

RECENZJA PRACY DOKTORSKIEJ  
mgr. inż. Michała Sebastiana Balickiego  
*pt. „Rola żużli syntetycznych w procesie obróbki pozapiecowej  
staliwa stopowego L70H2GNM”*  
promotor: dr hab. inż. Barbara Kalandyk Prof. nadzw. AGH  
promotor pomocniczy: dr inż. Sebastian Sobula

**Podstawa wykonania recenzji.**

Recenzję wykonano w odpowiedzi na pismo Dziekana Wydziału Odlewnictwa Akademii Górniczo Hutniczej im. Stanisława Staszica w Krakowie z dnia 05.06.2019 roku, które otrzymałem 07.07.2019 roku.

**Zasadność podjętego tematu.**

Polepszenie jakości ciekłego stopu bezpośrednio przekłada się na wzrost jego właściwości w stanie stałym i, co za tym idzie, wzrost właściwości użytkowych odlewu. Zabieganie o ciągły progres jakości produkowanych wyrobów jest nieodłącznym elementem polityki każdego przedsiębiorstwa działającego w warunkach wolnego rynku, w tym także odlewni. Jakość staliwa rozumiana jako czystość chemiczna i metalurgiczna wymaga dbałości na każdym etapie produkcji, począwszy od kontroli jakości i przygotowania materiałów wsadowych na jakości formy i procesie zalewania i krzepnięcia skończywszy. Niemniej jednak największy wpływ na jakość ciekłego stopu mają procesy wytapiania i obróbki metalurgicznej. Niestety elementy te, w średnich i małych odlewniach są najwolniej rozwijane, poddawane ulepszeniom czy wdrażaniu nowych technik. Wynika to głównie z czynników ekonomicznych, pomimo wielu dostępnych technologii i urządzeń metalurgii pozapiecowej, sprawdzonych i od lat stosowanych w hutach i stalowniach z bardzo dobrym skutkiem, nie mogą one znaleźć zastosowania w średnich i małych odlewniach głównie ze względu na koszty. Stąd też od lat niezmiennie aktualna potrzeba opracowania metod obróbki metalurgicznej, uzasadnionych, pod względem efektywności i ekonomicznie, w warunkach niewielkich odlewni. Najczęściej działania te skupiają się na zaadoptowaniu do warunków odlewni elementów metod i materiałów stosowanych w stalowniach czy hutach z wykorzystaniem istniejącego w niej zaplecza i urządzeń. Przykładem efektu takich działań jest niemal powszechnie już stosowane, nawet w małych odlewniach staliwa, argonowanie.

W nurt ten w pełni wpisują się badania przeprowadzone przez mgr. inż. M. Balickiego w ramach realizacji jego pracy doktorskiej.

Podjętą problematykę badawczą należy zatem uznać za ważną i aktualną, a jej wybór za słuszny, ponieważ w pracy autor wykazał korzystny wpływ na czystość chemiczną i metalurgiczną staliwa niskostopowego zastosowania żużli syntetycznych w procesie obróbki pozapiecowej realizowanej w kadzi odlewniczej.

### **Ocena poprawności redakcji rozprawy.**

Praca ma układ klasyczny dla tego typu opracowań, składa się z 11 rozdziałów, z których 5 pierwszych stanowi wprowadzenie z uzasadnieniem podjęcia tematu (niewiele ponad 2 strony) oraz przegląd aktualnego stanu wiedzy w zakresie realizowanych badań. Tzw. studium literatury obejmuje 28 stron, co stanowi niespełna 25% objętości pracy pomijając bibliografię, spisy tabel i rysunków oraz wykaz ważniejszych oznaczeń, w które praca została zaopatrzona. Proporcje takie można nazwać standardowymi szczególnie w przypadku pracy badawczej z rozbudowaną częścią eksperymentalną, której zasadnicza partia realizowana była w warunkach przemysłowych.

