



dr hab. inż. Anna Janina Dolata, prof. PŚ
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechniki Śląskiej
Katedra Technologii Materiałowych
ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice
tel. 32 603 4426

Katowice 23-03-2024 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Marcina Prochwicza
pt. „Opracowanie nowych materiałów aplikowanych na elementy wykorzystywane
w liniach przepływu ciekłych metali”.

Promotor: prof. dr hab. inż. Jerzy Morgiel
Promotor pomocniczy: dr Paweł Czaja

Podstawa opracowania:

Recenzję wykonano na zlecenie Pani dr hab. Joanny Wojewoda-Budka - Dyrektora Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. Aleksandra Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk w Krakowie (pismo nr DP.520.4.2023 z dnia 17 stycznia 2024 r.), zgodnie z uchwałą Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. Aleksandra Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk z dnia 16 listopada 2023 r.

I. Ocena problematyki badawczej

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska autorstwa Pana mgr inż. Marcina Prochwicza pt. „Opracowanie nowych materiałów aplikowanych na elementy wykorzystywane w liniach przepływu ciekłych metali” została wykonana pod kierunkiem promotora Pana prof. dr hab. inż. Jerzego Morgiela, jej promotorem pomocniczym był Pan dr Paweł Czaja.

Praca została zrealizowana w ramach programu „Doktorat wdrożeniowy” finansowanego przez Ministerstwo Edukacji i Nauki, wspierającego współdziałanie podmiotów systemu szkolnictwa wyższego z otoczeniem społeczno-gospodarczym oraz kształcenie doktorantów we współpracy z zatrudniającymi ich firmami. **Należy podkreślić, że badania zrealizowane w ramach opiniowanej pracy wpisują się w założenia powyższego programu, a także w zakres dyscypliny „inżynieria materiałowa”.**



Tematyka rozprawy doktorskiej dotyczy istotnych zagadnień materiałowo-technologicznych związanych z opracowaniem nowych lub modyfikacją znanych technologicznych powłok ochronnych o podwyższonych właściwościach z przeznaczeniem do zastosowań w przemyśle metalurgicznym.

Autor pracy skupił się na modyfikacji składu fazowego komercyjnych powłok, wytwarzanych na bazie masy Thermacoat™ w firmie Vesuvius Poland Sp. z o.o. w Skawinie, stosowanych obecnie jako bariery ochronne konstrukcyjnych elementów ceramicznych, takich jak korundowe lance wykorzystywane w liniach ciągłego odlewania stali (COS). Rolą tych wieloskładnikowych powłok, jest zabezpieczenie ogniotrwałych części ceramicznych narażonych na kontakt z ciekłym metalem i zmniejszenie naprężeń termomechanicznych występujących w początkowym stadium procesu odlewania. Powłoki te swoją funkcję ochronną winny również spełniać w czasie transportu, składowania i montażu.

Uważam, że Doktorant trafnie zidentyfikował problem do rozwiązania wskazując na znaczną kruchość stosowanych obecnie materiałów powłokowych. Powłoki te nanoszone są na elementy ceramiczne metodą zanurzeniową z uwodnionej masy, jednak po wysuszeniu są podatne na kruszenie i delaminację. Tego typu uszkodzenia, obok wad wynikających ze skurczu, dyskwalifikują ogniotrwałe wyroby ceramiczne do ich dalszego wykorzystania, a w konsekwencji są jednym z istotnych powodów zwiększenia braków produkcyjnych przy wytwarzaniu elementów wykorzystywanych w czasie pracy linii COS oraz źródłem wzrostu kosztów produkcji. Autor opiniowanej rozprawy zwrócił także uwagę na istotny aspekt środowiskowy wskazując, iż wykazywane braki jedynie w ograniczonym stopniu poddawane są procesom recyklingu, w większości wypadków traktowane są jako odpad.

Doktorant założył, że skoro masa Thermacoat™ wykazuje pewne podobieństwo do betonów, to również w tym przypadku będzie możliwe jej wzmocnienie poprzez zastosowanie dodatków w postaci włókien polimerowych lub ceramicznych.

Uważam, że problematyka badawcza przyjęta w opiniowanej rozprawie doktorskiej mgr. inż. Marcina Prochwicza jest aktualna i posiada potencjał aplikacyjny.

