

Dr hab. inż. Marcin Lutyński
Instytut Eksploatacji Złóż
Wydział Górnictwa i Geologii
Politechnika Śląska, Gliwice

RECENZJA

pracy doktorskiej mgr Agnieszki Dudzińskiej

pt.: „Badania sorpcji i desorpcji wybranych węglowodorów nienasyconych na węglach kamiennych w aspekcie zagrożenia pożarami endogenicznymi”

1. Przedmiot recenzji

Przedmiotem recenzji jest praca doktorska pt.: „Badania sorpcji i desorpcji wybranych węglowodorów nienasyconych na węglach kamiennych w aspekcie zagrożenia pożarami endogenicznymi”. Autorem pracy jest mgr Agnieszka Dudzińska, ubiegająca się o stopień doktora Nauk Technicznych przed Radą Naukową Głównego Instytut Górnictwa. Promotorem pracy doktorskiej jest prof. dr hab. Adam Smoliński, natomiast promotorem pomocniczym jest dr inż. Natalia Chowaniec.

Podstawą formalną opracowania recenzji jest pismo nr NSR/154/2016 Naczelnego Dyrektora Głównego Instytutu Górnictwa z dnia 5 lipca 2016 roku.

2. Ogólna charakterystyka recenzowanej pracy

Recenzowana praca liczy, wraz z załącznikami, 158 stron. Składa się z dziesięciu rozdziałów tj. wprowadzenia, celu naukowego i koncepcji badań, oceny stanu wiedzy, badań własnych, podsumowania oraz spisów: stu siedemdziesięciu pozycji przedmiotowej literatury wykorzystanej w opracowaniu, piętnastu tabel, jedenastu rysunków oraz ważniejszych symboli, oznaczeń i skrótów. Ponadto, w załączniku pracy znajduje się sześćdziesiąt rysunków przedstawiających izotermy sorpcji i desorpcji wybranych gazów na węglach kamiennych.

We wprowadzeniu Doktorantka uzasadniła podjęcie tematu dysertacji, który związany jest z bezpieczeństwem pracy w kopalniach węgla kamiennego tj. zjawiskiem niskotemperaturowego utleniania się węgla, które to zjawisko w warunkach kumulacji ciepła i przekroczeniu temperatury zapłonu może prowadzić do niebezpiecznych pożarów endogenicznych.

W drugim rozdziale pracy podano cel naukowy pracy jakim jest określenie chłonności sorpcyjnej węgla kamiennych względem węglowodorów nienasyconych tj. etylenu, propylenu i acetylenu oraz opisano plan badań przyjęty w dysertacji. **W pracy nie przedstawiono tezy badawczej, lecz opisano problem badawczy jakim jest określenie zależności pomiędzy chłonnością sorpcyjną węgla, a oceną zjawiska samozagrzewania się węgla.**

W trzecim rozdziale dokonano przeglądu literatury i omówienia stanu wiedzy w zakresie dwóch zagadnień poruszanych w pracy: problemu samozagrzewania się węgla kamiennych i metod jego oceny w warunkach kopalnianych oraz tematyki z zakresu sorpcji par i gazów na węglach kamiennych. Omówiono także wpływ właściwości fizykochemicznych węgla na proces sorpcji par i gazów.

Czwarty rozdział pracy zawiera opis badań sorpcji i desorpcji trzech wybranych węglowodorów nienasyconych na węglach kamiennych. Opisano metodykę badawczą przyjętą w pracy, stanowisko badawcze i procedurę badawczą. Szczegółowo opisano badania strukturalne próbek węgla kamiennych. W podrozdziałach opisano badania sorpcji odpowiednio etylenu, propylenu i acetylenu w czterech różnych temperaturach (298, 323, 348 i 272 K), a następnie w tej samej kolejności badania desorpcji tych gazów w temperaturze 298 K. W jednym z podrozdziałów wyznaczono niepewności pomiaru chłonności sorpcyjnej węgla. Podrozdział 4.6 zawiera omówienie wyników badań i wpływ tychże wyników na wskaźniki pożarowe bazujące na zawartości węglowodorów i innych gazów.

W załączniku 1 przedstawiono wszystkie izotermy sorpcji i desorpcji jakie wykorzystano w pracy.

Na podstawie przyjętego celu pracy i postawionego problemu badawczego oraz ustalonego zakresu pracy uważam, że przyjęty temat pracy doktorskiej jest trafny, a rozważane w niej zagadnienia mają znaczenie zarówno teoretyczne, jak i użyteczne.