Treści zawarte w tej części można uznać za zasadne i nieprzeładowane zbędnymi informacjami, Autor syntetycznie przedstawia dziedzinę swoich badań począwszy od zagadnienia związane z czystością stali poprzez cele i metody obróbki pozapiecowej, rolę żużli w procesach stalowniczych z opisem ich podstawowych właściwości, metody rafinacji stali ze szczególnym wskazaniem na odsiarczanie i kinetykę tego procesu.

Rozdział szósty zawiera tezy i cele pracy, stanowi swego rodzaju łącznik części poświęconej analizie źródeł literaturowych z częścią badawczą obejmującą 87 stron i składającą się także z pięciu rozdziałów, które doktorant poświęca kolejno: badanemu materiałowi (staliwo L70H2GNM), metodyce badań, prezentacji i analizie uzyskanych wyników oraz krótkiemu podsumowaniu i wnioskowi końcowym.

Taką strukturę pracy należy uznać za poprawną, choć pewne zastrzeżenia może budzić zawartość poszczególnych rozdziałów (np. w rozdziale „Materiał zastosowany w badaniach” brak jakichkolwiek informacji o badanych żużlach, zawiera on tylko krótką charakterystykę staliwa L70H2GNM), jak i strona formalna dysertacji, z których najpoważniejsze to: powtarzające się pozycje literaturowe 8 i 63, 13 i 67, 64 i 81, czy brak „Aneksu” mimo odwołania w tekście na stronie 43 i figurowania w spisie treści.

Niestety rozprawa zawiera także wiele błędów edycyjnych np.: błędne odwołania do rysunków na stronie 69 i 114, zmiana formatowania tekstu na stronach 112 i 113. Brak staranności w edycji utrudnia lekturę, a fragmentami wywołuje wrażenie czytania wersji

robotniczej oprawy. Wrażenie to pogłębia niespotykana w tego typu opracowaniach liczba błędów językowych, począwszy od kolokwializmów i tzw. skrótów myślowych, których przykładem są: używanie jako tożsame terminu „ciężar” i „masa”, używanie określenia „mieszanie argonem” w kontekście ekstrakcji gazem obojętnym czy określenia „próbka na skład chemiczny”. Brak wyrazów w zdaniach np. „...gdzie stal w kadzi procesowi argonowania, a kąpiel...”, czy przedziwne, trudne do zrozumienia twory językowe „...niższe natężenie przepływu gazu wydaje się być bardziej wydajne niż wyższe szybkości przepływu...” lub „Żużel jest nieuniknionym i ubocznym, ale i celowym produktem wytopienia staliw”.

Lista tego rodzaju usterek dostrzeżonych w pracy została zamieszczona na końcu recenzji.

### **Ocena ogólna pracy.**

Główny cel, który doktorant sobie wyznaczył mianowicie „zbadanie skuteczności oczyszczania ciekłej stali w czasie rafinacji w małych kadziach odlewniczych przez zastosowanie wybranych żużli syntetycznych”. Zarówno w kategorii badań naukowych rozumianych jako dążenie do odkrycia dotąd nieustalonych nowych zależności, których nikt wcześniej nie badał, jak i użyteczności wyników, szczególnie w aspekcie realizacji eksperymentów w warunkach przemysłowych, należy uznać za bardzo ambitny. Tak postawiony cel wzbogacony został o cele poboczne jak: rozszerzenie badań o proces argonowania i próbę optymalizacji obróbki pozapiecowej w warunkach odlewni METALODLEW SA w aspekcie poprawy właściwości staliwa L70H2GNM.

Analiza danych literaturowych przeprowadzona w ramach pracy w kontekście postawionego celu w naturalny sposób doprowadziła do sformułowania tezy pracy, które w zasadzie można uznać za poprawne. Z jednym zastrzeżeniem, druga część tezy pierwszej, dotycząca składu chemicznego żużli, zasadniczo związana jest z tezą drugą i powinna zostać z nią połączona. W mojej opinii, tezy pracy powinny brzmieć następująco:

1. Zastosowanie żużli syntetycznych w procesie rafinacji w kadzi połączonym z argonowaniem wpływa na zmniejszenie zawartości siarki, tlenu oraz wtrąceń niemetalicznych w kąpeli metalowej.
2. Zdolności odsiarczające żużli syntetycznych zależą od ich składu chemicznego, głównie od zawartości FeO i CaO, natomiast znaczne zawartości Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, MgO utrudniają wyeliminowanie siarki z kąpeli metalowej podczas rafinacji.

