

Prof. dr hab. inż. Łukasz Drobiec
Katedra Konstrukcji Budowlanych
Wydział Budownictwa
Politechnika Śląska
ul. Akademicka 5, 44-100 Gliwice

Gliwice, 2.09.2024 r.



Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny Skoczylas

pt. „**W P Ł Y W N A N O M E T R Y C Z N Y C H C Z Ą S T E K G L I N K I K O P A L N I A N E J N A O D P O R N O Ś Ć T E R M I C Z N Ą K O M P O Z Y T Ó W C E M E N T O W Y C H**”.

1. Podstawa opracowania recenzji

Podstawą opracowania recenzji jest uchwała nr 7 Rady Dyscypliny Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie z dnia 29.05.2024 r.

2. Charakterystyka rozprawy

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Skoczylas pt. „Wpływ nanometrycznych cząstek glinki kopalnianej na odporność termiczną kompozytów cementowych”. Praca ma charakter teoretyczno-badawczy i składa się z 7 rozdziałów, bibliografii, streszczenia z języku polskim i angielskim, spisu rysunków i tabel oraz załącznika. Bibliografia obejmuje 249 pozycji piśmiennictwa, w tym 1 współautorska pozycja Doktorantki oraz 16 norm, 5 raportów, 5 stron internetowych i 2 akty prawne. Tekst rozprawy liczy 194 strony i zawiera 115 rysunków i 13 tabel. Załącznik do rozprawy liczy 49 stron i zawiera 54 tabele i 10 rysunków. Na początku pracy zamieszczono spis treści, streszczenie pracy w języku angielskim i polskim oraz spis oznaczeń.

W rozdziale 1 (Wstęp), opisano uzasadnienie wyboru tematu rozprawy oraz układ rozprawy.

W rozdziale 2 (Przegląd literatury) opisano charakterystykę glinki kopalnianej i glinki przemysłowej. Omówiono wpływ podwyższonej temperatury na właściwości betonu oraz możliwości wykorzystania glinki w kształtowaniu odporności kompozytów cementowych. Opisano temat nanotechnologii, w tym nanomateriały stosowane w kompozytach cementowych. Przedstawiono regulacje prawne dotyczące emisji dwutlenku węgla, a w szczególności wpływ przemysłu cementowego na ta emisję. Na końcu rozdziału zamieszczono podsumowanie przeglądu literatury.

W rozdziale 3 (Tezy i cel pracy) opisano trzy tezy rozprawy, które brzmią:

- ❑ Możliwe jest wykorzystanie kopalnianej glinki haloizytowej w składzie kompozytów cementowych jako zamiennika haloizytu o strukturze nanocząstek uzyskanego metodą przemysłową.
- ❑ Częściowe zastąpienie cementu glinką kopalnianą nie wpływa na pogorszenie właściwości kompozytu cementowego.
- ❑ Dodanie glinki kopalnianej do składu kompozytów cementowych poprawia odporność na działanie wysokiej temperatury.

Celem pracy jest wykazanie wpływu nanometrycznych cząstek glinki kopalnianej jako częściowego zamiennika cementu, na wybrane właściwości kompozytów cementowych sezonowanych w różnych warunkach termicznych. Aby ten cel zrealizować przyjęto następujący zakres prac:

- ❑ przebadanie i porównanie dwóch materiałów: glinki kopalnianej i glinki przemysłowej oraz uznanie możliwości podjęcia badań zasadniczych na materiale kopalnianym,
- ❑ wytypowanie podczas badań wstępnych na zaczynach cementowych i stwardniałych zaczynach cementowych optymalnej ilości glinki dodawanej jako zamiennik cementu w składzie zapraw cementowych,
- ❑ przebadanie i przeanalizowanie wpływu glinki kopalnianej jako zamiennika cementu w składzie zapraw cementowych.