3. Merytoryczna ocena pracy

Problem podjęty przez Doktorantkę dotyczy sorpcji i desorpcji trzech węglowodorów nienasyconych na węglach kamiennych w aspekcie zagrożenia pożarami endogennymi. Doniesienia literaturowe z tego zakresu są stosunkowo ubogie, gdyż badania sorpcji i desorpcji gazów na węglach kamiennych skupiają się głównie na dwóch gazach: metanie i dwutlenku węgla. Szczególnie w ostatnich latach pojawił się szereg publikacji z tego zakresu. Przedmiot badań wybranych przez Doktorantkę dotyczy problemu, który nie tylko jest interesujący z punktu widzenia poznawczego i pozwala na pogłębienie wiedzy i uzupełnienie bazy danych dotyczących sorpcji węglowodorów nienasyconych na węglach kamiennych, ale pozwala także na zastosowanie ich wyników w praktycznym i jakże istotnym celu – poprawie bezpieczeństwa pracy załóg w kopalniach.

Badania przeprowadzone przez Doktorantkę pozwoliły na określenie zależności pomiędzy budową chemiczną, petrograficzną i strukturalną węgla, a ich zdolnościami sorpcyjnymi w stosunku do etylenu, propylenu i acetyleny, które to gazy wydzielają się w trakcie procesu termicznego utleniania węgla. Metody oceny stanu zagrożenia pożarowego w oparciu o pomiar stężeń węglowodorów są najbardziej nowoczesnymi i powszechnie stosowanymi na Świecie metodami, które na wczesnym etapie informują o zaawansowaniu procesu samozagrzewania się węgla. Dlatego też, dogłębne badania procesu sorpcji tych gazów na węglach pozwolą na oszacowanie, w jakim stopniu poszczególne wskaźniki mogą być przydatne w praktyce. Sorpcja węglowodorów na węglach kamiennych może być przyczyną zmniejszenia ich zawartości w atmosferze kopalnianej, a w konsekwencji odchylenia wskaźników pożarowych wyznaczanych w oparciu o stężenia tych gazów w atmosferze kopalnianej.

Do istotnych walorów poznawczych pracy należy zaliczyć określenie chłonności sorpcyjnej dziesięciu węgla kamiennych zarówno z Górnośląskiego Zagłębia Węglowego (9 próbek), jak i z Lubelskiego Zagłębia Węglowego (1 próbka) w stosunku do trzech wybranych węglowodorów nasyconych (etylenu, propylenu i acetyleny) i powiązanie tych badań z budową tychże węgla. Badania wykazały, że największe zdolności sorpcyjne posiadają węgle wysokoporowate o dużej powierzchni właściwej porów i objętości porów lecz o niskim stopniu metamorfizmu i wysokiej zawartości wilgoci i tlenu. Wielkość sorpcji acetyleny jest 2-3 krotnie wyższa aniżeli etylenu i propylenu. Dla wszystkich próbek zaobserwowano

występowanie histerezy w izotermach sorpcji i desorpcji, które wskazują że proces sorpcji nie jest w pełni odwracalny co obserwowane jest w przypadku procesów sorpcji i desorpcji metanu i dwutlenku węgla.

Po analizie pracy, jej poziom merytoryczny oceniam pozytywnie.

4. Uwagi szczegółowe

Mimo pozytywnie ocenianej rozprawy doktorskiej mam kilka uwag/pytań do przedstawionych treści pracy, które wymagają wyjaśnienia:

