

Warszawa, dn. 29 września 2023 r.

Dr hab. inż. Agnieszka Machowska  
Wydział Instalacji Budowlanych  
Hydrotechniki i Inżynierii Środowiska  
Politechnika Warszawska

## **Recenzja**

**rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny Kaczyńskiej**

**pt.: „*Badania możliwości termicznego wzbogacania minerałów ilastych w warstwie fluidalnej*”**

wykonanej pod kierunkiem

**dr hab. inż. Piotra Pełka, prof. PCz**

### **1. Podstawy opracowania recenzji**

Podstawę formalną opracowania recenzji stanowi pismo o znaku R-WIMil-BOD-510-2/20 z dn. 27 lipca 2023 r. Kierownika dyscypliny naukowej Informatyka Techniczna i Telekomunikacja Wydziału Inżynierii Mechanicznej i Informatyki Politechniki Częstochowskiej, Pana prof. dr hab. inż. Roberta Nowickiego zawierające zlecenie wykonania niniejszej recenzji oraz Uchwała Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Częstochowskiej nr 36/2022/2023 z dn. 29 czerwca 2023 r.

Podstawę merytoryczną opracowania recenzji stanowi załączony do pisma kompletny tekst rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny Kaczyńskiej pod tytułem jak wyżej.

Podstawę prawną recenzji stanowi Ustawa z dn. 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. poz. 1668 z późn. zm.).

### **2. Ocena rozprawy doktorskiej**

#### **2.1. Ogólna charakterystyka rozprawy**

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska ma charakter studialno-badawczy. Rozprawa została napisana w języku polskim i zaprezentowana w formie książkowej formatu

A4 na 167 stronach, które obejmują zasadniczą część rozprawy składającą się z wprowadzenia i 7 rozdziałów (145 stron), z których 1 rozdział stanowi część studialną, 1 rozdział – tezy pracy, 1 rozdział – cel i zakres pracy, 3 rozdziały stanowią część badawczą zawierającą wyniki badań własnych, ich interpretację i analizę, a w ostatnim rozdziale przedstawiono wnioski. Ponadto rozprawa zawiera wykaz tabel (2 strony), wykaz ilustracji (4 strony), wykaz literatury (10 stron), streszczenie w języku angielskim (3 strony), streszczenie w języku polskim (3 strony) oraz oświadczenie autorki o samodzielnym napisaniu rozprawy doktorskiej. Przedstawiony w rozprawie wykaz literatury zawiera 112 pozycji, wśród których znajdują się 2 publikacje współautorstwa doktorantki, które są tematycznie związane z zakresem merytorycznym rozprawy doktorskiej. Wśród cytowanych pozycji literatury znajdują się 4 normy – 3 normy ISO oraz 1 norma branżowa.

Doktorantka na podstawie przeglądu literatury (rozdział 1) opracowała program badań laboratoryjnych, który został zrealizowany, a wyniki badań i ich analiza zostały przedstawione w poszczególnych rozdziałach rozprawy doktorskiej.

Rozprawę doktorską otwiera *Wprowadzenie* (1/2 strony), stanowiące wstęp do podjętego tematu dotyczącego minerałów ilastych.

*Rozdział 1* rozprawy doktorskiej poświęcony jest przeglądowi literatury i składa się z czterech podrozdziałów (38 stron). W pierwszym Doktorantka skupiła się na charakterystyce surowców ilastych (kaolin, iły barwnie wypalające się, smektyty, wermikulity) opisując ich cechy, m.in. skład, budowę, barwę, a także pochodzenie, występowanie i przeznaczenie. W drugim podrozdziale Doktorantka charakteryzuje metody przeróbki i wzbogacania surowców ilastych, posługując się przykładem kaolin i iłów ceramicznych. W ramach opisanych metod przeróbki ujęto rozdrabnianie i uśrednianie, klasyfikację ziarnową, separację magnetyczną z wykorzystaniem niejednorodnego pola magnetycznego o wysokim gradiencie, flotację służącą do usuwania zanieczyszczeń barwiących oraz zagęszczanie, filtrację i suszenie. Jako procesy wzbogacania minerałów ilastych opisane zostały modyfikacja kwasowa, zasadowa oraz termiczna. W trzecim podrozdziale opisano parametry i produkty procesu kalcynacji surowców ilastych, na przykładzie kaolinitu, z podziałem na poszczególne etapy procesu oraz możliwościami jego zastosowania. W czwartym podrozdziale scharakteryzowano technologie kalcynacji z podziałem na tradycyjne (w piecach szybowych i obrotowych) oraz nowe (w kalcynatorach słonecznych, kalcynacja mikrofalowa, przy użyciu plazmy, błyskawiczna, w

złożu fluidalnym). Proces kalcynacji materiałów ilastych w warstwie fluidalnej został opisany bardziej szczegółowo (5 stron), z wyszczególnieniem opisu istoty samego zjawiska fluidyzacji, budowy pieców fluidyzacyjnych do produkcji wapna palonego oraz wyników eksperymentów przeprowadzonych w kilku ośrodkach naukowych i badawczych.