Naturalną konsekwencją sformułowania tezy i postawienia celu w pracy badawczej jest plan eksperymentu, którego realizacja z założenia powinna pozwolić na udowodnienie bądź

nie słuszności tezy. Niestety autor nie pokusił się o opracowanie nawet bardzo ogólnego planu badań. Najprawdopodobniej rezultatem tego są, brak systematyczności w prezentowaniu uzyskanych wyników badań i ich niekompletność, co utrudnia, a w niektórych elementach może uniemożliwiać przeprowadzenie rzetelnej analizy.

Główną uwagą krytyczną, dotyczącą aspektu badawczego pracy, jest brak opisu kryterium selekcji badanych żużli syntetycznych, zastosowanej metodyki i uzasadnienia wyboru. Niestety brak jest nawet krótkiej charakterystyki żużli użytych w badaniach, autor ogranicza się tylko do podania ich nazw handlowych i zawartości „ważniejszych tlenków” (tabela 4, str. 44). Mimo to w podsumowaniu na stronie 122 stwierdza: „Wyboru żużli syntetycznych zastosowanych podczas rafinacji w kadzi dokonano na podstawie przesłanek teoretycznych wpływu składników żużla na jego właściwości fizykochemiczne (zasadowość i pojemność siarkową)”. Kwestia ta wymaga wyjaśnienia przez doktoranta.

Metodyka badań zastosowanych w pracy została opisana rzetelnie i jasno, jedynie z drobnymi potknięciami terminologicznymi. W toku badań zastosowanych zostało osiem metod i technik badawczych, których wybór i wykorzystanie uznać należy za uzasadnione i celowe. Tym bardziej może dziwić fakt braku uporządkowania w przedstawianiu uzyskanych wyników. Kolejność prezentowania w pracy uzyskanych wyników w poszczególnych grupach, w zestawieniu z kolejnością listy „wybranych” żużli użytych w eksperymentalnych wytopach przedstawia poniższa tabela.

Wybrane żużle	(FeO)	[O]akt.	[O] i [N]cał.	[S]	an. il.	zdj. strk.	morf.	faz. żużle
1. LDSF LT	1	1	3	1	6 ref	3	3	6 ref
2. OPTIMEC C	3	3	6 ref.	3	1	4	4	3
3. UZRA KP	2	2		2	3	2	2	5
4. LDSF RG	5	5		5	4			
5. UZRA KP+AL	4	4		4	2			

Brak wyników badań w niektórych grupach oraz niespodziewane pojawienie się wyników badań żużla referencyjnego wymaga wyjaśnienia. Ponadto, ze względu na brak w pracy całościowego zestawienia wyników oraz przedstawienia sposobu ich kumulatywnej analizy, wyjaśnienia wymaga metodyka analizy, zapewne utrudnionej ze względu na błąd co bądź dosyć dziurawą macierz danych.

Najprawdopodobniej z tego powodu brakuje zwyczajowego dla tego typu prac rozdziału „analiza wyników”. Dyskusję uzyskanych wyników połączoną z próbą ich analizy autor zamieścił w rozdziale dziesiątym zatytułowanym „Podsumowanie wyników badań”. W kontekście umiejętnego kojarzenia faktów i dokonywania trafnych spostrzeżeń, którymi

wykazał się autor opracowując ten rozdział próbę tą uznaję za bardzo udaną. Tym bardziej, że zaowocowała ona sformułowaniem w zdecydowanej większości trafnych wniosków, z wyjątkiem wniosku nr 5, który jest raczej krótkim omówieniem wybranych wyników aniżeli wnioskiem i drugiej części wniosku nr 4 dotyczącej „czynnika ludzkiego”. Bez całościowej analizy parametrów i przebiegu wytopu, a przede wszystkim w sytuacji braku wiarygodnych danych dotyczących składu chemicznego i jakości materiałów wsadowych oraz stanu wyjściowego pieca nie widzę podstaw do obarczania odpowiedzialnością za podwyższoną zawartość siarki w kąpeli metalowej pracowników prowadzących wytop.

