

Imię i nazwisko recenzenta:

28.11.2024 r. Kraków

dr hab. inż. Jan Falkus, prof. uczelni

Dane adresowe:



**Recenzja pracy doktorskiej**  
**mgr inż. Sławomira Kozłowskiego**

pod tytułem:

Opracowanie i wdrożenie innowacyjnych rozwiązań w procesach karbotermicznej redukcji krzemionki podczas produkcji żelazostopów w piecach rezystancyjno-tukowych w oparciu o optymalizację zużycia surowców i energii

przygotowanej pod kierunkiem:

dr hab. inż. Stanisław Gil prof. Pol. Śl. - promotor

dr inż. Wojciech Bialik - promotor pomocniczy

**1. Podstawa opracowania**

Recenzja została wykonana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej.

Podstawa prawna art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” (z późn. zm.)

Opinia dotycząca przedmiotowej rozprawy doktorskiej zawiera trzy elementy:

- 1) Ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktoranta w dyscyplinie inżynieria materiałowa;
- 2) Ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska wykazuje umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Doktoranta ubiegającego się o nadanie stopnia doktora;
- 3) Ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego.

## **2. Charakterystyka i opis rozprawy**

### **Uwagi ogólne o tematyce rozprawy**

Światowa produkcja stali wynosi obecnie około 2 miliardy Mg i do jej realizacji niezbędne są materiały, które określamy jako żelazostopy. Wśród nich poczesne miejsce zajmuje produkcja żelazokrzemu, bez którego produkcja wielu gatunków stali byłaby niemożliwa. Najważniejszą cechą produkcji żelazostopów jest bardzo duża energochłonność. Koszt zużywanej energii przekracza zwykle ponad połowę całkowitych kosztów ich produkcji. Z tego względu wszelkie prace w zakresie poprawy wskaźników ekonomicznych i procesowych stanowią działania o fundamentalnym znaczeniu. Wysoki udział kosztów energii ma także duże znaczenie w kontekście poszukiwania technologii przyjaznych ochronie środowiska. O ile w odniesieniu do procesów redukcji rud żelaza trwają intensywne prace mające na celu wyeliminowanie węgla jako reduktora, to w produkcji żelazostopów prace takie są dużo mniej zaawansowane. Wszystko to sprawia, że temat rozprawy doktorskiej mgra S. Kozłowskiego wpisuje się bardzo dobrze w główny nurt badań z zakresu ogólnie pojętej metalurgii

### **Charakterystyka rozprawy**

Opiniowana praca doktorska mgr inż. Sławomira Kozłowskiego pt. „Opracowanie i wdrożenie innowacyjnych rozwiązań w procesach karbotermicznej redukcji krzemionki podczas produkcji żelazostopów w piecach rezystancyjno-łukowych w oparciu o optymalizację zużycia surowców i energii” o objętości 222 stron, składa się ze wstępu, rozdziału zatytułowanego cel i zakres pracy doktorskiej, 8 rozdziałów głównych oraz rozdziału z wnioskami. Układ pracy zarówno pod względem redakcyjnym jak i merytorycznym nie odbiega zanadto od przyjętego w tym zakresie kanonu. Spis oznaczeń, tabel, rysunków i bibliografii ułatwiają nawigowanie po pracy i są przyjazne dla czytelnika. Pod jednym względem układ pracy pozostawia jednak pewien niedosyt i dotyczy on sformułowania tezy rozprawy. Zgodnie z założeniem każda rozprawa doktorska rozwiązuje zdefiniowany przez autora problem naukowy, a postawiona w sposób jednoznaczny teza powinna być w wyniku realizacji pracy udowodniona. Zwyczajowo opisane jest to w rozdziale pod hasłem cel i teza pracy. W przypadku przedłożonej rozprawy mamy podobny rozdział ale zatytułowany jest on cel i zakres pracy doktorskiej. Pomijając już sam tytuł, w treści rozdziału trudno odnaleźć akapit, który mógłby zostać uznany za tezę rozprawy. We wstępie rozprawy, który stanowi bardzo dobre wprowadzenie w jej tematykę odnaleźć można na stronie 16 niczym nie wyróżnione stwierdzenie:

