

***Dr hab. inż. Marek Warzecha, prof. PCz
Katedra Ekstrakcji i Recyrkulacji Metali
Politechnika Częstochowska***

*ul. Armii Krajowej 19
42-201 Częstochowa
tel.: 34 3250673; fax: 34 3250797
e-mail: warzecha@wip.pcz.pl*

Częstochowa, 03.12.2015

R e c e n z j a

rozprawy doktorskiej mgr inż. Piotra Madeja:

**„Wpływ temperatury, dodatku Fe_2O_3 oraz powierzchni reduktora na kinetykę procesu
odmiedziowania żużła zawiesinowego”.**

Recenzja została opracowana na zlecenie Pani Dziekan Wydziału Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie, prof. dr hab. inż. Marii Richert, zawarte w piśmie z dn. 7.10.2015 r.

Tematyka pracy dotyczy wpływu wybranych parametrów i zmiennych procesowych na kinetykę procesu odmiedziowania żużła zawiesinowego w procesie produkcji miedzi. Opiniowaną pracę można zaliczyć do prac badawczych, z obszaru badań eksperymentalnych laboratoryjnych. Temat jest związany bezpośrednio z technologią przemysłową otrzymywania miedzi w procesie zawiesinowym Outokumpu, w Kombinacie Górniczo-Hutniczym Miedzi Głogów.

Przedstawiona do recenzji praca koncentruje się na określeniu zmian wybranych parametrów procesowych w celu optymalizacji wybranego procesu przemysłowego, jakim jest proces odmiedziowania żużła zawiesinowego w piecu elektrycznym, co jest bardzo istotne, gdyż może stanowić wsparcie naukowe dla zlokalizowanego w naszym kraju hutnictwa metali nieżelaznych – w tym przypadku miedzi. Proces produkcji miedzi jest procesem wieloetapowym, recenzowana praca skoncentrowana jest na zjawiskach zachodzących podczas redukcji miedzi z żużła zawiesinowego. Do eksponowanych parametrów procesowych, które występują w pracy należy zaliczyć wpływ na kinetykę

procesu odmiedziowania żużła, jego zasadowości, temperatury oraz zastosowanego reduktora węglowego.

Głównym celem rozprawy było opracowanie zestawu zmiennych parametrów, które zoptymalizują prowadzony w piecu elektrycznym proces odmiedziowania żużła pochodzącego z jednostadialnego procesu zawiesinowego.

Temat rozprawy, jej zakres oraz użyte metody badawcze pozwalają zakwalifikować ją do dyscypliny metalurgia. Pracę należy zakwalifikować do badań podstawowych, które mają jednak znaczenie utylitarne, gdyż uzyskane wyniki mogą bezpośrednio posłużyć do modyfikacji procesu przemysłowego.

Praca jest oryginalna pod względem poznawczym i charakteryzuje się wysokim stopniem złożoności. Zastosowane metody badawcze zostały dobrane odpowiednio do analizowanych zagadnień. Zakres badań wykonanych w ramach pracy nie odbiega od standardowo spotykanych w rozprawach doktorskich.

Całość pracy została przez autora podzielona na siedem głównych rozdziałów, z których można wydzielić część teoretyczną (wstęp oraz rozdziały 1 i 2) oraz badawczą. Pierwsza część pracy składa się z krótkiego wstępu, obszernego przeglądu literatury (101 stron) oraz wniosków z niego wynikających. Druga część zawiera opis przeprowadzonych badań laboratoryjnych, w ramach których, określono wpływ zmian wybranych parametrów procesu na badane zjawisko. Następnie przedstawiono analizę i dyskusję otrzymanych wyników wraz z analizą możliwości ich zastosowania w praktyce przemysłowej.

We wstępie przybliżono zakład produkcyjny oraz wskazano elementy jego ciągu technologicznego na którym skupiają się badania zaprezentowane w recenzowanej pracy. Przegląd literatury (rozd. 1) jest obszerny i oparty jest zarówno na źródłach starszych jak i tych z ostatnich kilku lat, obejmuje literaturę, jaka ukazała się w Polsce i na świecie. Rozdział ten został podzielony na dziesięć podrozdziałów, co przy jego zakresie niewątpliwie ułatwia jego analizę. W pierwszej części rozdziału opisano stosowaną technologię w HM Głogów II, budowę oraz pracę pieca zawiesinowego i pieca elektrycznego, uwzględniono również zjawiska fizykochemiczne zachodzące podczas redukcji żużła zawiesinowego w piecu elektrycznym. Drugi podrozdział zawiera opis struktury żużli krzemianowych. Opisano w nim połączenia pomiędzy krzemem i tlenem. Zawarto również opis, w jaki sposób połączenia te ulegają zmianie w wyniku wprowadzenia do żużła kationów metali (tlenków tych metali) oraz w skutek przebiegu procesu redukcji tlenków metali takich jak Cu_2O . Podrozdział 1.3. zawiera opis form występowania miedzi w żużlu zawiesinowym oraz udziały poszczególnych form w całkowitej ilości miedzi znajdującej się w żużlu. Z powyższym