1. Uważam, że tytuły niektórych rozdziałów i podrozdziałów powinny zostać ponownie przeanalizowane pod kątem ich adekwatności do treści i konsekwencji w użytych sformułowaniach. Rozdział 3 posiada tytuł „Ocena stanu wiedzy”, a jest faktycznie przeglądem literatury, natomiast podrozdział 3.9 „Wnioski z przeglądu literatury” jest raczej oceną istniejącego stanu wiedzy. Sądzę, że nazwa punktu 4.1.3 „Badane próbki węgla kamiennych” też jest niezbyt fortunnym sformułowaniem. Z korzyścią dla pracy byłoby także usunięcie słowa „badania” w tytułach kolejnych punktów w podrozdziałach 4.3 i 4.4, gdyż powtarza się ono sześciokrotnie.
2. Pewne zastrzeżenia budzi opis metodyki badawczej. Z opisu nie wynika jednoznacznie w jakim stanie próbki węgla znajdowały się przed umieszczeniem ich w aparacie sorpcyjnym. Czy był to stan roboczy, analityczny lub suchy? Według opisu próbki były uśredniane, rozdrabnianie i przechowywane w atmosferze helu przed właściwym badaniem sorpcyjnym. Informacja ta jest bardzo istotna, gdyż próbki w stanie roboczym mogły zawierać znacznie większą zawartość wilgoci aniżeli w stanie analitycznym. Mogło to mieć bezpośredni wpływ na uzyskane wielkości sorpcji.
3. Myślę, że z korzyścią dla przejrzystości pracy byłoby jasne sformułowanie jaką metodę pomiaru sorpcji wykorzystuje aparat użyty do badań. Oczywiście jest to metoda wolumetryczna (objętościowa) lecz brak takiego sformułowania w tekście pracy.
4. W mojej ocenie zabrakło szerszej dyskusji odnośnie kinetyki procesu sorpcji i desorpcji poszczególnych gazów na węglach. Użyto sformułowań, które mówią, iż czas ustalania równowagi sorpcyjnej wynosił kilka lub kilkanaście godzin. Z korzyścią dla pracy byłoby przedstawienie przykładowego wykresu osiągnięcia równowagi sorpcyjnej w jednym kroku pomiarowym dla np. trzech analizowanych gazów.

5. Czy badania sorpcji trzech gazów wykonywane były posobnie na tej samej próbce, czy też za każdym razem używano innej próbki węgla? Jeśli była to ta sama próbka i obserwowane są otwarte histerezy oznaczające, że część gazu nie została zdesorbowana to czy nie wpływa to na ograniczenie pojemności sorpcyjnej w przypadku kolejnego gazu, który sorbowany jest na tej próbce?
6. W przeglądzie literatury przedstawiono model izotermy Langmuira. Dlaczego w opracowaniu wyników nie posługiwano się dopasowaniem i parametrami izotermy Langmuira, która jest szeroko stosowana do opisu procesów sorpcji gazów na węglu?
7. Uważam, że podrozdział 4.6 zatytułowany „Omówienie wyników badań” powinien mieć inną nazwę, gdyż omówienie wyników badań zostało dokonane w podrozdziałach wcześniejszych. Podrozdział ten natomiast dotyczy zastosowania uzyskanych wyników badań w ocenie procesów samozagrzewania się węgla lub też w zastosowaniu we wskaźnikach pożarowych. Pozwoliłoby to także uwypuklić ten ciekawy i istotny element pracy.

W dalszych swoich opracowaniach Doktorantka powinna zwracać zdecydowanie większą uwagę na te elementy. Usterki te winny być usunięte przed dalszym publikowaniem wyników pracy.

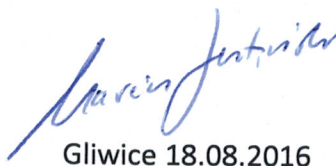
8. Wniosek końcowy

Przedstawione powyżej uwagi krytyczne nie umniejszają wartości recenzowanej pracy doktorskiej, która zawiera cenne walory poznawcze i posiada pewne znaczenie praktyczne. Jej wyniki, zaprezentowany sposób analizy problemu mogą być przydatne w wyznaczaniu wskaźników pożarowych, jak i do oceny własności sorpcyjnych węgla kamiennych w stosunku do węglowodorów nienasyconych.

Podsumowując stwierdzam, że Doktorantka podejmując zadanie badawcze wykazała się umiejętnością formułowania problemów naukowych, prowadzenia badań oraz dokonywania analiz wyników eksperymentalnych w celu rozwiązania tegoż problemu badawczego. Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska dotyczy dyscypliny naukowej górnictwo i geologia inżynierska, stanowi samodzielne rozwiązanie problemu, a Doktorantka wykazała się dobrym poziomem wiedzy teoretycznej w dyscyplinie naukowej, w której

przewiodła badania. Mgr Agnieszka Dudzińska dowiodła tym samym, że spełnia wymagania do otrzymania stopnia naukowego doktora nauk technicznych.

Stwierdzam, że praca doktorska mgr. Agnieszki Dudzińskiej pt. „Badania sorpcji i desorpcji wybranych węglowodorów nienasyconych na węglach kamiennych w aspekcie zagrożenia pożarami endogenicznymi” w pełni odpowiada warunkom określonym w art. 13 ustęp 1 Ustawy z dnia 14 marca 2003 o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. 2003 Nr 65 poz. 595) i wnoszę o dopuszczenie jej przez Radę Naukową Głównego Instytutu Górnictwa do publicznej obrony.



Gliwice 18.08.2016