„ ... jedynym sposobem mogącym poprawić wskaźniki produkcyjne jest racjonalne sterowanie procesem technologicznym, którego nie da się osiągnąć bez doboru odpowiednich pod kątem technologicznym surowców wsadowych, automatyzacji procesu produkcyjnego i stosowania nowoczesnych metod zarządzania i kontroli ”

Z formalnego punktu widzenia powyższe sformułowanie spełnia wymogi tezy rozprawy, bowiem stwierdzenie jego prawdziwości wymaga udowodnienia. W trakcie dyskusji nad rozprawą proszę Doktoranta o ustosunkowanie się do poruszonego problemu i potwierdzenie jak brzmi ostatecznie teza rozprawy.

Pierwszy rozdział główny rozprawy zatytułowany „Teoria i technologia wytwarzania stopów krzemu” stanowi bardzo obszerne opracowanie historii rozwoju hutnictwa żelazostopów w Polsce oraz zakładu Re Alloys, w którym Doktorant zrealizował swoją pracę. Wnikliwy opis struktury zakładu oraz jego wyposażenia technicznego pozwala lepiej zrozumieć postawione w pracy cele badawcze. Przechodząc do bardziej szczegółowej analizy w kolejnym podrozdziale przedstawiona została budowa pieca rezystancyjno-tukowego ze szczególnym uwzględnieniem tych elementów, które mają wpływ na sterowanie przebiegiem procesu wytwarzania żelazokrzemu. Podsumowaniem rozdziału pierwszego jest przedstawienie twórczej koncepcji modelu fizykochemicznego opisującego proces wytopu stopów krzemu w piecach rezystancyjno-tukowych. Kluczowe elementy tego podrozdziału pokazane są na rys. 12 ilustrującym dotychczasową koncepcję modelu spotykanego w literaturze oraz na rys. 13 przedstawiającym propozycję Doktoranta dla 5 reaktorowego modelu fizykochemicznego wytopu żelazokrzemu. Dołączony do rys. 13 opis stanowi ważny wkład Doktoranta w rozwój teorii opisywanego procesu.

W tym miejscu pojawia się jednak ważne pytanie. Zauważmy, że istotą modelu dwureaktorowego jest zbilansowanie masowe procesów w nich zachodzących. Wynika to z zapisu stechiometrycznego reakcji w obu reaktorach. Czy w propozycji rozszerzenia modelu o trzy nowe reaktory zagadnienie zbilansowania masowego jest w jakikolwiek sposób uwzględnione?

Rys. 13 jest kluczowy dla przyjętej koncepcji rozwiązania postawionego problemu naukowego. Definiuje on jednoznacznie strumienie mas reagentów pomiędzy reaktorami. Z opisu reakcji chemicznych w obrębie poszczególnych reaktorów można wysnuć wniosek, że w koncepcji nowego modelu założono przebieg reakcji na granicy równowagi. Oznaczałoby to, że cały proces determinują bariery termodynamiczne. Należy postawić kolejne pytanie czy jest to założenie słuszne? Idąc dalej tym tokiem rozumowania nasuwa się pytanie o prawdopodobieństwo istnienia barier kinetycznych. Problem ten jest na tyle istotny, że powinien być omówiony podczas obrony pracy doktorskiej.

Analizując opis procesów w poszczególnych reaktorach należy zwrócić uwagę, że Doktorant również dostrzega procesy, które w konsekwencji generują bariery kinetyczne dla produkcji żelazokrzemu. Przykładem może tu być zwrócenie uwagi na kondensację  $\text{SiO}_{(g)}$  w strefie 2 czy osadzanie się nadmiaru SiC w dolnej przestrzeni roboczej pieca.

Podsumowując podrozdział 1.4 należy stwierdzić, że jest on rzetelnym i pogłębionym opisem reakcji zachodzących w piecu rezystancyjno-oporowym do wytopu żelazokrzemu, pozwalającym zrozumieć istotę przebiegu głównych reakcji chemicznych. Nie rozstrzyga on jednak na poziomie modelowania matematycznego o ilościowych relacjach jakie występują pomiędzy zidentyfikowanymi barierami procesu.