W rozdziale 2 (2 strony) przedstawiono siedem tez rozprawy doktorskiej. W rozdziale 3 (2 strony) opisano cel rozprawy jakim jest szczegółowa analiza termicznego wzbogacania wysokoglinowych materiałów ilastych w postaci granulatów w warstwie fluidalnej, oraz zakres pracy obejmujący dwa etapy badań eksperymentalnych: możliwości kalcynacji materiału w reaktorze fluidalnym oraz kalcynacji fluidalnej w reaktorze zasilanym paliwem węglowym.

W rozdziale 4 (44 strony) przedstawiono badania eksperymentalne możliwości kalcynowania granulowanego wzbogaconego materiału ilastego w warstwie fluidalnej. W podrozdziale pierwszym zawarto opis materiału badawczego w postaci granulowanych ilów wzbogaconych wysokoglinowym kaolinem, a także opis procesu granulacji i charakterystykę materiałów użytych do badań. Przedstawiono również metody analizy chemicznej, technicznej i ziarnowej materiałów przygotowanych do badań. W podrozdziale drugim opisano parametry procesu fluidyzacji, któremu poddano przygotowane materiały. Parametry fluidyzacji (liczba Archimedes'a i Reynoldsa, minimalna prędkość fluidyzacji, prędkość unoszenia, prędkość transportu pneumatycznego i minimalna prędkość warstwy pęcherzowej) określono dla przygotowanych materiałów przy pięciu wartościach temperatury. W podrozdziale trzecim przedstawiono możliwości badania procesu fluidyzacji granulatów ilastych w temperaturze otoczenia, pozwalające na ocenę stabilności procesu fluidyzacji. W tym celu przygotowano stanowisko badawcze w postaci kolumny fluidyzacyjnej, a przebieg badania zobrazowano na czterech fotografiach (rys. 24). W czwartym podrozdziale przedstawiono możliwości procesu kalcynacji w warstwie fluidalnej, wykazując jaki wpływ na stopień kalcynacji materiału wsadowego ma prędkość fluidyzacji i czas trwania procesu. Badaniu poddano próbkę granulatu o masie 120 g. Jest to niewielka próbka, powstaje więc pytanie o powtarzalność procesu. W podrozdziale piątym przedstawiono badania zasadnicze kalcynacji w reaktorze fluidalnym przeprowadzone w ramach pracy doktorskiej. Opisano materiał poddany procesowi, stanowisko eksperymentalne oraz warunki przebiegu procesu (temperatura i

czas). Przeprowadzono analizę porównawczą zmiany rozkładu ilościowego i objętościowego badanych materiałów przed i po procesie kalcynacji, a także wpływ tego procesu na ich skład chemiczny (wyniki nie zawarte w pracy).

*Rozdział 5* (23 strony) przedstawia wyniki badania wpływu wilgotności materiału wsadowego na proces kalcynacji fluidalnej. W podrozdziale pierwszym scharakteryzowano materiał badawczy wybrany do sprawdzenia wpływu wilgotności – materiał typu B o uziarnieniu poniżej 3 mm oraz poniżej 5 mm. W podrozdziale drugim przedstawiono parametry fluidyzacji wybranych materiałów w czterech przyjętych temperaturach procesu, a w podrozdziale trzecim opisano wyniki badań fluidyzacji materiału w temperaturze otoczenia, na podstawie których ustalono warunki stabilnej fluidyzacji. Podrozdział czwarty poświęcony jest analizie procesu kalcynacji materiału ilastego o zróżnicowanej wilgotności. Wykazano, że po przeprowadzeniu procesu następuje wzrost udziału drobniejszych ziaren w produkcie końcowym kalcynacji.

*Rozdział 6* (23 strony) rozprawy doktorskiej przedstawia wyniki eksperymentalnych badań kalcynacji fluidalnej w reaktorze zasilanym paliwem węglowym. Przedstawiono metodykę badań i stanowisko badawcze będące przedmiotem postępowania patentowego. Przeprowadzono dziesięć eksperymentów, podczas których badano zachowanie mieszanki wybranych granulatów i paliw o ustalonych parametrach, w zadanych warunkach prowadzenia procesu kalcynacji. Zdaniem recenzentki pomocne byłoby umieszczenie w tekście zestawienia w formie tabeli zawierającej informacje dotyczące cech granulatu, paliwa oraz warunków kalcynacji. W rozdziale zawarto obliczenia zapotrzebowania na ciepło, paliwo i powietrze niezbędne do przeprowadzenia procesu. W podrozdziale drugim, dotyczącym wyników badań, szczegółowo opisano rezultaty wszystkich dziesięciu eksperymentów. W rozdziale zabrakło podsumowującego jednoznacznego stwierdzenia który z przeprowadzonych eksperymentów przyniósł najlepsze rezultaty.