Przedłożona rozprawa doktorska wpisuje się w profil działalności firmy Vesuvius Poland Sp. z o.o. w Skawinie, producenta specjalistycznych wyłożyń ogniotrwałych przeznaczonych do kontaktu z ciekłym medium w procesach COS. Co istotne, spółka Vesuvius Poland wyraziła zainteresowanie efektami prac badawczo-naukowych recenzowanej rozprawy zrealizowanej w ramach współpracy z Instytutem Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN, co świadczy o ich praktycznym znaczeniu dla przedsiębiorstwa i wpisuje się w zamysł programu „doktorat wdrożeniowy”.

II. Charakterystyka pracy i ocena formalna rozprawy

Przedstawiona do recenzji rozprawa ma charakter eksperymentalno-badawczy. Napisana została w języku polskim, liczy łącznie 87 stron, w tym: stronę tytułową, podziękowania, spis



treści, wykaz ważniejszych skrótów i oznaczeń, streszczenia w języku polskim i angielskim, wstęp, aktualny stan badań, badania własne oraz literaturę.

Praca zawiera 57 rysunków oraz 9 tabel. Przegląd literatury obejmuje jedynie 34 pozycje, co nie jest standardem w przygotowaniu rozprawy doktorskiej. Słabą stroną tej części dysertacji jest także niewielka liczba cytowanych pozycji wydanych w ostatniej dekadzie (łącznie 13 prac). W spisie bibliografii znajdują się jedynie 3 artykuły wydane w latach 2019-2021. Ostatnia [34] pozycja jest pracą własną oznaczoną jako „przesłana do czasopisma Cement Wapno Beton”, w której pan Marcin Prochwicz jest pierwszym autorem (*Prochwicz M., Pomorska M., Maj Ł., Morgiel J., Microstructure and phase changes in polymer fiber modified Thermacoat™ lining exposed to contact with liquid steel*). Warto jednak zaznaczyć, że wszystkie cytowane pozycje literaturowe są zgodne z przyjętym tematem pracy doktorskiej.

Układ pracy można uznać za klasyczny, z podziałem na część literaturową („Rozdział I”) i eksperymentalno-badawczą („Rozdział II). Rozdział I, który Doktorant nazwał „AKTUALNY STAN BADAŃ” (str. 10-41), został zakończony syntetycznym podsumowaniem stanu wiedzy (str. 42-43) uzasadniającym postawioną tezę oraz przyjęte cele pracy (str. 44). Rozdział II pt. „BADANIA WŁASNE” wraz z dyskusją wyników (str. 81-83), podsumowaniem i wnioskami (str. 84) obejmuje łącznie 40 stron (str. 45-84). Elementem składowym części badawczej jest przygotowany przez mgr. inż. Marcina Prochwicza „Wstępny szacunek zysku i kosztów proponowanego wdrożenia”, dołączony do pracy w formie załącznika (*załącznik 1*). Zatem, proporcje omówionych rozdziałów można uznać za poprawne, część eksperymentalno-badawcza stanowi około 60 %.

Niestety redakcja pracy jest na niskim poziomie zarówno od strony przygotowania tekstu, jak i szaty graficznej. Większość tabel i rysunków zamieszczonych w części przeglądu literatury jest słabej jakości. W treści pracy znajduje się szereg błędów edycyjnych, stylistycznych, nieprecyzyjnych i potocznych określeń oraz drobnych literówek. Ze względu na ograniczenia objętościowe niniejszej recenzji nie sposób wymienić wszystkich, zatem odnoszę się jedynie do wybranych przykładów:

- 1) str. 3, „Spis treści”, pkt. 1.3 – jest: „...ciągłego odlewani stali...”, powinno być: „...ciągłego odlewania stali...”; ten sam błąd pojawia się w tytule rozdziału 1.3 na stronie 25;
- 2) str. 5, „Wykaz ważniejszych skrótów i oznaczeń” - jest: „DSC – przepływ ciepła”, powinno być: „DSC - skaningowa kalorymetria różnicowa”, zgodnie z poprawną terminologią zastosowaną w dalszej części pracy, np. na stronach 6 i 48;
- 3) str. 6, „Streszczenie”:
 - drugi akapit rozpoczyna następujące zdanie: „W niniejszej pracy skupiono się na analizie wpływu modyfikacji składu powłok z uwodnionej masy Thermacoat™ poprzez zmianę udziału cenosfer oraz wprowadzenie włókien polimerowych Belmix™, a także włókien ceramicznych Saffil™” – zacytowane zdanie wymaga korekty/uzupełnienia, podobnie jak zdanie rozpoczynające pierwszy akapit w rozdziale 7 (str. 45);
 - jest „...masie aplikowaną na ...”, powinno być: „...masie aplikowanej na...”;