Drugi niezwykle istotny rozdział pracy poświęcony jest opracowaniu kompleksowego systemu informatycznego sterowania procesem wytwarzania stopów krzemu. Na początku Doktorant przedstawia w nim schemat zależności parametrów wytopu rys. 14 i na jego bazie definiuje architekturę programu o nazwie Podstawowy System Obliczeń

Technologicznych (akronim PSOTnik). Program PSOTnik jest aplikacją wielopoziomową i wielomodułową. Poziom pierwszy obejmuje kontrolę mechanizmów wykonawczych pieca, wysyłanie sygnałów sterujących do siłowników i dopasowanie układu do aktualnego obciążenia. Drugi poziom to wymiana danych z poziomem pierwszym plus wprowadzanie danych przez służby zakładowe (sterownia pieca, kontrola jakości, rozdzielnia elektryczna, namiarowanie wsadu i inne). Trzeci najwyższy poziom to przetwarzanie danych z poziomu 1 i 2 przez służby technologiczne i dystrybucja uzyskanych tą drogą zagregowanych informacji do zainteresowanych odbiorców. Po zapoznaniu się ze szczegółami związanymi z architekturą programu PSOTnik stwierdzam, że stanowi on bardzo nowoczesne rozwiązanie, a jego funkcjonalność dzięki propozycjom Doktoranta spełnia wymagania firmy Re-Alloys. Z całą pewnością można uznać, że zaprezentowana wersja programu PSOTnik stanowi bardzo duże osiągnięcie Doktoranta.

Przedłożona do recenzji rozprawa realizowana jest w ramach tzw. doktoratu wdrożeniowego i z tego względu praktyczne korzyści jakie z niej płyną, udokumentowane wdrożeniem nowego oprogramowania, stanowią realny dowód na zrealizowanie zakładanego celu doktoratu. Za szczególnie cenne uznać należy założenie Autora, że architektura programu powinna mieć charakter otwarty i umożliwiać wbudowanie kolejnych modułów wraz z rozwojem systemu. Jest to o tyle ważne, że główny punkt ciężkości położony jest na uporządkowanie zbioru danych generowanych w trakcie procesu produkcji z nastawieniem na możliwość tworzenia raportów o charakterze statystycznym. Większość z tych danych może i powinna być wykorzystana do sterowania procesem on line. Doktorant wspomina wprawdzie o projekcie Algor IV ale nie rozwija tego tematu. W trakcie obrony rozprawy doktorskiej proszę o dyskusję również na ten temat. Przygotowana przez Doktoranta baza wiedzy uzyskana dzięki zastosowaniu programu PSOTnik w sposób naturalny nasuwa pomysł zastosowania systemów opartych o sztuczną inteligencję. Bardzo proszę Doktoranta o komentarz czy przewiduje także taką możliwość rozwoju systemu.

W chwili obecnej jednym z ważnych zadań realizowanych na podstawie programu PSOTnik jest generowanie karty technologicznej. Z opisu zamieszczonego na stronie 63 nie wynika wprost czy przy jej tworzeniu wykorzystywane są modele podpowiadające zakresy parametrów procesu. Dotyczy to głównie pkt 5 i 6 w wykazie informacji zawartych w karcie.

Tytuły kolejnych rozdziałów głównych od 3 do 8 rozpoczynają się od sformułowania „Optymalizacja procesu ...” W tym miejscu należy wyraźnie podkreślić, że termin optymalizacja jest w teorii sterowania zdefiniowanym pojęciem matematycznym. Procedura optymalizacyjna polega na znalezieniu minimum funkcji celu, która zawsze jest skalarem czyli przekształceniem przestrzeni wielowymiarowej w zbiór liczb rzeczywistych ( $R^n \rightarrow R$ ). Pojęcie optymalizacja często używane jest w sposób niewłaściwy, a w publikacjach naukowych ma to już konsekwencje. W przypadku recenzowanej rozprawy można hipotetycznie założyć, że każdy z rozpatrywanych przez Doktoranta problemów można poddać procedurze optymalizacyjnej czyli znaleźć rozwiązanie najlepsze w granicach zdefiniowanych warunków brzegowych. Zawartość rozdziałów od

3 do 8 nie jest jednak opracowaniem optymalizacji lecz próbą doboru lepszych parametrów procesu. Przy uwzględnieniu powyższego zastrzeżenia stwierdzam, że kolejne rozdziały rozprawy są bardzo gruntowną analizą procesu wytwarzania żelazokrzemu.