Rozdział 4 (Metodyka i program badań) opisuje przedmiot badań, materiały wykorzystane do badań, zestawienie i składy mieszanek oraz opis przygotowania i sezonowania próbek w laboratorium. W rozdziale opisano również zakres badań, które podzielono na wstępne i zasadnicze oraz opisano metodykę przeprowadzenia badań wstępnych i zasadniczych. Badania prowadzono zgodnie z normami PN-EN dotyczącymi badań zaczynów i zapraw. Warto tu zwrócić uwagę, że w ramach pracy doktorskiej przebadano 1188 próbek. Badania prowadzono w trzech ośrodkach badawczych: na Technische Universität (TU) w Berlinie, Technische Universität (TU) w Dreźnie oraz Zachodniopomorskim Uniwersytecie Technologicznym na Wydziale Budownictwa i Inżynierii Środowiska oraz na Wydziale Biotechnologii i Hodowli Zwierząt. Recenzent nie doczytał w rozprawie jakie badania prowadzono w którym ośrodku i jest tego niezmiernie ciekaw, prosi więc o uszczegółowienie podczas publicznej obrony rozprawy.

W rozdziale 5 (Wyniki badań i dyskusja) opisano kolejno wyniki przeprowadzonych badań i analizę tych wyników. Rozdział podzielono na dwa podrozdziały dotyczące wyników i analizy badań wstępnych i badań zasadniczych. W przypadku badań wstępnych analizowano powierzchnię właściwą glinek: kopalnianej przed wygrzaniem, glinki kopalnianej kalcynowanej oraz glinki przemysłowej firmy Sigma Aldrich. Analizie poddano ponadto granulometrię rozkładu ziaren glinek metodą dyfrakcji laserowej, wykonano fluorescencyjną analizę rentgenowską XRF, analizę mikrostruktury, dyfrakcję rentgenowską, analizę termogravimetryczną, badania toksyczności i badania wytrzymałości na ściskanie stwardniałych zaczynów.

W badaniach zasadniczych na podstawie analizy wyników badań wstępnych do badań przyjęto zastosowanie glinki kalcynowanej w ilościach od 0.5 % do 2.5 % masy cementu. W badaniach zasadniczych analizowano: rozwój wytrzymałości na zginanie zapraw, rozwój wytrzymałości na ściskanie zapraw, wpływ temperatury na wytrzymałości na zginanie zapraw, wpływ temperatury na wytrzymałości na ściskanie zapraw, ubytek masy próbek po wygrzewaniu, gęstość objętościową stwardniałej zaprawy, absorpcję wody i parametry cieplne.

W rozdziale szóstym (Analiza statystyczna) przedstawiono analizę statystyczną. Za pomocą regresji liniowej w programie OriginPro 2021b stworzono 6 modeli funkcji liniowych dla 6



badanych zapraw. Uzyskano zbliżony współczynnik korelacji liniowej na poziomie (-0,98). Następnie przeprowadzono jednoczynnikową analizę wariancji. Obliczeń dokonano przy użyciu oprogramowania OriginPro 2021b i potwierdzono statystyczną istotność modelu liniowego.

W rozdziale 9 (Podsumowanie i wnioski) opisano wnioski wynikające z analizy wyników badań.

Załącznik 1 zawiera tabelaryczne zestawienia wyników badań.

3. Ocena merytoryczna rozprawy

3.1. Ocena doboru tematu i postawionych celów rozprawy

Odporność materiałów budowlanych na warunki pożarowe jest bardzo ważną ich cechą. Modyfikacje prowadzące do zwiększenia tej odporności zawsze zasługują na uwagę. Jeśli dodatkowo modyfikacje te prowadzą do ograniczenia śladu węglowego, to należy uznać je za niezmiernie istotne. Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że podjęty przez Doktorantkę temat rozprawy jest oryginalny i aktualny, oraz zasadny i ważny tak z naukowego, jak i z praktycznego punktu widzenia. Problematyka poruszona w rozprawie wpisuje się w światowe trendy dotyczące wykorzystania nanomateriałów w budownictwie i ograniczenia emisji CO₂.

3.2. Problem naukowy

Przyjęty w pracy problem naukowy dotyczył wykorzystania kopalnianej glinki haloizytowej w składzie kompozytów cementowych w celu poprawienia odporności zapraw cementowych na działanie wysokiej temperatury. Problem rozwiązano prowadząc badania laboratoryjne i obszerne analizy uzyskanych wyników badań. Przebadano łączenie 1188 próbek. Wykazano przy tym, że możliwe jest wykorzystanie kopalnianej glinki haloizytowej jako zamiennika haloizytu uzyskanego metodą przemysłową oraz że częściowe zastąpienie cementu glinką kopalnianą nie wpływa na pogorszenie właściwości kompozytu cementowego. Uważam, że wykonane badania pozwoliły wyciągnąć interesujące wnioski, a wyciągnięte przez Autorkę

rozprawy wnioski mogą być powszechnie stosowane w praktyce. Cel rozprawy uważam za osiągnięty.