podrozdziałem połączony jest podrozdział 1.4, w którym opisano w jaki sposób miedź ulega rozpuszczeniu w żużlu zawiesinowym. Uwzględniono w nim także wpływ różnych czynników (ciśnienia parcjalnego tlenu, temperatury oraz składu żużła) na ilość miedzi przechodzącej do żużła. W dalszej części rozdziału 1 opisano: kolejność oraz mechanizm redukcji tlenków miedzi za pomocą węgla, tlenku węgla (II), tlenku węgla (IV) oraz żelaza; przebieg reakcji Boudouarda, a także opis mechanizmu gazyfikacji różnych rodzajów materiałów węglowych z uwzględnieniem wpływu czynników na szybkość reakcji Boudouarda; mechanizm redukcji tlenków żelaza oraz wpływ czynników limitujących szybkość redukcji tychże tlenków; szybkość dyfuzji jonów miedzi, żelaza oraz tlenu w układach, gdzie głównym składnikiem jest krzemionka; zjawisko spieniania się żużła, a także, jak wpływa ono na szybkość mierzonej kinetyki procesu redukcji tlenków metali; sposoby pomiaru szybkości reakcji chemicznej, metod wyznaczania najwolniejszego etapu reakcji oraz sposoby pomiaru całkowitej szybkości procesu. Na koniec zaprezentowano przykładowe równania kinetyczne opisujące szybkość reakcji chemicznej lub procesu. **Zamieszczona w rozdziale 1 szeroka dyskusja stanu wiedzy o analizowanym zagadnieniu oraz przedstawienie możliwości badawczych wskazuje zarówno na aktualność naukową podjętej tematyki, jak i dobrą orientację Doktoranta w tematyce rozprawy.** Niemniej, tę część rozprawy uważam za nadmiernie rozbudowaną oraz zawierającą momentami zbędne informacje i rozważania na poziomie akademickim. Przykładem jest opis budowy żużli, co nie jest kluczowe, ani dla celu, ani dla zakresu prezentowanych w rozprawie badań.

Rozdział 2 pracy to – jak wynika z tematu rozdziału - cel główny i cele szczegółowe pracy oraz jej teza. Przeprowadzona przez Doktoranta analiza stanu wiedzy i zakresu prowadzonych w analizowanej tematyce badań, pozwoliła sformułować poprawnie cel główny i cele szczegółowe pracy. **Stwierdzam, że sformułowany w rozdziale 2 pracy cel jest oryginalny i ma odpowiednią wartość poznawczą a ponadto uzyskane w trakcie jego realizacji wyniki mają charakter aplikacyjny.** Natomiast wątpliwości budzi teza pracy, która nie jest jasno w pracy wyartykułowana. **Uważam, że w dysertacji doktorskiej teza pracy powinna być precyzyjnie sformułowana, unikając nadmiernej rozwlekłości.**

Rozdział 3 pracy, to opis zastosowanego w pracy warsztatu naukowo-badawczego Doktoranta, który obejmuje: opis aparatury wykorzystywanej w trakcie badań (podrozd. 3.1), przygotowanie stanowiska pomiarowego do ich realizacji (podrozd. 3.2 do 3.5), oraz opis procedury pomiarowej (podrozd. 3.6). Do przeprowadzenia badań zawartych w dysertacji Doktorant wykorzystał oryginalną aparaturę badawczą, w skład której wchodzi przede wszystkim: pionowy, rurowy piec oporowy wraz z dodatkową aparaturą (głównie

urządzenia sterujące i dozujące gazy, termopara) oraz analizator gazów procesowych ABB Advance Optima 2000. Analizy chemiczne przeprowadzone zostały metodą ICP (inductively coupled plasma). Do pomiarów temperatury Doktorant użył termopary Pt-PtRh10.