Zawartość rozdziału 3 nie uzasadnia twierdzenia, że mamy do czynienia z optymalizacją. Co najwyżej można mówić o sformułowaniu kryteriów doboru materiałów wsadowych i potwierdzenie słuszności przyjętych kryteriów w oparciu o przeprowadzone badania laboratoryjne i przemysłowe. Uwaga powyższa nie podważa dużego znaczenia przeprowadzonych prób, które wymagały poniesienia dużego nakładu pracy. Uzyskane tą drogą informacje są cenne i stanowią podstawę podejmowanych decyzji w procesie produkcyjnym. Ze względu na duże znaczenie zaprezentowanych w tym rozdziale badań proszę o komentarz jak uzyskane wyniki wpłynęły na praktycznie realizowaną procedurę zestawiania wsadu do pieca. Uwagi szczegółowe odnośnie treści zawartych w rozdziale 3 zaprezentowane zostaną w końcowej części recenzji.

Drugim ważnym materiałem wsadowym w produkcji żelazokrzemu są obok kwarcytów reduktory węglowe. Rozdział 4 dysertacji jest bardzo obszernym opracowaniem właściwego doboru stosowanych materiałów węglowych. Zakres i wnikliwość przeprowadzonej analizy należy ocenić bardzo wysoko pomimo, że Doktorant nie uniknął pewnych nieścisłości, które w odniesieniu do konkretnych problemów wymagają wyjaśnienia. Do oznaczenia reakcyjności reduktorów Doktorant posłużył się dwiema metodami: metodą IChPW oraz metodą Nippon Steel Corporation. Wyniki badań reakcyjności mają fundamentalne znaczenie i dlatego zastosowana metodologia nie powinna pozostawiać żadnych znaków zapytania.

Postać równania kinetycznego (41) str 132 odbiega od powszechnie znanych równań kinetycznych reakcji chemicznych. Równanie to zostało wykorzystane do wyznaczenia reakcyjności reduktorów zamieszczonych w tabeli 50. W związku z powyższym proszę o:

- Krótkie wyprowadzenie równania kinetycznego (41)
- Uzasadnienie dlaczego  $k_{RPM}$  ma wymiar  $s^{-1}$
- Podanie procedury wyznaczenia wartości liczbowych zamieszczonych w tabeli 50

Brak odpowiedzi na przedstawione powyżej pytania znacząco utrudnia ocenę wyników eksperymentów w tabeli 50.

Odnośnie drugiej metody oznaczenia reakcyjności reduktorów opracowanej w Nippon Steel Corporation niejasność wzbudza wskaźnik podany w tabeli 50. Należy się domyślać, że chodzi tu o wskaźnik oznaczony w pracy jako CRI

Do dalszych porównań reduktorów stosowanych w procesach wytwarzania żelazokrzemu Doktorant wybrał metodę IChPW. Uzasadnienie tego wyboru z czysto formalnego punktu widzenia nie jest dobrze przedstawione. Reakcyjności oznaczane dwiema metodami nie wykazują zależności liniowej. I już ten fakt powinien wzbudzić wątpliwość czy obie metody są w pełnym zakresie zastępowalne. Wybór metody IChPW wymaga w tym

kontekście lepszego udokumentowania i uzasadnia potrzebę odpowiedzi na wcześniej postawione pytania.