- jest „...wykorzystując techniki DSC i DTA ...”, powinno być: „...wykorzystując techniki DSC i TGA...” zgodnie z przyjętym wykazem ważniejszych skrótów i oznaczeń (str. 5);
- 4) w treści pracy brakuje tytułów dwóch głównych rozdziałów wskazanych wcześniej w „Spisie treści”, tj. „Rozdział I. AKTUALNY STAN BADAŃ” (str. 10) oraz „Rozdział II. BADANIA WŁASNE” (str. 45);
- 5) „Rozdział 1.1”:
 - str. 18, jest „...w tab. nr 4 ...”, powinno być: „...w tabeli nr 4...”;
 - str. 19, jest „...materiałami inżynierskimi ...”, powinno być: „...materiałami inżynierskimi...”;
 - str. 19, jest „...ceramiki inżynierskiej...”, powinno być: „...ceramiki inżynierskiej...”;
- 6) w treści pracy brak numeracji równań, brak również odniesień literaturowych do cytowanych zależności (str. 23 i 24);
- 7) str. 24, jest: „...w którym: ...”, powinno być: „...gdzie: ...”;
- 8) str. 27, jest: „Do innych zadań kadzi pośrednich należy zapewnienie jednorodności termicznej i chemicznej Stali ...”, powinno być: „Do innych zadań kadzi pośrednich należą: zapewnienie jednorodności termicznej i chemicznej stali...”;
- 9) str. 29, jest: „Po dojściu do napełnienia $\frac{3}{4}$ kadzi...”, powinno być: „Po dojściu do napełnienia $\frac{3}{4}$ kadzi...”;
- 10) str. 30, jest: „...podawana procesom odzysku...”, powinno być: „...poddawana procesom odzysku ...”;
- 11) str. 32, jest: „...do odzysku mikrosfery w Polsce.”, powinno być: „...do odzysku mikrosfer w Polsce.”;
- 12) str. 33, jest: „...o średnicach większych od 0,500 mm...”, powinno być: „...o średnicy większej od 0,5 mm...”;
- 13) str. 33, jest: „Analizując zawartość w mikrosferach metali ciężkich...”, powinno być: „Analizując zawartość metali ciężkich w mikrosferach ...”;
- 14) str. 36, jest: „...związki chemiczne typu tlenków (SiO₂, Al₂O₃, TiO₂, ZrO₂)...”, powinno być: „...związki chemiczne typu tlenków (SiO₂, Al₂O₃, TiO₂, ZrO₂)...”;
- 15) str. 37, jest: „Włókna zbrojące kompozyty.... Przyjmują formę tzw. rovingu, tkanin lub mat...” - włókna nie przyjmują formy „rovingu, tkanin lub mat”, a są przetwarzane do postaci rovingu, tkanin i mat;
- 16) str. 38, jest: „Najlepszych właściwości wytrzymałościowe...”, powinno być: „Najlepsze właściwości wytrzymałościowe...”; aczkolwiek można byłoby zamienić słowo „najlepsze” na „korzystne”;
- 17) str. 39, jest: „...zapobieżenie powstawaniu pęknięć...”, powinno być: „...ograniczenie powstawania pęknięć ...” lub „...ograniczenie propagacji pęknięć ...”;
- 18) „5. Podsumowanie stanu wiedzy”:
 - str. 42, jest: „...przewodności cieplej...”, powinno być: „...przewodności cieplnej...”;
 - str. 43, jest: „...procedur zwilżanych ...”, powinno być: „...procedur związanych ...”;
- 19) „7. Materiały badane i metody eksperymentalne”, str. 45:



