papieru i innych,

wykorzystywanych w przemyśle ceramicznym, budowlanym, chemicznym, spożywczym i medycznym. Proces ten można przeprowadzić przy użyciu wielu technik. Obecne metody obejmują najczęściej kalcynację statyczną (piece muflowe, szybowe) i rotacyjną (piece obrotowe). Temperatura kalcynacji przy wykorzystaniu obu tych technologii utrzymywana jest na poziomie około 1000°C. Najprostsza metoda kalcynacji, tj. przy wykorzystaniu pieca muflowego, jest rekomendowana dla niewielkich ilości surowców ilastych, głównie do użytku laboratoryjnego, ze względu na ryzyko wysoce nierównomiernego rozkładu temperatury w materiale kalcynowanym. Podobne problemy z równomierną kontrolą temperatury występują podczas kalcynacji materiału w piecu szybowym. W przemyśle materiałów ogniotrwałych surowce ilaste są powszechnie używane jako nośnik tlenku aluminium, stanowiący o ogniotrwałości wytwarzanych wyrobów. Surowce ilaste ze swojej natury zawierają wodę strukturalną, która stanowi w nich tzw. „stratę prażenia”. Woda strukturalna minerałów ilastych oddziela się z ich składu w temperaturze 600 - 850°C, co wymaga znacznej ilości energii cieplnej. Zrozumiałe jest więc zainteresowanie surowcami kalcynowanymi, w których nie ma wody strukturalnej, węgla oraz węglanów, a ich produkcja i stosowana technologia jest efektywna i ekonomiczna.

Wykorzystanie fluidyzacji pozwala na lepszą kontrolę temperatury oraz zapewnia lepsze warunki wymiany ciepła i masy. Pozwala znacznie skrócić czas potrzebny na przeprowadzenie procesu kalcynacji oraz na uzyskanie dobrej jakości produktu. Należy zauważyć, że procesy spalania fluidalnego zostały szeroko rozpoznane w aspekcie zastosowania tej technologii w kotłach energetycznych (kotły fluidalne). Jednak procesy fluidalnego wypalania materiałów niepalnych są dotychczas mało poznane, szczególnie w kontekście ciągłego zasilania reaktora fluidalnego.

Uwzględniając powyższe, pozytywnie oceniam podjętą tematykę badawczą i oryginalność rozwiązania problemu badawczego. Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska dotyczy ważnego i aktualnego zagadnienia: termicznego wzbogacania minerałów ilastych w warstwie fluidalnej.

Charakterystyka i struktura rozprawy

Recenzowana praca obejmuje w sumie 169 stron tekstu wraz ze streszczeniem w języku polskim i angielskim. Praca zawiera 75 rysunków (w tym

również zdjęć prezentujących proces badawczy), 24 tabele oraz bibliografię liczącą 112 pozycji. Omawiana praca ma typowy układ i zawiera następujące części składowe: wprowadzenie, przegląd literatury (rozdział 1), tezy pracy (rozdział 2), cel i zakres pracy (rozdział 3), część eksperymentalną (rozdziały 4 – 6), wnioski (rozdział 7), spisy tabel, rysunków, bibliografię oraz streszczenia. Rozdziały dotyczące przeglądu literatury, tez, celu i zakresu pracy, przeprowadzonych badań oraz wniosków zostały ponumerowane.

We wprowadzeniu Autorka zarysowała zagadnienie, którym się zajęła, uzasadniając wybór kierunku realizacji podjętego tematu. Przedstawiła krótki rys historyczny, ogólnie omówiła problem wykorzystania kopalin ilastych oraz wymieniła szereg technologii, w których mają one zastosowanie.