W *rozdziale 7* (4 strony) dokonano podsumowania uzyskanych wyników badań przeprowadzonych w ramach pracy doktorskiej oraz zaprezentowano czternaście wniosków szczegółowych. Dotyczą one warunków prowadzenia procesu kalcynacji minerałów ilastych w warstwie fluidalnej (m.in. rozkład ziarnowy materiału ilastego przeznaczonego do kalcynacji,

jego wilgotność, rozkład ziarnowy paliw, zakres temperatur w piecu, czas trwania procesu), pozwalających na uzyskanie odpowiednio wysokiego stopnia kalcynacji i wskazujących na możliwość prowadzenia tego procesu w skali przemysłowej.

*Literatura* (9 stron) wykorzystana w pracy jest dość obszerna i obejmuje 112 pozycji, z czego 2 pozycje to pozycje współautorskie Doktorantki. Warto dodać, że Doktorantka powołuje się w większości przypadków na najnowsze pozycje literatury z zakresu tematycznego podjętego w rozprawie doktorskiej (50% pozycji wydanych po 2010 r.). a 70 z nich jest w języku angielskim.

## **2.2. Ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej**

Tytuł rozprawy doktorskiej merytorycznie odpowiada jej zawartości. Cel pracy został sformułowany jasno i precyzyjnie, a zrealizowane w dwóch etapach badania doświadczalne wraz z analizą uzyskanych wyników to potwierdzają.

Część studialna przedstawiona na 38 stronach pracy przedstawia stan wiedzy nt. cech minerałów ilastych oraz możliwości ich przeróbki i wzbogacania z wykorzystaniem różnych technologii, jest dobrze przemyślana i starannie opracowana.

Głównym problemem naukowo-badawczym podjętym w recenzowanej rozprawie była ocena możliwości termicznego wzbogacania minerałów ilastych w warstwie fluidalnej. Program badań przedstawiono w rozdziałach 4, 5 i 6 i obejmował on swym zakresem analizy właściwości materiału badawczego, dobór parametrów procesu kalcynacji, wpływ wilgotności materiału badawczego na przebieg procesu kalcynacji w warstwie fluidalnej, możliwość wykorzystania reaktora zasilanego paliwem węglowym. Program badań został przedstawiony w sposób jasny i konkretny. Wyniki uzyskane w badaniach wstępnych mają charakter poznawczy i skupiały się na określeniu parametrów procesu i właściwości materiału wsadowego. Natomiast badania właściwe mają charakter aplikacyjny. Wykorzystane metody badawcze oceniam jako właściwe i poprawne. Świadczą one o racjonalnym podejściu do rozwiązania problemu naukowego. Uzyskane wyniki badań są istotne z punktu widzenia praktyki i powinny być zweryfikowane w skali półtechnicznej. Omówienie wyników badań nie budzi zastrzeżeń. Analizie poddano wyniki badań w poszczególnych etapach eksperymentów, poprawnie ustalono warunki kolejnych etapów badań i sformułowano wnioski końcowe.

Tezy przedstawione w pracy zostały sformułowane jasno i czytelnie. Weryfikacja tez wymagała wykonania programu badawczego dostarczającego licznych wyników, które

Doktorantka poddała analizie. Właściwie wykonana analiza wyników badań stała się podstawą do sformułowania wielu cennych wniosków.

### **2.3. Struktura i edycja rozprawy doktorskiej**

Struktura rozprawy doktorskiej jest prawidłowo przyjęta (podział na rozdziały i podrozdziały) i jest typowa dla prac o charakterze badawczo-analitycznym. Rozprawę napisano poprawną polszczyzną i zilustrowano w wystarczającym stopniu rysunkami i tabelami – część graficzna pracy została wykonana z należytą starannością, jest czytelna i przejrzysta.