- jest: „...komercyjnie...”, powinno być: „...komercyjnej...”;
 - jest: „...proszki cenosfery...”, powinno być: „...proszki cenosfer...”;
 - jest: „...powłokę ochronnych...”, powinno być: „...powłokę ochronną...”;
 - jest: „...1,5% wag. % włókien polipropylenowych o średnicy ~ 34 μm Belmix™...”, powinno być: „...1,5 % wag. włókien polipropylenowych (Belmix™) o średnicy ~ 34 μm ...”;
 - Tabela 7, jest: „...Mpa...”, powinno być: „...MPa...”;
- 20) str. 50, „9.1. Badania wytrzymałościowe”:
- jest: „...eksensometr...”, powinno być: „...ekstensometr...”;
 - jest: „...przeprowadzona...”, powinno być: „...przeprowadzono...”;
- 21) str. 52, „9.2. Charakterystyka mikrostruktury i właściwości cenosfer”, jest: „...pod...”, powinno być: „...po...”;
- 22) str. 58, rys. 25 został zamieszczony jako rys. 6a w publikacji własnej, tj.: Prochwicz M., Czaja, P., Morgiel J., Czeppe T., Góral A. *Microstructure, Thermal and Mechanical Properties of Refractory Linings Modified with Polymer Fibers. Ceramics 2022,5,173–181* - brak takiego odwołania zarówno pod rysunkiem, jak i w spisie literatury; o tym, że jest to ten sam rysunek świadczy znacznik (a) w lewym górnym rogu;
- 23) praca napisana jest w języku polskim, natomiast niektóre rysunki i wykresy zostały opisane w języku angielskim (np. rys. 25, 26, 35 -37, 39, 43, 45, 46);
- 24) w całej treści pracy brak konsekwencji zarówno w formatowaniu podpisów pod rysunkami, jak i w indeksowaniu rozdziałów i podrozdziałów;
- 25) w rozprawie powszechnie używane jest błędne określenie liczby mnogiej do „temperatury”; także w tezie rozprawy znalazły się wyrażenia, tj.: „temperatury otoczenia” oraz „w wysokich temperaturach”; w wielu przypadkach należało zastosować, np.: „zakresy temperatury”, „wartość temperatury”, itd.;
- 26) w pracy zauważalne jest zamienne stosowanie pojęć, tj.: własność/właściwość; uważam, że właściwym terminem zwłaszcza w opisie i charakterystyce materiałów inżynierskich jest określenie ich właściwości a nie własności.

III. Ocena merytoryczna rozprawy

Bez wątplenia mocną stroną pracy jest syntetyczny wstęp przygotowany przez Autora rozprawy, który wprowadza jej czytelnika w problematykę badawczą, wskazuje na główne problemy i korzyści związane z opracowaniem i wdrożeniem do produkcji nowych lub zmodyfikowanych materiałów powłokowych przeznaczonych na elementy ceramiki ogniotrwałej pracujące w liniach przepływu ciekłych metali.

W mojej opinii bardzo ograniczony przegląd literatury doprowadził do tego, że studium aktualnego stanu badań zawiera w przeważającej części ogólną i powszechnie znaną wiedzę z zakresu materiałów ceramicznych, a nie ceramicznych materiałów ogniotrwałych jak sugeruje główny tytuł rozdziału 1. Co prawda, Doktorant w podrozdziale 1.1 podjął próbę szerszej



charakterystyki ceramiki specjalnej (z podziałem na ceramikę tlenkową, azotkową, węglkową i wielofazową) z uwzględnieniem jej właściwości. Brak staranności w opracowaniu tej części dysertacji utrudnia jej ostateczny odbiór. Jako przykłady braku weryfikacji treści można wskazać:

- 1) tabele przedstawione na str. 13 (tabela 1) i str. 14 (tabela 2) nie zawierają danych dotyczących zastosowania ceramiki, do których Autor odnosi się w tekście na stronie 12;
- 2) tabela zamieszczona na str. 16 (tabela 3) nie zawiera żadnych wartości liczbowych w odniesieniu do właściwości mechanicznych i fizycznych, do których Autor odwołuje się na stronie 15;
- 3) z kolei tabela 4, w której zamieszczono wybrane właściwości omawianej ceramiki została umieszczona w części opisującej ceramikę cyrkonową na str. 18.

Tematyka dotycząca właściwości mechanicznych materiałów ceramicznych, istotna z punktu widzenia zakresu badań własnych, została przedstawiona w bardzo ogólny sposób (podrozdział 1.2). Autor na rysunku 1 (str. 22) w schematycznej prezentacji sposobu obciążenia materiału w próbach rozciągania, zginania i ściskania przedstawił uproszczony model porównujący wytrzymałość na rozciąganie z wytrzymałością przy zginaniu i ściskaniu. Nie uzasadnił jednak takich założeń i nie podał odwołań do literatury w tym temacie. Co więcej, w treści całego omawianego rozdziału nie wskazał żadnego odniesienia do literatury (str. 22-24). Zważywszy na to, że Doktorant w części badawczej skupił się na ocenie właściwości mechanicznych wyznaczanych w próbie trójpunktowego zginania, dziwi brak zarówno szczegółowej analizy tego stanu naprężeń, jak i brak przeglądu literatury dotyczącej metodyki badań w tym zakresie.