### **Ocena merytorycznej strony pracy.**

Generalnie dysertacja pod względem merytorycznym jest napisana poprawnie i nie zawiera błędów podważających jej wartości poznawcze i użytkowe, na podstawie jej lektury stwierdzam, że doktorant wykazał się wiedzą zarówno teoretyczną jak i praktyczną w zakresie metalurgii pozapiecowej staliwa i umiejętnie swoją wiedzę wykorzystał realizując przedstawione badania. Ponadto, nie będąc pracownikiem badawczo-naukowym, poznał i z powodzeniem stosował nowoczesne techniki badawcze niezbędne w pracy naukowej.

Niestety pomimo ogólnego dobrego poziomu merytorycznego rozprawy autor nie ustrzegł się pewnych usterek, które z racji ciężącego na mnie obowiązku muszę wykazać, a w niektórych przypadkach domagać się także wyjaśnienia.

Pierwsza uwaga dotyczy używania zamiennie terminów stal i staliwo. O ile w dyskusji źródeł literaturowych dotyczących procesów metalurgicznych realizowanych w hutach czy stalowniach używanie pojęcia stal jest oczywiste, to w części pracy poświęconej badaniom własnym jest dyskusyjne. Szczególnie, że nie łatwo wskazać granicę po przekroczeniu której stal dla autora staje się staliwem, o czym świadczą następujące przykładowe cytaty zaczerpnięte z pracy: str. 41 „...podczas obróbki pozapiecowej staliwa...”, str. 66 „...obróbki pozapiecowej stali w kadzi...”, str. 110 „...procesu rafinacji staliwa w kadzi...” i str. 11 „...do momentu zalania formy ciekłą stalą...”. W tej sytuacji pojęcia stali i staliwa wymagają jasnego i jednoznacznego zdefiniowania.

W podrozdziale 8.3, który został zatytułowany „Pomiar aktywności tlenu w żużlu i ciekłej stali”, o jaką aktywność chodzi? Zastosowany w badaniach system Celox Firmy Heraeus ElectroNite służy do określania zawartości aktywnego tlenu w kąpeli metalowej lub w żużlu (zawartość FeO), zresztą prezentowane w dalszej części pracy wartości zmierzone autor podaje odpowiednio w ppm i %. Niemniej jednak w całej pracy operuje tym niepoprawnym terminem będącym najprawdopodobniej skrótem myślowym.

Kolejna uwaga dotyczy operowania symbolami pierwiastków lub związków chemicznych w nawiasach okrągłych bądź kwadratowych, można domyślać się intencji autora, ale brak jest w stosowaniu tego zapisu konsekwencji. W rezultacie spotyka się w pracy obok siebie zdania: „...w zawartości S przed spustem do kadzi...” i „...zawartością [S] przed spustem stali z pieca...” (str. 76). W tekście na stronie 76 symbol siarki został użyty 13 razy z tego 8 razy bez nawiasów, a 5 w nawiasach kwadratowych. O ile w zapisie reakcji metalurgicznych używanie różnych kształtów nawiasów jest obligatoryjne to intencje stosowania takiego zapisu w tekście dysertacji są niejasne.