Część badawcza pracy (rozdz. 4 do 6) zawiera opis wyników badań, przeprowadzonych obliczeń oraz analiz dotyczących określenia wpływu wybranych czynników na szybkość redukcji żużła zawiesinowego. W rozdziale 4. przedstawiono wyniki przeprowadzonych badań dotyczących: zmiany zawartości CO-CO₂ w fazie gazowej spowodowanej redukcją tlenków metali znajdujących się w żużlu (wyniki zaprezentowane w postaci wykresów) oraz skład chemiczny żużli po ich redukcji (wyniki zaprezentowane w postaci tabel oraz wykresów). Rozdział 5 zawiera obliczenia oraz opis kinetyki redukcji żużła zawiesinowego. Zaprezentowano w nim obliczenia szybkości wyprowadzania tlenu z żużła w postaci CO oraz CO₂, a także obliczenia kinetyki procesu. Dokonano również podziału procesu redukcji żużła zawiesinowego na etapy, w zależności od szybkości zmian kinetyki procesu. Rozdział 6 zawiera dyskusję otrzymanych wyników przeprowadzonych badań. Zestawiono w nim ze sobą wyniki poszczególnych prób oraz dokonano ich oceny, pod względem szybkości redukcji żużła zawiesinowego i wpływu na nią takich parametrów jak: temperatura, zmiana udziału tlenku żelaza (III), zjawisko spienienia żużła oraz powierzchnia i rodzaj podawanego reduktora węglowego. Ta część pracy nie budzi wątpliwości, Doktorant w sposób dokładny i rzetelny przedstawia wyniki przeprowadzonych badań, choć i tu autor nie ustrzegł się pewnych drobnych niedociągnięć. Dla przykładu – przedstawienie wykresów z rysunków 69-71 lub 84-86 w formie zbiorczej, znacznie ułatwiłoby przejrzystość wyników badań i umożliwiło łatwe ich porównanie pomiędzy poszczególnymi opcjami. Dyskusja i analiza uzyskanych wyników przeprowadzona została w sposób dokładny i szczegółowy. Uzyskane wyniki utwierdzają w przekonaniu, że Doktorant opanował technikę prowadzenia badań na wysokim poziomie.

W rozdziale 7 przedstawiono wnioski wyciągnięte na podstawie zrealizowanych badań, które są w mojej ocenie poprawne i adekwatne do przedstawionych w pracy wyników. Dużą zaletą pracy jest umieszczenie na końcu rozdziału sugestii oraz zaleceń, jakie należałoby wprowadzić w celu ograniczenia strat miedzi w żużlu odpadowym po procesie odmiedziowania żużła w piecu elektrycznym.

Układ pracy jest poprawny, praca napisana jest przejrzysto, szata graficzna jest bardzo staranna. Mam jednak drobne zastrzeżenia co do języka pracy, który w kilku miejscach wymaga korekty. Dostrzeżone drobne błędy literowe, stylistyczne i językowe nie mają jednak znaczenia dla czytelności i wartości merytorycznej recenzowanej pracy. Uwagi

redakcyjne zostały przekazane Doktorantowi jednak nie mają one istotnego znaczenia dla pozytywnej oceny rozprawy.

W związku z niektórymi wątpliwościami, jakie recenzentowi nasuwają się podczas lektury rozprawy, zgłaszam następujące pytania, na które oczekuję dyskusji podczas publicznej obrony:

1. W jaki sposób określono wielkość powierzchni reduktora?
2. Ponieważ głównym celem pracy jest optymalizacja procesu odmiedziowania żużła w piecu elektrycznym, a Doktorant prowadził badania w warunkach laboratoryjnych - na układzie w przybliżony sposób odpowiadającemu obiektowi rzeczywistemu, to zachodzi pytanie, w jakim stopniu wnioski wysunięte z pracy mają przełożenie na warunki przemysłowe?
3. W podsumowaniu pracy autor stwierdza, że podstawowymi parametrami określającymi warunki procesu są temperatura i zasadowość ciekłego żużła. Jakie konsekwencje, dla procesu przemysłowego, będzie miało zwiększenie dodatku żelaza do odmiedziowania żużła?

Reasumując uważam, że przedstawiona do recenzji rozprawa jest samodzielnym rozwiązaniem złożonego problemu badawczego o charakterze podstawowym i użytkowym. Doktorant wniósł oryginalny wkład w rozwój wiedzy dotyczącej kinetyki procesu odmiedziowania żużła zawiesinowego. Uzyskane wyniki badań pozwalają na ocenę możliwości optymalizacji procesu produkcyjnego poprzez poprawność doboru parametrów kontrolujących proces odmiedziowania żużła zawiesinowego. Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr inż. Piotra Madeja spełnia wymogi Ustawy o Stopniach i Tytule Naukowym z dn. 14 marca 2003 r. (*D.U. RP nr 65 z 16 kwietnia 2003r. poz. 595 z późn. zm.*) i wnoszę o dopuszczenie pracy do publicznej obrony.