Równie ważnym z punktu widzenia tematu rozprawy jest podrozdział rozdział 1.3, w którym Autor szczegółowo przedstawił elementy linii odlewniczej i specyfikę procesu ciągłego odlewania stali (COS). Krótko omówił obszar zastosowania ceramiki tlenkowej, zwracając uwagę na potrzebę wydłużenia trwałości elementów ceramicznych oraz ograniczenie ryzyka szoku termicznego w kontakcie z ciekłym metalem poprzez zabezpieczane wyrobów dodatkowymi powłokami ochronnymi.

Doktorant w rozdziale 2 wskazał istotne problemy dotyczące recyklingu złomu ceramicznego jako źródła surowców do wytwarzania nowych materiałów ogniotrwałych, słusznie skupiając się na mikrosferach stanowiących jeden ze składników masy Thermacoat™ modyfikowanej w części badawczo-eksperymentalnej.

Mam kilka uwag merytorycznych do treści rozdziału 3 rozprawy, który dotyczy zagadnień z zakresu materiałów kompozytowych oraz do treści rozdziału 4, w którym zostały omówione możliwości zastosowania włókien polipropylenowych jako zbrojenia mas betonowych.

1. W klasyfikacji materiałów kompozytowych z uwagi na rodzaj materiału osnowy (rozdział 3, str. 35) zostało wprowadzone pojęcie „osnowy betonowej” bez wskazania źródła opracowania, na podstawie którego przyjęto taki podział. Z kolei wcześniej





- (rozdział 1.1, str. 21) można przeczytać, że: „Beton (w dzisiejszym rozumieniu) składa się z piasku i kamieni (kruszywa) spojonych cementem, a więc można go uznać za jedną z postaci materiałów kompozytowych” – tutaj również nie wskazano źródła. Powyższe, sprzeczne informacje wymagają komentarza Autora pracy.
2. Na rys. 6 (rozdział 3, str. 36) przedstawiono znany z literatury schemat prezentujący różne postaci zbrojenia stosowane w materiałach kompozytowych, przy czym jako źródło cytowania wskazano podręcznik akademicki, który nie zawiera takiego schematu tj.: [14] *Śleziona J.: Podstawy technologii kompozytów. Wyd. PŚl., Gliwice 1998*. Jego powszechnie dostępnym źródłem jest publikacja niewymieniona w wykazie, tj. „*Lindroos V.K., Talvitie M.J.: Recent advances in metal matrix composites. Journal of Materials Processing Technology 53 (1995) 273-284*”, w której jako pierwotne odniesienie podano: „*Clyne T.W., Withers P.J., An Introduction to Metal Matrix Composites, Cambridge University Press, Cambridge, UK, 1993*”.
 3. Na stronie 39 (rozdział 4) w drugim akapicie Autor błędnie zastosował pojęcie struktura przedstawiając geometrię włókien polipropylenowych, czyli ich długość i średnicę.
 4. W świetle problematyki badawczej zasadne byłoby zwrócenie większej uwagi na zagadnienia związane z mechanizmami umocnienia w kompozytach o osnowie ceramicznej, szczególnie na układ krucha osnowa – plastyczne wzmocnienie. Należałoby również rozwinąć temat efektywności umocnienia włóknami, zwłaszcza że Autor na stronie 41 wskazał na „większą efektywność włókien o długości 12mm w porównaniu z włóknami o długości 20mm”, powołując się na opublikowane wyniki badań [25].

Opracowany przegląd literatury został zakończony syntetycznym podsumowaniem (rozdział 5), w którym Doktorant przedstawił ideę rozprawy doktorskiej oraz problem do rozwiązania, to jest znaczna kruchość powłok ochronnych stosowanych obecnie na elementy ceramiki ogniotrwałej.

Rozeznanie tematyki, a zapewne także praktyka przemysłowa mgr inż. Marcina Prochwicza stały się podstawą do przyjęcia następującej tezy pracy (rozdział 6): „modyfikacja cementopodobnych powłok nakładanych na elementy ceramiczne linii COS ciętymi włóknami umożliwi zwiększenie ich odporności na obciążenia mechaniczne w temperaturach otoczenia bez pogarszania ich własności ochronnych w wysokich temperaturach”.