Rozdział pierwszy to szeroko omówiony przegląd literatury. W podrozdziale 1.1 Doktorantka dokonała analizy materiałów ilastych, ich klasyfikację, opisała miejsca wydobycia, zastosowanie i właściwości. Następnie w pracy zbadała stan dotychczasowej wiedzy dotyczący przeróbki i wzbogacania surowców ilastych. W podrozdziale 1.3 Autorka pracy przedstawiła analizę parametrów kalcynacji różnych surowców ilastych, a w punkcie 1.4 dokonała przeglądu technologii i stosowanej aparatury. Uwzględniła przy tym technologie innowacyjne, w szczególności wykorzystujące proces fluidyzacji. Wyniki przeprowadzonych przez nią analiz dowiodły, że przeprowadzona w skali laboratoryjnej kalcynacja w złożu fluidalnym jest wydajną technologią aktywacji termicznej, prowadzoną w celu uzyskania kalcynowanego kaolinu o doskonałych właściwościach. Proces ten wymaga jednak utrzymania odpowiedniego reżimu temperaturowego. Podczas badań literaturowych wykazała również możliwość stosowania kalcynatora ze złożem fluidalnym do aktywacji termicznej ilów oraz wskazała na uruchomienie pilotażowej i demonstracyjnej instalacji do produkcji pucolany.

Widać, że Doktorantka dokonała na tym etapie pracy właściwego przeglądu dostępnych w literaturze treści oraz, że podjęty przez nią temat jest kontynuacją i rozszerzeniem badań opisanych w analizowanych źródłach.

Przedstawione w rozdziale drugim tezy pracy doktorskiej poprzedza krótki wstęp, mający formę podsumowania badań literaturowych. Tezy pracy zostały przedstawione w siedmiu podpunktach w sposób czytelny i poprawny, choć uważam, że bardziej właściwe byłoby zmniejszenie ich ilości.

Zapisany w rozdziale trzecim cel pracy jest sformułowany zwięźle, ale poprawnie. Uzupelniony jest o podanie zakresu badań eksperymentalnych, co ułatwia jego uszczegółowienie. Zakres pracy przedstawiono w sposób przejrzysty i wyczerpujący.

Badania eksperymentalne opisane w rozdziałach 4 – 6 Doktorantka przeprowadziła wykorzystując: przecierak sitowy posuwistoobrotowy do granulowania surowca, stanowisko eksperymentalne, którego głównym elementem była kolumna fluidyzacyjnej oraz termograwimetryczny analizator wilgoci LECO. Analizę ziarnową wykonała za pomocą automatycznego analizatora wielkości cząstek AWK Drop Particle Analyzer. Ciepło spalania paliwa zostało wyznaczone za pomocą półautomatycznego kalorymetru LECO AC600. Analiza elementarna stosowanych paliw została zrealizowana na analizatorze elementarnym CHNSO serii FlashSmart, producent: Thermo Scientific.

W rozdziale czwartym pt. „Eksperymentalne badania możliwości kalcynowania granulowanego wzbogaconego materiału ilastego w warstwie fluidalnej“, na początku, przedstawiono przedmiot badań, opisano proces wzbogacania surowca, metodę wytwarzania granulatu do fluidyzacji, charakterystykę materiałów badawczych oraz analizę ich właściwości. Następnie wyznaczono parametry procesu fluidyzacji i zweryfikowano ich wartość na podstawie badań wstępnych. W kolejnej części rozdziału opisano metodykę badawczą i zakres zmian parametrów procesowych oraz stanowisko eksperymentalne, a następnie przedstawiono wyniki badania kalcynacji fluidalnej granulatów ilastych w reaktorze fluidalnym.

W rozdziale piątym Doktorantka opisała badania dotyczące wpływu wilgotności granulowanego materiału ilastego na proces kalcynacji fluidalnej. Wybrała do nich dwa materiały różniące się od siebie składem granulometrycznym. Parametry fluidyzacji obliczyła, podobnie jak w poprzednich badaniach, przyjmując tym razem wartość średnicy zastępczej na podstawie analizy sitowej. Badania przeprowadziła w temperaturze otoczenia oraz dla trzech temp. z zakresu 650-850 C. Stabilny proces fluidyzacji uzyskała dla materiału po kalcynacji o uziarnieniu poniżej 3mm i ten materiał został zakwalifikowany do dalszych badań. Przeprowadzone eksperymenty pozwoliły, dla każdej przeprowadzonej próby, określić stopień kalcynacji, straty prażenia oraz wyznaczyć prędkość fluidyzacji. Autorka wyznaczyła również składy granulometryczne kalcynatów.