Na stronie 50 w opisie metodyki identyfikacji wtrąceń niemetalicznych autor napisał, że pomiary przeprowadzono przy powiększeniu 200x na 15 polach pomiarowych, co najprawdopodobniej spełnia statystyczne wymogi poprawności pomiarów dotyczące liczby analizowanych obiektów. Nie podaje jednak rozmiaru sumarycznej powierzchni owych pól pomiarowych. Stąd nie wiadomo jak interpretować wyniki zliczania liczby wtrąceń, które zestawione zostały w tabeli 20 w postaci liczb bez jednostki miary, którą standardowo jest  $[1/\text{mm}^2]$ . Poza tym lepszym rozwiązaniem, bogatszym w informacje i znacząco ułatwiającym analizę wtrąceń jest stosowanie rozkładów liczby obiektów w klasach wielkości, które warto by było opracować, gdyż jak doktorant sam zauważa na stronie 80 „...proces argonowania wpłynął na wyeliminowanie dużych, nieregularnych wtrąceń...”. Dysponując rozkładami można byłoby określić jakie, pod względem rozmiarów wtrącenia są usuwane poprzez argonownie.

Wyjaśnienia wymaga także tabelaryczne zestawienie wyników pomiarów stężenia FeO w badanych żuźlach syntetycznych, które wzbudza w czytelniku lekką konsternację. Mianowicie począwszy od strony 54 w tabelach 5,6,7 i 8 zamieszczona jest kolumna z nagłówkiem „Przed spustem [%]” z wartościami zmierzonej zawartości FeO w badanych żuźlach syntetycznych. Jest to zaskakujące z uwagi na fakt, że żuźle te podawane były na strugę ciekłego metalu w trakcie spustu, o czym autor przypomina kilka linijek tekstu wcześniej. Ponadto autor nie komentuje zaskakującej dużej różnicy stężenia FeO zmierzonego w żuźlu OPTIMET C, w pięciu na siedem wytopów stężenie po spuście jest niemal dwukrotnie wyższe w porównaniu do dwóch pozostałych wytopów.

Ponadto dla zwiększenia przejrzystości przekazu pracy, opis prowadzonych eksperymentów wymaga uzupełnienia o kilka szczegółów technicznych, których brak nie pozwala na swobodną interpretację wyników. Mianowicie: jak technicznie rozwiązane zostało naprowadzanie żuźla na strugę ciekłego metalu w trakcie spustu, jakie były parametry argonowania (natężenie przepływu, ciśnienie, ilość gazu), na czym polegały wytopy łączone

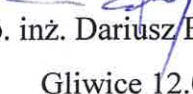
(kilka eksperymentalnych wytopów było realizowanych w ten sposób) i jak w ich przypadku odbywało się wprowadzania żuźla syntetycznego oraz co to jest próba lizakowa?

### Podsumowanie

Fakt, że recenzja zawiera więcej uwag krytycznych niż uwag podkreślających zalety pracy nie powinien być interpretowany jako negatywna ocena pracy. Pracę oceniam pozytywnie, mając jednocześnie nadzieję, że moje uwagi będą pozytywne przy przygotowaniu publikacji lub planowaniu kolejnych badań. Kandydat w sposób wystarczający zrealizował postawione sobie cele, a tym samym zrealizował zakres merytoryczny pracy. Podjął problem, którego rozwiązanie ma istotne znaczenie z punktu widzenia zarówno poznawczego jak i aplikacyjnego. Mgr inż. Michał Balicki wykazał się znaczącą wiedzą w dziedzinie metalurgii stopów żelaza, a stosowane przez niego metody i techniki badawcze świadczą pozytywnie o Jego przygotowaniu do pracy badawczej oraz zdolności do samodzielnego zaplanowania i przeprowadzenia eksperymentu.

Reasumując uważam, że przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgra inż. Michała Balickiego ma charakter oryginalnej pracy naukowej i zawiera istotne elementy poznawcze. Wykazał się On wiedzą umożliwiającą samodzielne prowadzenie badań naukowych, a Jego praca jest oryginalnym i użytecznym osiągnięciem stanowiącym istotny wkład w stan wiedzy w reprezentowanej dyscyplinie.