3.3. Ocena naukowej wartości rozprawy

Za najważniejsze oryginalne osiągnięcia naukowe Autorki uznaję:

- ▣ Wykonanie znacznej liczby badań próbek z dodatkiem glinki haloizytowej.
- ▣ Wykazanie na podstawie badań powierzchni właściwej gliniek, granulometrii rozkładu ziaren, analizie rentgenowskiej XRF, analizie mikrostruktury, dyfrakcji rentgenowskiej, analizie termogravimetrycznej, na podstawie badań toksyczności i badań wytrzymałości na ściskanie stwardniałych zaczynów, że glinka przemysłowa może być zastąpiona glinką kopalnianą kalcynowaną.
- ▣ Wykazanie, że dodanie do zapraw cementowych glinki kopalnianej znacząco poprawia odporność na działanie wysokiej temperatury.
- ▣ Wykazanie, że dodanie do zapraw cementowych glinki kopalnianej może pogarszać jej wytrzymałość w niskich temperaturach.
- ▣ Przeprowadzenie badań wpływu glinki kopalnianej kalcynowanej na gęstość objętościową, absorpcję wody, nasiąkliwość i przewodność cieplną zapraw.

4. Uwagi krytyczne

Jak każda praca, tak i recenzowana rozprawa nie jest wolna od drobnych błędów, niedopowiedzeń czy niedociągnięć. Uwagi do pracy recenzent podzielił na ogólne oraz na uwagi szczegółowe.

4.1. Uwagi ogólne

Uwaga dotycząca tematu rozprawy

Recenzent uważa, że temat rozprawy jest zbyt szczegółowy. W pracy analizowano wiele innych parametrów zapraw, choć określenie wpływu glinki kopalnianej na odporność termiczną była głównym celem pracy.

Uwaga dotycząca wniosków

Wnioski nr 12 i 13 wydają się być wzajemnie sprzeczne. We wniosku 13 czytamy: „*Dodanie do zapraw cementowych glinki kopalnianej znacząco poprawia odporność na działanie wysokiej temperatury*”, a we wniosku 14: „*Wysoka temperatura znacząco osłabia strukturę i powoduje spadek wytrzymałości na zginanie i wytrzymałości na ściskanie*”. Proszę o wyjaśnienie tego podczas obrony pracy przy odpowiedzi na recenzję.

Uwaga dotycząca badań zaczynu cementowego

W pracy wielokrotnie (np. na str. 79, 82, 84, 158) używano terminu zaczyn cementowy w kontekście badania próbek stwardniałego zaczynu cementowego. Nie jest to poprawne, gdyż zaczyn cementowy to mieszanina cementu i wody. Ma ona płynną konsystencję i nie da się badać np. wytrzymałości na ściskanie zaczynu. W pracy w wielu miejscach po prostu brakuje przymiotnika „stwardniały”.

Uwaga dotycząca przywoływania badań w przeglądzie literatury

Autorka czasem pisze ogólnie (np. na str. 37: „*Badacze [87] zanotowali ok. 50% wzrost ...*”, nawiasem mówiąc lepiej byłoby napisać: w pracy [87] odnotowano *ok. 50% wzrost ...*) a czasem podaje nazwiska i inicjały. W takim przeglądzie raczej nie trzeba podawać inicjałów, a jeśli już to z kropkami po inicjałach imion. Autorka kropek nie zastosowała co prowadzi czasem do śmiesznych oznaczeń (np. str. 39: „*W swojej pracy Wang WC [227] ...*”

4.2. Uwagi szczegółowe

Uwagi szczegółowe dotyczą głównie znalezionych przez Recenzenta w tekście pewnych kontrowersyjnych zapisów. Recenzent nie ma uwag do wyglądu i układu pracy, który ocenia bardzo wysoko. Recenzent nie ma też uwag do zastosowanych procedur badawczych.