W ostatniej, eksperymentalnej części pracy podjęta została analiza możliwości termicznej przeróbki granulatów ilastych w reaktorze fluidalnym zasilanym paliwem węglowym. Podczas badań eksperymentalnych kalcynacji granulatu wzbogaconego B2 w reaktorze zbadano wpływ: rodzaju węgla, jego uziarnienia oraz jego składu granulometrycznego na proces i uzyskany produkt końcowy. Podczas badań wykorzystano dwa rodzaje paliwa węglowego: węgiel kamienny typ 31.2 (płomienny) oraz antracyt. Badania oraz analizę wyników przeprowadzono zgodnie z metodologią opisaną we wcześniejszych rozdziałach eksperymentalnych.

W rozdziale siódmym przedstawiono wnioski, będące podsumowaniem pracy. Rozdział ten ma formę krótkiego wstępu oraz 14 wniosków. W wyniku przeprowadzonych w ramach pracy badań doktorantka udowodniła, że proces granulacji materiału ilastego umożliwia uzyskanie materiału o zmiennych parametrach ilościowych i jakościowych. Pozwala to na sterowanie procesem kalcynacji, a przez to na otrzymanie produktu końcowego o różnych właściwościach wymaganych przez ich odbiorców. Uzyskane wyniki dowodzą, że kalcynowanie wysokoglinowych granulatów ilastych w warunkach fluidalnych jest możliwe, przy zachowaniu składu granulometrycznego materiału z zakresu 0,25 - 3,0 mm, w temperaturze 650-850°C. Bardzo dobre rezultaty otrzymano dla granulatów nieprzekraczających 5% wilgotności. W niektórych próbach uzyskano stopień kalcynacji bliski 100%. We wnioskach stwierdzono również, że paliwa stałe, takie jak antracyt i węgiel energetyczny mogą być stosowane w procesie kalcynacji fluidalnej materiałów ilastych.

Przy braku zastrzeżeń do warstwy merytorycznej przedstawionych wniosków, moje zastrzeżenie budzi forma ich prezentacji. Uważam za zbędne powoływanie się w tej części pracy na doniesienia innych autorów. Ponadto uważam, że wnioski powinny być zredagowane w mniejszej ilości podpunktów.

Wartość naukowa i aplikacyjna rozprawy

Przedstawiona rozprawa doktorska charakteryzuje się poprawną strukturą logiczną, zachowana jest prawidłowa kolejność rozdziałów oraz proporcje pomiędzy nimi, pozwalające na łatwe śledzenie metodyki badań i wyników prac. Napisana jest w sposób czytelny, jasny i precyzyjny.

Oceniając całość rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Katarzyny Kaczyńskiej należy powiedzieć, że:

1. Temat rozprawy jest jasno sprecyzowany i jego wybór wystarczająco uzasadniony.
2. Dobór literatury jest wyczerpujący, zgodny z profilem pracy, zakresem i podjętą tematyką.
3. Rozprawa ma poprawną strukturę, zachowaną prawidłową kolejność rozdziałów, kompletność celów, tez i uzasadnione wnioski.
4. Dobrze jest opracowana metodyka badawcza, opisana szeroko i merytorycznie, a jednocześnie jasna i pozwalająca łatwo śledzić skomplikowany temat badawczy.
5. Praca ma charakter innowacyjny, technologiczny, wielowątkowy, a badania laboratoryjne pozwoliły na twórcze rozwinięcie zagadnień technologicznych i uzyskanie praktycznych wyników, pozwalających na wykorzystanie uzyskanych rezultatów.
6. Praca stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego.
7. Duża wartość aplikacyjna pracy pozwala na wdrożenie praktycznych rozwiązań w zakresie termicznego wzbogacania minerałów ilastych w warstwie fluidalnej.
8. Uzyskane wyniki badań potwierdziły postawione tezy oraz pozwalają wnioskować, że zrealizowany został cel pracy
9. Osiągnięte w pracy wyniki i rezultaty, potwierdzone również publikacjami, można uważać za istotne i liczące się w dyscyplinie: inżynieria mechaniczna.