Druga wątpliwość związana z wynikami badań zamieszczonymi w rozdziale 4 dotyczy podanej na rys 61 (str. 136) zależności reakcyjności reduktora od refleksyjności wityrynytu. Skoro Autor przedstawia wyniki liczbowe, to w pracy powinna zostać omówiona metoda, którą zastosował do wyznaczania releksyjności wityrynytu. Ponadto prezentowane w podrozdziale 4.2 statystyki powinny zostać uzupełnione o informację na temat istotności współczynników regresji. Bez tej wiedzy zamieszczone komentarze mają charakter uznaniowy.

Spośród pozostałych trzech rozdziałów głównych rozprawy komentarza wymaga jeszcze rozdział 7 poświęcony rafinacji ciekłego żelazokrzemu. Na stronie 180 Doktorant wymienia trzy sposoby rafinacji wskazując, że w Re Alloys stosowane są dwie metody przedmuchiwania ciekłego FeSi75. W pracy brak informacji na temat składu mieszaniny gazowej do przeprowadzania rafinacji. Istotne jest czy skład gazu rafinującego był identyczny dla wszystkich siedmiu wariantów prób przedstawionych w tabeli 91. W trakcie dyskusji nad rozprawą Doktorant powinien przedstawić zestaw hipotetycznych reakcji, które zachodzą w faktycznie realizowanym w hucie wariacie rafinacji. Brak tych reakcji w rozprawie należy uznać za niedociągnięcie. Ponadto wybór metody przedmuchiwania rafinacyjnego ma uzasadnienie zarówno metalurgiczne jak i ekonomiczne. Czy w praktyce czynnik ekonomiczny nie nabiera znaczenia decydującego?

#### **Pytania i komentarze szczegółowe**

1. Rozdz. 1.3 strona 34 W tekście znajduje się następujące stwierdzenie: „*Parametry pieca rezystancyjno-tukowego przeznaczonego do wytopu stopów krzemu można podzielić na geometryczne i elektryczne, niezależne i zależne. Do parametrów niezależnych zaliczamy średnicę elektrody, średnicę koła podziałowego, średnicę i głębokość wanny, wysokość wyłożenia węglowego. Te parametry są wybierane przy projektowaniu nowych lub remoncie istniejących pieców. Do parametrów zależnych należą parametry określające wewnętrzną budowę przestrzeni roboczej wanny pieca, wymiary komór gazowych, ilość ciepła wydzielanego w wyniku przepływu prądu elektrycznego przez wsad oraz w wyniku promieniowania tuku elektrycznego.*” Czy nie ma tu sprzeczności, że średnica i głębokość wanny pieca to parametry niezależne, a parametry określające wewnętrzną budowę przestrzeni roboczej wanny pieca to parametry zależne?
2. Rozdz. 1.3 strona 40 „*Wprowadzenie Fe do układu jako dodatkową zmienną w celu osiągnięcia pożądanego składu chemicznego gotowego stopu obniża aktywność Si w fazie metalicznej oraz obniża prężność  $p_{SiC}$ . Przy dalszym wzroście zawartości Fe w stopie SiC przestaje być stabilny*” Skąd te ważne wnioski? Czy została podjęta próba równowagowej analizy układu Si-C-Fe-O w programie FactSage lub Thermocalc ?
3. Rozdz. 3.1 strona 70 Doktorant stwierdza jednoznacznie: „*Skład granulometryczny wsadu jest jednym z głównych czynników determinujących efektywność*