Poniżej podano miejsca znalezionych kontrowersji:

Str. 14, 16 wiersz od góry: „*Dostępna literatura jest zatem niewystarczająca i wymaga dokładniejszego zbadania.*”. Zastosowano tu skrót myślowy. Ze zdania wynika, że trzeba zbadać dokładniej literaturę, co oczywiście nic by nie dało. Autorce zapewne chodziło o

konieczność prowadzenia większej ilości badań naukowych. Podobne skróty myślowe są na str. 35 (14 wiersz od dołu) i 160 (wniosek nr 15),

Str. 15, 5 wiersz od dołu: jest „wstępny”, powinno być „wstępnych”.

Str. 34, rysunek 15: jest: „rozpoczęcie”, powinno być „rozpoczęcie”.

Str. 35, 4 wiersz od dołu, jest: „obudwu”, powinno być „obydwu”.

Str. 53, 8 wiersz od dołu: „W swojej pracy autorzy [169] badali wpływ ...”, lepiej byłoby: „W pracy [169] autorzy badali wpływ ...”

Str. 72, 6 wiersz od góry: jest: „podrózdziałach”, powinno być „podrozdziałach”.

Str. 96, 3 wiersz od dołu: brak spacji między 62 i przedstawiono

Str. 120, 5 wiersz od dołu: „Na wykresie czerwoną kreską oznaczono ...”. Recenzent długo szukał tej kreski, jest ona prawie niewidoczna.

Str. 135, 5 wiersz od góry: jest „niskicej”, powinno być „niskiej”.

Str. 168. Publikacja 54 w spisie literatury. Brak polskich znaków.

5. Wnioski końcowe

W recenzowanej pracy doktorskiej mgr inż. Katarzyna Skoczylas rozwiązała oryginalne zadanie naukowe, polegające na wykazaniu pozytywnego wpływu kopalnianej glinki haloizytowej na odporność zapraw cementowych na działanie wysokiej temperatury. Doktorantka wykazała się dobrą znajomością aktualnego stanu wiedzy w zakresie objętym tematem oraz umiejętnościami rozwiązywania problemów teoretycznych. Zaproponowała i zrealizowała obszerne badania laboratoryjne, które pozwoliły na dobranie właściwych metod badawczych i określenie parametrów materiałowych zapraw poddanych działaniu wysokiej temperatury. Uzyskała oryginalne wyniki i wykazała, że potrafi analizować i krytycznie oceniać uzyskane rezultaty oraz formułować poprawne wnioski poznawcze. Świadczy to o Jej odpowiednim przygotowaniu i predyspozycjach do samodzielnego prowadzenia prac naukowo-badawczych.

Uwagi krytyczne wymienione w punkcie 4 nie obniżają bardzo dobrego, moim zdaniem, poziomu merytorycznego i ogólnej wysokiej oceny dysertacji. Uwagi mają charakter porządkowy lub dyskusyjny i mam nadzieję, że przynajmniej w części będą pomocne Autorce podczas dalszej pracy naukowej i przygotowywania artykułów do czasopism naukowych.

Oceniam, że rozprawa stanowi rozwiązanie oryginalnego zagadnienia naukowego oraz potwierdzam, że Doktorantka posiada ogólną wiedzę teoretyczną i umiejętności samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Rozprawa jest opracowana na bardzo dobrym poziomie naukowym i redakcyjnym oraz wnosi wkład w rozwój wiedzy w dyscyplinie Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport.

Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska autorstwa mgr inż. Katarzyny Skoczył pt. „Wpływ nanometrycznych cząstek glinki kopalnianej na odporność termiczną kompozytów cementowych” spełnia wymogi stawiane pracom doktorskim określone w Ustawie z dnia 14.03.2003 roku ”O stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki” (Dz. U. z 2003 r., Nr 65, poz. 595, z późniejszymi zmianami) oraz w Ustawie z dnia 20 lipca 2018 r. „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” (Dz. U. z 2018 r. poz. 1668). W związku z tym stawiam wniosek o przyjęcie rozprawy i dopuszczenie jej do publicznej obrony.



Prof. dr hab. inż. Łukasz Drobiec