Opracowany plan badań, przeprowadzone analizy, opis doświadczeń oraz kompletność tez i wniosków świadczą o dojrzałości naukowej Doktorantki oraz o kompletności i rzetelności wykonanej pracy. Omawiana problematyka ma duże znaczenie zarówno poznawcze, jak i użytkowe.

Praca napisana jest w sposób zwarty, widać w niej dbałość o poprawność językową i stylistyczną, ma jednak nieliczne błędy literowe, gramatyczne, interpunkcyjne oraz stylistyczne.

W trakcie czytania pracy nasunęły mi się następujące uwagi krytyczne i pytania:

Uwagi krytyczne:

1. W pracy brak jest wykazu symboli.

2. Wyniki badań przedstawione na rys. 12-19, 29-35, 38-39, 41, 60, 73-75 byłyby bardziej czytelne, gdyby zmieniono skalę oraz jednostkę osi x. Opis osi y tzn. „przechodzi” powinien również być zmieniony.
3. Na schemacie blokowym zamieszczonym na rys. 9 konsekwentnie powinno się zamieszczać nazwę procesu albo nazwę aparatu a nie zamiennie.
4. Autorka pracy używa zwrotów potocznych np.: wilgoć - zamiast wilgotność (tab.5), utrata wagi – zamiast utrata masy, a niekiedy wyrażeń, których znaczenia domyślamy się z kontekstu (np.: „zmniejszyć rozkład ziaren”, „podwyższony unos”). Są one nieprecyzyjne lub mają inne znaczenie.
5. Uważam, że informacje dotyczące wyników badań procesu fluidyzacji zrealizowanych przez innych autorów powinny być częścią rozdziału pierwszego (zwłaszcza, że taki podrozdział w części literaturowej się znajduje), a nie rozdziału czwartego, który ma charakter doświadczalny.
6. Opis osi y na rysunku 62 jest nieprawidłowy, powinno być napisane „procentowa zmiana masy” a nie „masa”, zwłaszcza, że podaną jednostką są procenty.
7. W opisie wzorów 27-32 podano, że zależności te dotyczą zapotrzebowania na ciepło, tymczasem pozwalają one obliczyć wartość strumienia ciepła. Ta sama uwaga dotyczy rys. 69.
8. Spiekanie i aglomeracja to procesy, które nie są tożsame (str. 22)
9. W bibliografii powinni być podani autorzy pozycji 83.

Pytania:


10. Czy miała Pani możliwość zastosowania aplikacyjnego zaproponowanych rozwiązań w praktyce i czy istnieje możliwość wykonania przedstawionych badań przynajmniej w skali półtechnicznej?
11. Jakie są koszty zaproponowanego rozwiązania? Czy podejmowała Pani próbę ich kalkulacji? Czy można byłoby porównać koszty zakupu instalacji tradycyjnej i wykorzystującej proces fluidyzacji? Czy można porównać koszty eksploatacyjne z innymi znanymi technologiami?
12. Czy możliwe jest na etapie przygotowania surowców stosowanie innych technologii granulacji materiałów drobnoziarnistych?
13. Czy nowatorskie rozwiązanie polegające na wcześniejszym przygotowaniu granulatów ilastych zostało zgłoszone jako wniosek patentowy do UPRP?

Moje uwagi i pytania nie umniejszają wartości naukowej przedstawionego opracowania.

Podsumowanie

Praca stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego. Doktorantka dowiodła umiejętności samodzielnego prowadzenia pracy naukowej poprzez zaplanowanie eksperymentu, postawienie tez badawczych, prowadzenie badań i wnioskowanie z przeprowadzonych badań.

W świetle powyższego stwierdzam, że przedstawiona do oceny rozprawa doktorska Pani mgr inż. Katarzyny Kaczyńskiej, przygotowana pod opieką promotorską Pana dr. hab. inż. Piotra Pełki, prof. Politechniki Częstochowskiej, spełnia wszystkie wymogi stawiane pracom doktorskim **Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2018 poz. 1668 z późn. zm.)** i wnoszę o dopuszczenie Pani mgr inż. Katarzyny Kaczyńskiej do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora **nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie Inżynieria Mechaniczna.**



Łódź 11.11.2023

dr hab. inż. Andrzej Obraniak prof. PŁ