Na podstawie szczegółowej analizy przedłożonej mi do recenzji rozprawy doktorskiej mgra inż. Michała Balickiego pt. „Rola żuźli syntetycznych w procesie obróbki pozapiecowej staliwa stopowego L70H2GNM”, wykonanej pod kierunkiem Promotor prof. Barbary Kalandyk oraz promotora pomocniczego dr Sebastiana Sobuli, **stwierdzam, że praca ta w pełni spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim w Ustawie „O stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki” z dnia 14 marca 2003 roku z późniejszymi zmianami i zwracam się do Wysokiej Rady Wydziału Odlewnictwa Akademii Górniczo Hutniczej im. Stanisława Staszica w Krakowie o dopuszczenie mgra inż. Michała Balickiego do publicznej obrony.**

  
/dr hab. inż. Dariusz Bartocha Prof. PŚ/  
Gliwice 12.08.2019

## Wykaz błędów edycyjnych i językowych dostrzeżonych w pracy.

- str. 7 – „...nie dopuścić przerwania warstwy żużla...”,  
str. 8 – „Badania przeprowadzono na wytopach staliwa...”,  
str. 10 – „...zajmowali się m.in. T. Lis, K. Mamro czy [1,5,6,7,8].”,  
str. 13 i 14 – „podawania aluminium”, „wprowadzeniu Al”, „wprowadzenie glinu”,  
str. 17 – „Taki system umożliwi uzyskać...”,  
str. 18 – „...przy nast, ilość argonu...”,  
str. 21 – „...w piecach łukowych występują 2 różne żużle:”,  
str. 22 – „...wapno i tlenek glinu topi się oba składniki ...”,  
str. 23 – rys. 15 – brak odwołania w tekście,  
str. 25 – „...wpływa szkodliwie na ekologię...”,  
str. 32 – „W potrójnym układzie Fe-S-O jedną z przyczyn kruchości stali na gorąco są powstające eutektyki FeO-FeS...”,  
str. 32 – odwołania poprzez niewłaściwe numery wzorów,  
str. 34 – „Według powyższej zależności można wywnioskować...”,  
str. 37 – „...zmniejszenie wodoru, azotu i tlenu do bardzo małych zawartości.”,  
str. 39 – „...nastąpi poraża właściwości...”,  
str. 41 – „Stosowane jest przede wszystkim w odlewy...”,  
str. 45 – „...pobrano próbkę na skład chemiczny...”, „...firmy Celox...”,  
str. 48 – „zawartość siarki ... na różnych etapach technologii wytapiania staliwa...”,  
str. 50 – „... przedstawiono na rysunku E.”,  
str. 52 – „...transformaty Furiera...”,  
str. 59 – „...aktywność w (FeO) w żużlu...”,  
str. 62 – „Na podstawie uzyskanych wyników należy zwrócić uwagę na wytop łączony...”,  
str. 66 – „...na niestabilny argonowania w kadzi.”, „... na pięć losowo wybranych wytopach...”,  
str. 75 – „...zmniejszenie zawartości S w kąpeli do ok 21%.”,  
str. 77 – „...i wymagają wnikliwej całego procesu wytapiania stali na odlewy.”,  
str. 80 – niewłaściwy numer rysunku w odwołaniu,  
str. 92 – „... LTSF RG...”,  
str. 109 – „...były drobniejsze o ok. 1,6  $\mu\text{m}$ ...”,  
str. 110 – „... (pobrano z kadzi przed spustem z pieca...”,  
str. 114 – niewłaściwe numery rysunków w odwołaniach,  
str. 119 – „...w takie same pierwiastki jak: Mg, Al, Si...”,  
str. 122 – „...do obróbki pozapiecowe w małych...”, „...wykazują na bardzo dużą skłonność...”,  
str. 123 – „Kolejnym pierwiastkiem, obok S, ... jest zawartości tlenu...”,  
str. 124 – „Na podstawie uzyskanych badań zawartości [S]...”,  
str. 126 – „...co świadczyć o niestabilizowanych...”