W rozprawie doktorskiej występują drobne błędy o charakterze redakcyjnym i stylistycznym. Poniżej przedstawiam kilka przykładów:

- str. 76: zapisany wzór należałoby sformatować tak, aby zmieścił się w jednej linijce;
- w niektórych przypadkach brakuje jednostki po wartości danego parametru (np. w tabeli nr 8 na str. 82 lub na str. 143 przy wartości wilgotności materiału);
- termin „badania” jest zbyt często używany, zwłaszcza w tytułach rozdziałów i podrozdziałów – badania są środkiem w pracach badawczych, a nie celem; dla badacza podstawą do oceny właściwości są wyniki badań i ich analiza;
- str. 125: jednostka wartości opałowej antracytów i węgla kamiennego jest nieprawidłowa – powinno być MJ/kg;
- fotografie typowych aparatów wykorzystanych do badania (termograwimetr, kalorymetr) nie wnoszą nic do treści pracy; wystarczy krótki opis modelu do celów informacyjnych;
- w tekście pojawiają się powołania na normy (str. 54), których nie ujęto w spisie literatury;
- poprawny opis osi pionowej na wykresach przedstawionych na rys. 36-37 oraz rys. 43-59 to „przechodzi [%]”.

Zdaniem recenzentki tytuł rozprawy doktorskiej „Badania możliwości termicznego wzbogacania minerałów ilastych w warstwie fluidalnej” powinien zamiast słowo „badania” zawierać słowo np. „ocena”, które bardziej odzwierciedla zakres pracy doktorskiej: Doktorantka dokonuje oceny możliwości wzbogacania minerałów ilastych. Jednak zastosowanie słowa „badania” w tytule rozprawy doktorskiej nie wpływa na jej wysoką jakość.

### **3. Uwagi i pytania recenzenta**

W trakcie lektury rozprawy doktorskiej nasunęły mi się pewne pytania do Autorki:

- a) Na str. 56 przedstawiono tabelę z wynikami analizy chemicznej surowców ilastych próbek A-C. Czy wykonano analizę chemiczną próbki D do uzyskania kompletu informacji? Jeśli tak to jakie uzyskano wyniki?
- b) Do dalszych badań kalcynacji w złożu fluidalnym wybrano materiał B ze względu na największe zainteresowanie ze strony odbiorców kalcynatów. Jakie cechy wpływają na zainteresowanie tym materiałem? Czy Doktorantka widzi możliwość modyfikacji pozostałych badanych materiałów ilastych tak, prezentowały parametry pożądane przez odbiorców?
- c) W rozdz. 5 stwierdzono, że w produkcie końcowym kalcynacji następuje wzrost udziału ziaren drobniejszych. Jak Autorka ocenia to zjawisko?
- d) Str. 131: co oznacza sformułowanie „wysoki udział antracytu” (rys. 71)? Jak to zostało określone?
- e) Proces kalcynacji przeprowadzono w warunkach laboratoryjnych w reaktorze o wymiarach komory zasadniczej 15,8x16,0x8,3 cm. Czy podjęto już próbę przeprowadzenia procesu w skali półtechnicznej? Czy przeniesienie procesu do skali półtechnicznej wpłynie na warunki prowadzenia procesu i jego rezultaty?
- f) Jak Doktorantka ocenia nakłady energetyczne wymagane do przeprowadzenia metody kalcynacji w warstwie fluidalnej w porównaniu z metodami tradycyjnymi? Czy podjęto próbę określenia śladu węglowego wybranej metody kalcynacji minerałów ilastych w warstwie fluidalnej? Jaki jest ślad węglowy tej metody w porównaniu z metodami tradycyjnymi?
- g) Jakie będą kierunki dalszych badań procesu kalcynacji minerałów ilastych w warstwie fluidalnej?

### **4. Wniosek końcowy**

W mojej ocenie rozprawa doktorska Pani mgr inż. Katarzyny Kaczyńskiej będąca przedmiotem recenzji jest aktualna i interesująca pod względem naukowym i praktycznym. W rozprawie przedstawiono oryginalne rozwiązanie problemu naukowego związanego z termicznym wzbogacaniem minerałów ilastych w warstwie fluidalnej. W moim przekonaniu

Autorka wykazała się znajomością stanu wiedzy w dyscyplinie naukowej inżynieria mechaniczna, umiejętnością sformułowania problemu naukowego oraz samodzielnego prowadzenia pracy naukowej potrzebnej do jego rozwiązania.

Temat recenzowanej rozprawy doktorskiej ma znaczenie naukowe i aplikacyjne. Doktorantka zrealizowała badania doświadczalne w oryginalnej aparaturze badawczej będącej przedmiotem postępowania patentowego.

**Biorąc powyższe pod uwagę, przedłożoną do recenzji rozprawę doktorską Pani mgr inż. Katarzyny Kaczyńskiej oceniam jako spełniającą wymagania Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2018 poz. 1668 z późn. zm.). W związku z tym wnioskuję do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Częstochowskiej o dopuszczenie jej do publicznej obrony.**