W mojej opinii sformułowana teza wymaga korekty edycyjnej – liczba mnoga w odniesieniu do temperatury.

Autor rozprawy dla zweryfikowania postawionej tezy sformułował w punktach główne cele pracy (rozdział 6):

„• określenie optymalnego rodzaju włókien przydatnych do umocnienia masy Thermacoat™ oraz wielkości takiego dodatku.

oraz przeprowadzenie:



- wielkoskalowej charakterystyki mikrostruktury masy Thermacoat™ w stanie zgodnym z obecnymi procedurami technologicznymi oraz po modyfikacji włóknami,
- pomiarów właściwości mechanicznych masy Thermacoat™ w stanie zgodnym z obecnymi procedurami technologicznymi oraz po modyfikacji włóknami,
- testów w skali laboratoryjnej oddziaływania ciekłej stali na zmodyfikowaną włóknami masę Thermacoat™.”

W mojej opinii tylko pierwszy punkt jest celem pracy, pozostałe mają charakter zakresu badań. Jak sądzę, Doktorant przyjmując jako wskaźnik „wielkość dodatku” miał na myśli udział wagowy dodatków stosowanych do modyfikacji masy Thermacoat™, co potwierdza późniejszy opis badanych materiałów przedstawiony w rozdziale 7 (str. 45). Ten sam błąd pojawia się w treści wniosku 2 (rozdział 15, str. 84).

Należy podkreślić, że Doktorant zrealizował szeroki zakres badań, który można podzielić na kilka etapów. Pierwszy etap obejmował:

- 1) analizę składu fazowego (XRD), pomiary ubytku masy (TGA) i wilgotności oraz ocenę mikrostruktury cenosfer (SEM), (rozdział 9.2, str. 51-54);
- 2) analizę mikrostruktury (LM, SEM), badania lokalnego składu chemicznego (SEM/EDS) i fazowego (XRD) masy Thermacoat™ oraz analizę efektów cieplnych (TGA, DSC) zachodzących w czasie jej nagrzewania w zakresie temperatury od 0°C do 800°C, (rozdziały 9.3 i 9.4, str. 55-59);
- 3) ocenę struktury włókien polipropylenowych (Belmix™) i ceramicznych (Saffil™) (rozdział 9.5, str. 60-61);
- 4) próby modyfikacji masy Thermacoat™ z wykorzystaniem cenosfer oraz przypadkowo ukierunkowanych włókien ceramicznych i polipropylenowych, (rozdział 10);
- 5) ocenę właściwości wytrzymałościowych wytworzonych próbek materiałów z wykorzystaniem próby trójpunktowego zginania (rozdział 10, str. 62-67).

Doktorant, na podstawie analizy wyników uzyskanych w próbie trójpunktowego zginania (rozdział 10), do dalszych badań wskazał włókna polipropylenowe jako dodatek modyfikujący wyjściową masę Thermacoat™.

W kolejnym etapie (rozdział 11, str. 65-67) Autor pracy skupił się na doborze udziału wagowego przypadkowo ukierunkowanych włókien polipropylenowych, a jako kryterium oceny przyjął wyniki uzyskane w próbie trójpunktowego zginania. Następnie na podstawie obserwacji struktury przełomów do dalszych prac jako najbardziej efektywny wytypował 1% udziału wagowego włókien polipropylenowych.

W ramach realizacji prac eksperymentalnych, Doktorant zaproponował autorskie rozwiązanie prowadzące do ukierunkowania włókien polipropylenowych stosowanych w masie Thermacoat™ (rozdział 12, str. 68-70). Do oceny właściwości mechanicznych tak wytworzonych próbek ponownie przyjął wyniki uzyskane w próbie trójpunktowego zginania.



Istotną częścią recenzowanej pracy jest rozdział 13, w którym mgr. inż. Marcin Prochwicz dokonał analizy zjawisk związanych z oddziaływaniem zmodyfikowanej powłoki w kontakcie z ciekłą stalą. Należy podkreślić, że Doktorant przeprowadził szczegółową charakterystykę mikrostruktury obszaru bezpośrednio narażonego na działanie wysokiej temperatury. Do oceny zachodzących zmian w strukturze powłoki wykorzystał szereg zaawansowanych metod i technik badawczych mikroskopii elektronowej (tj. SEM, TEM, STEM, STEM/HAADF).

Pracę kończą dyskusja wyników (rozdział 14, str. 81-83) oraz krótkie podsumowanie i wnioski (rozdział 15, str. 84).