- wytapiania stopów krzemu w piecach rezystancyjno-łukowych” W jaki sposób twierdzenie to jest wykorzystane w algorytmie zestawiania wsadu na wytop?
4. Rozdz. 3.1 strona 81. Informacje w tabeli 8 sprzed 44 lat mają chyba znaczenie historyczne?
  5. Rozdz. 3.1 strona 88, tablica 14. Dlaczego średni wymiar ziarna po wyprażeniu w temperaturze 1600 °C jest mniejszy niż dla próby bębnowej, w której też wyżarzano próbki do tej samej temperatury?
  6. Rozdz. 3.2 strona 97. Dlaczego w tablicy 21 wskaźnik HI to  $ud(1+2)$ , wskaźnik DI to  $ud(1+2)$ , a wskaźnik FI to  $ud_s(1+2)$  ?
  7. Rozdz. 4, strona 113. Poniższe stwierdzenie nie jest oczywiste: „Zanieczyszczenia mineralne przeważają w sposób nierównomierny w poszczególnych klasach granulometrycznych reduktorów węglowych, najczęściej frakcje drobnoziarniste – miał i muł – zawierają zwiększony udział popiołu.” Proszę o skomentowanie przyczyny tej zależności.
  8. Rozdz. 4.1 strona 123. Jak wykonano badania reakcyjności? W tekście jest mowa o piecu sylvitowym, na schemacie (rys. 49) przedstawiono chyba piec Tammanna, a w podpisie mowa o bliżej nieokreślonym piecu Marsa.
  9. Rozdz. 4.1 strona 124, tablica 43. Jaki jest sens podawania danych dla koksu z koksowni nie pracujących już od ćwierćwiecza?
  10. Rozdz. 4.2 strona 138. Konstruując wykresy zaprezentowane na rys. 62 Doktorant wykazał się brakiem konsekwencji. Na wykresie z rys. 56 wykazał, że zależność między IChPW i CRI jest nieliniowa, a na rys. 62 usiłuje poszukiwać zależności liniowej. Z tego względu nie dziwi, że wyniki prezentowane na rys. 62 są tak złej jakości.
  11. Rozdz. 5.1, strona 152. „Warstwa zgorzeli posiada grubość do 1 mm i pierwotnie jest silnie powiązana z powierzchnią stalową, chroniąc ją przed dalszą korozją atmosferyczną” Żelazo nie pasywuje i warstwa tlenków nie chroni przed dalszą korozją
  12. Rozdz. 6.2 strona 161. Jaka jest dostępność zbadanych materiałów czyli innymi słowy czy mają one wszystkie znaczenie przemysłowe?
  13. Rozdz. 8.3 strona 205. „Jak można stwierdzić, zawartość zanieczyszczeń jak Al, Ca oraz C we frakcji 0÷3 mm jest wyższa niż we frakcji docelowej 10÷50 mm. Przy czym należy zauważyć, że im niższa jest docelowa zawartość Si w stopie, tym różnice w zawartości zanieczyszczeń w poszczególnych frakcjach są wyższe” Jak wytłumaczyć tę różnicę? Nie jest ona oczywista i brak tej oczywistości dotyczy zwłaszcza Al i Ca.

#### **Podsumowanie i ocena końcowa rozprawy**

Zakres badań wykonanych w ramach pracy doktorskiej świadczy o bardzo dobrym rozeznaniu Doktoranta w dziedzinie przemysłowej produkcji żelazostopów. Podsumowanie przeprowadzonych badań pozwoliło Doktorantowi na sformułowanie trafnych wniosków, które są spójne z wynikami uzyskanych eksperymentów. Do najważniejszych osiągnięć Autora należy zaliczyć:

- Opracowanie nowej struktury modelu matematycznego opisującego proces wytwarzania żelazokrzemu w piecu rezystancyjno-oporowym
- Opracowanie i wdrożenie kompleksowego systemu informatycznego sterowania procesem wytwarzania stopów krzemu
- Identyfikacja istotnych parametrów technologicznych i określenie ich wpływu na przebieg przemysłowej produkcji żelazokrzemu

Sposób realizacji celu pracy, zastosowane metody badawcze oraz realizację badań eksperymentalnych oceniam pozytywnie. Układ pracy i zawarty w niej bardzo obszerny materiał dotyczący problemu redukcji kwarcytów uznaję za opracowanie komplementarne stanowiące oryginalne osiągnięcie naukowe Doktoranta.

Wymienione w recenzji uwagi krytyczne nie obniżają istotnie naukowej wartości rozprawy. Przedstawia ona oryginalne opracowanie zagadnienia, które ma znaczenie zarówno naukowe jak i uytylitarne.

Podsumowując stwierdzam, że recenzowana rozprawa spełnia wymagania ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki określonej w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (z późn.zm.) i wnioskuję o jej dopuszczenie do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

Jan Falusz