Dobór rodzaju i udziału dodatku modyfikującego spełniającego założenia rozprawy, tj. ograniczenie kruchości badanej powłoki przy jednoczesnym zachowaniu jej głównej funkcji jaką jest ochrona ceramiki ogniotrwałej w kontakcie z ciekłym metalem, wymagało od Doktoranta przeprowadzenia szeregu badań, pomiarów i analiz. Zakres prac badawczo-eksperymentalnych oraz dobór metod badawczych należy uznać za właściwe.

Uważam, że mgr. inż. Marcin Prochwicz w swojej rozprawie doktorskiej zgromadził oryginalny materiał badawczy, na podstawie którego doprowadził do powiązania wybranych parametrów materiałowych z założonymi właściwościami użytkowymi powłoki Thermacoat™ zmodyfikowanej włóknami polipropylenowymi. Tym samym zrealizował założony cel i potwierdził słuszność postawionej tezy.

Uwagi ogólne i szczegółowe do rozdziału II pt. „BADANIA WŁASNE”

Przyjęta przez mgr. inż. Marcina Prochwicza chaotyczna koncepcja prezentacji wyników badań własnych (rozdział II) utrudnia zarówno odbiór, jak i ocenę tej części pracy. W mojej opinii korzystne byłoby zamieszczenie w treści rozprawy schematów przedstawiających plan badań i zakres badań, co pozwoliłoby na uporządkowanie prezentowanych wyników. Brak staranności w opracowaniu tej części dysertacji skutkuje tym, że Autor łączy opis wybranych metod i technik badań z opisem urządzeń oraz charakterystyką mikrostruktury i oceną właściwości badanych materiałów.

Przykładem jest rozdział 9 zatytułowany „Stosowane metody badawcze”, który Doktorant rozpoczyna podrozdziałem 9.1 pt. „Badania wytrzymałościowe”. Wbrew tytułowi pierwszy akapit zawiera opisy metod oceny mikrostruktury (SEM) oraz metod analizy termicznej (TGA, DSC). Następnie Autor przedstawia wymiary próbek i ogólną charakterystykę maszyny wytrzymałościowej Tira Test 2820, którą wykorzystał do badań wytrzymałości na zginanie. W dalszej części wprowadza opis maszyny wytrzymałościowej INSTRON 6025, którą zastosował do „testów obciążeń zgniatających”, a w końcowym akapicie wraca do metod analizy termicznej. W omawianym podrozdziale Doktorant pominał istotne informacje na temat parametrów próby zginania trójpunktowego, tj.: odległość pomiędzy podporami, promień trzpienia i podpór, prędkość obciążenia, a także warunków „testu obciążeń zgniatających” (np. prędkość obciążenia, przekrój próbki).



Z kolei, w podrozdziale 9.2 pt. „Charakterystyka mikrostruktury i właściwości cenosfer” Doktorat przedstawia wyniki analizy składu fazowego (XRD), wyniki analizy termicznej (TGA) oraz obrazy SEM mikrostruktury cenosfer pobranych z trzech różnych partii. Z prezentowanych treści nie wynika, czy przedstawione badania dotyczyły jedynie materiału stosowanego do wytwarzania masy Thermacoat™ w zakładach Vesuvius, czy też były to próbki cenosfer, które Doktorant zastosował w badaniach własnych jako dodatek modyfikujący skład fazowy masy wyjściowej.

Ważną częścią podrozdziału 9.2 jest próba oceny „wielkości” (średnicy) cenosfer w badanych trzech partiach materiału. Tymczasem, Autor w opisie tej części badań przedstawia tylko jeden rozkład (rys. 18) i wskazuje, że pomiarów średnicy cenosfer dokonał na podstawie obserwacji obrazów SEM. Zważywszy, że Doktorant na kolejnych rysunkach przedstawia obrazy SEM cenosfer dla różnych trzech partii (rys.19 i 20), nie jest jasne której partii materiałów dotyczy rysunek 18.

Biorąc pod uwagę, że Autor pracy nie wymienił wszystkich parametrów przy jakich realizowane były próby zginania, moje uwagi w tym zakresie mają jedynie charakter przypuszczenia. Analizując wyniki przedstawione w rozdziałach 10 - 12 uważam, że Doktorant nie wyznaczył naprężeń przy zginaniu, oceniał jedynie wskaźnik wyznaczony jako stosunek siły do przekroju próbki. Moje założenie wynika z tego, że w warunkach próby trójpunktowego zginania dla odległości pomiędzy podporami 50.8 mm (*dane z publikacji: Prochwicz M., Czaja, P., Morgiel J., Czeppe T., Góral A. Microstructure, Thermal and Mechanical Properties of Refractory Linings Modified with Polymer Fibers. Ceramics 2022,5,173–181*) przy sile 30 N (rys. 35) wartość naprężenia przy zginaniu wynosi 0.67 MPa. Natomiast przyjmując stosunek siły 30 N do przekroju powierzchni 15 x 15 mm umowny wskaźnik wynosi 0.13 N/mm², to jest 0.13 MPa i jest zbliżony do tego, który przedstawiono w rozdziale 10 (str. 63, cyt. „średnia wytrzymałość próbek z masy Thermacoat™ kształtowała się na poziomie 0.12 MPa”). Do dyskusji pozostawiam zatem kwestię, czy przedstawione wyniki dotyczą wytrzymałości na zginanie, czy też są umownym wskaźnikiem, który umożliwił Doktorantowi porównanie badanych materiałów.

Dla jasności opisu proponuję, aby dla przedstawionych w pracy charakterystyk obciążenia materiału w próbie trójpunktowego zginania w miejsce „zależność siły od trawersu kowadła” przyjęć zapis – zmiana wartości siły obciążenia w funkcji ugięcia materiału.

W podrozdziale 12.1 (str. 70-71) Autor przedstawił wyniki analizy termicznej (TGA i DSC) dla masy Thermacoat™ z różnym udziałem włókien polipropylenowych. W mojej opinii ten fragment badań jest kontynuacją prac opisanych w rozdziale 11 (str. 65-67).



Pytania i zagadnienia do dyskusji w czasie obrony

1. Ile próbek zostało przebadanych w próbie zginania trójpunktowego?
2. Proszę o wyjaśnienie czy przedstawione w pracy wyniki dotyczą wytrzymałości na zginanie, czy też są umownym wskaźnikiem, który umożliwił porównanie badanych materiałów.
3. Jaka jest grubość powłoki nakładanej na elementy ceramiki ogniotrwałej? W jakim stopniu wyniki zrealizowanych badań wytrzymałościowych dla próbek o wymiarach 15 x 15 mm pozwalają na ocenę właściwości powłoki?
4. Na ilu próbkach dokonano obserwacji mikrostruktury i w jakim stopniu badane obszary zmodyfikowanych powłok są reprezentatywne dla całej powierzchni próbek (ile obserwacji wykonano dla jednej próbki)?
5. Mając na uwadze, że w treści rozprawy opracowana powłoka została nazwana materiałem kompozytowym, proszę o wyjaśnienie jaki jest charakter umocnienia w materiale w przypadku, gdy włókna są ułożone równoległe do kierunku obciążenia („kierunku posuwu kowadła”) o czym mowa w rozdziale 14.

IV. Podsumowanie i wniosek końcowy

Podsumowując stwierdzam, że problematyka badawcza rozprawy doktorskiej autorstwa mgr inż. Marcina Prochwicza jest oryginalna i wpisuje się w obraną ścieżkę doktoratu wdrożeniowego. Przygotowana przez Doktoranta symulacja zysków i kosztów wprowadzenia do produkcji powłok ochronnych modyfikowanych włóknami polipropylenowymi może być podstawą do realizacji prac badawczo-rozwojowych związanych z wdrożeniem opracowanego rozwiązania do praktyki przemysłowej w firmie Vesuvius Poland Sp. z o.o.

Mgr inż. Marcin Prochwicz wykazał się dostateczną wiedzą w dyscyplinie inżynieria materiałowa w zakresie metalurgii i materiałów kompozytowych, o czym świadczą wyniki zrealizowanych prac badawczo-eksperymentalnych. Autor spełnił założony cel rozprawy.

We wniosku końcowym stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska Pana mgr inż. Marcina Prochwicza pt.: „Opracowanie nowych materiałów aplikowanych na elementy wykorzystywane w liniach przepływu ciekłych metali”, spełnia w stopniu minimalnym wymagania formalne stawiane rozprawom doktorskim zawarte w ustawie z dnia 20 lipca 2018 r. – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (t.j. Dz.U. 2023 poz. 742 z późn. zm.). Wnioskuje zatem o dopuszczenie jej do publicznej obrony przed Radą Naukową Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. Aleksandra Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk.