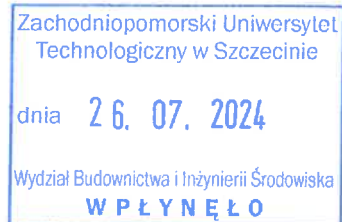


Prof. dr hab. inż. Jerzy Hoła
Politechnika Wroclawska
Wydział Budownictwa Lądowego i Wodnego
Wybrzeże Wyspiańskiego 27
50-370 Wrocław
e-mail: jerzy.hola@pwr.edu.pl

Wrocław, 24 lipca 2024 r.



RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Katarzyny Skoczylas

pt: „Wpływ nanometrycznych cząstek glinki kopalnianej na odporność termiczną kompozytów cementowych.”

1. PODSTAWY OPRACOWANIA RECENZJI

Formalną podstawę opracowania recenzji stanowi Uchwała nr 7 Rady Dyscypliny Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie podjęta w dniu 29 maja 2024 roku w sprawie wyznaczenia recenzentów w postępowaniu o nadanie stopnia doktora mgr inż. Katarzynie Skoczylas oraz pismo z dnia 06 czerwca 2024 roku Dziekan Wydziału Budownictwa i Inżynierii Środowiska ZUT w Szczecinie Pani dr hab. inż. Anny Głowackiej, prof. ZUT zawierające prośbę o sporządzenie recenzji.

Merytoryczną podstawę opracowania recenzji stanowi załączona do ww. pisma rozprawa doktorska w formie papierowej i elektronicznej.

Prawną podstawę opracowania recenzji stanowią obowiązujące przepisy ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. *Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* (Dz. U. z 2018 r. poz. 1668, z późn. zm.).

J. Hoła

2. PRZEDMIOT I ZAWARTOŚĆ ROZPRAWY

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska Pani mgr inż. Katarzyny Skoczylas pt: „Wpływ nanometrycznych cząstek glinki kopalnianej na odporność termiczną kompozytów cementowych.” Promotorem rozprawy jest Pani dr hab. inż. Teresa Rucińska, prof. ZUT. Recenzowana rozprawa ma charakter badawczo – analityczny, ujęta została w 7 rozdziałach i w zasadniczej części liczy 185 stron tekstu zilustrowanego 115 rysunkami i 13 tabelami. Rozprawę dopełniają: spis rysunków, spis tabel, 49 stronicowy załącznik zawierający 54 tabele i 10 rysunków.

Rozprawę rozpoczyna spis treści, po którym umieszczono streszczenie w językach polskim i angielskim oraz wykaz podstawowych oznaczeń.

Rozdział 1 to wstęp, w którym dokonano uzasadnienia wyboru tematu i podano strukturę rozprawy.

W rozdziale 2 dokonano przeglądu literatury. Na rozdział ten składa się sześć podrozdziałów poświęconych glince kopalnianej i jej wykorzystaniu w przemyśle, wpływowi podwyższonej temperatury na właściwości kompozytów cementowych, nanotechnologii, problemowi emisji CO₂. Ostatni podrozdział (2.6) zawiera podsumowanie przeglądu.

W rozdziale 3 sformułowane zostały tezy oraz cel rozprawy.

W rozdziale 4 składającym się z czterech podrozdziałów, przedstawiono metodykę i program badań. W pierwszym podrozdziale (4.1) scharakteryzowano przedmiot badań, w drugim (4.2) przedstawiono zakres badań. W trzecim (4.3) szczegółowo opisano przeprowadzone badania wstępne, mianowicie: oznaczenie powierzchni właściwej metodą Blaine'a (4.3.1), badanie granulometrii rozkładu ziaren metodą dyfrakcji laserowej (4.3.2), fluorescencyjną analizę rentgenowską XRF (4.3.3), dyfrakcję rentgenowską XRD (4.3.4), analizę termogravimetryczną (4.3.5), analizę mikrostruktury (4.3.6), badania toksyczności (4.3.7), badania wytrzymałości na ściskanie stwardniałych zaczynów cementowych (4.3.8). Natomiast w czwartym podrozdziale (4.4) opisano przeprowadzone badania zasadnicze, mianowicie: badania wytrzymałości na zginanie (4.4.1) i na ściskanie (4.4.2) stwardniałych zapraw cementowych, oznaczenie gęstości objętościowej metodą wagi hydrostatycznej (4.4.3), oznaczenie współczynnika absorpcji wody przez częściowe zanurzenie

(4.4.5), oznaczenie nasiąkliwości metodą moczenia w wodzie i w alkoholu izopropylowym (4.4.6), oznaczenie parametrów cieplnych (4.4.7).

W rozdziale 5 przedstawiono wyniki badań własnych i ich dyskusję. Na rozdział ten składają się dwa podrozdziały. Pierwszy (5.1), składający się z dziewięciu podrozdziałów, dotyczy badań wstępnych porównawczych naturalnej glinki kopalnianej haloizytowej pochodzącej ze złoża Dunino koło Legnicy i nanoglinki haloizytowej produkowanej w warunkach przemysłowych przez firmę Sigma Aldrich. Glinkę naturalną badano zarówno jako niekalcynowaną jak i poddaną procesowi kalcynacji (badania przedstawiono w takiej samej kolejności w jakiej opisano je wcześniej w podrozdziale 4.3). Podrozdział 5.1 zakończono podsumowaniem (5.1.9), w którym wykazano możliwość (zasadność) podjęcia badań zasadniczych z wykorzystaniem przedmiotowej glinki kopalnianej. Rezultaty badań zasadniczych zaprezentowano w podrozdziale drugim (5.2), na który składa się osiem podrozdziałów (badania przedstawiono w takiej samej kolejności w jakiej opisano je wcześniej w podrozdziale 4.4).

Rozdział 6 nazwano analizy statystyczne. Składają się na niego dwa podrozdziały zatytułowane: model i analiza regresji liniowej (6.1), jednoczynnikowa analiza wariancji ANOVA (6.2).

W ostatnim 7 rozdziale zamieszczono podsumowanie i wnioski.

Po podsumowaniu i wnioskach zestawiona została bibliografia, rozdzielona na literaturę oraz normy i inne pozycje (raporty, strony internetowe, akty prawne), kończąca zasadniczą część rozprawy. Literatura liczy 249 pozycji. W przypadku jednej pozycji Autorka rozprawy jest współautorką. Po bibliografii zamieszczono spisy rysunków i tabel oraz załącznik.

Po zapoznaniu się z recenzowaną rozprawą stwierdzam, że jej treść jest w zgodzie z tytułem, a przyjęty układ nie budzi zastrzeżeń i jest prawidłowy i typowy dla prac o charakterze badawczo – analitycznym. Rozprawę napisano bardzo dobrą polszczyzną i starannie zredagowano ilustrując dużą liczbą czytelnych rysunków oraz zestawień tabelarycznych. Ponadto wzbogacono ją załącznikiem, w którym zaprezentowano szczegółowe wyniki uzyskane z przeprowadzonych własnych badań eksperymentalnych. Dobór pozycji literaturowych jest trafny i wystarczający. Około 87% pozycji pochodzi z obecnego stulecia, w tym około 30% to pozycje

opublikowane po roku 2015. W przypadku około 24 % pozycji autorami lub współautorami są polscy badacze.

3. OCENA MERYTORYCZNA ROZPRAWY

3.1 Ocena doboru tematu i postawionego celu

Ocenę doboru tematu i postawionego celu pragnę rozpocząć od zauważenia, że ze względu na m.in. szeroko rozumianą ochronę środowiska, oszczędność energii, racjonalne wykorzystanie zasobów naturalnych, konieczność zagospodarowywania materiałów odpadowych, dążenie do redukcji śladu węglowego, sukcesywnie poszerza się paleta dodatków stosowanych nie tylko w produkcji cementu będącego podstawowym spoiwem stosowanym w budownictwie, ale w wytwarzaniu kompozytów cementowych będących najpowszechniej stosowanymi materiałami konstrukcyjnymi i wykończeniowymi. Jest bezdyskusyjne, że zastosowanie w kompozytach cementowych dodatków stanowiących zamiennik cementu w pewnym procencie jego masy może przynieść z jednej strony korzyści w postaci na przykład obniżenia emisji gazów cieplarnianych, redukcji śladu węglowego czy obniżenia kosztów wytworzenia, z drugiej zaś strony może przynieść korzyści w postaci poprawy niektórych parametrów zmodyfikowanych w ten sposób kompozytów skutkujących podwyższeniem trwałości, w tym na przykład zwiększeniem odporności na agresywne warunki środowiskowe czy na obniżoną albo wysoką temperaturę. Wszystko to uzasadnia potrzebę prowadzenia systematycznych badań naukowych, pozwalających poszerzać wiedzę odnośnie do już znanych i stosowanych dodatków, jak i poznawać zarówno pozytywne jak i negatywne wpływy coraz to nowych dodatków na właściwości zmodyfikowanych nimi kompozytów cementowych. Jednym z takich dodatków jest naturalna glina kopalniana haloizytowa, charakteryzująca się cząstkami nanometrycznymi, której koszt pozyskania - jak to Autorka podała w rozprawie - jest kilkaset razy niższy od gliny haloizytowej wytwarzanej w warunkach przemysłowych. Na świecie jest kilka kopalń gliny haloizytowej. Jedną z takich kopalń znajduje się w Polsce, w miejscowości Dunino koło Legnicy. Pozyskiwana z tej kopalni glina jest stosowana z powodzeniem w kilku branżach, ale nie jest stosowana w budownictwie jako dodatek do kompozytów wytwarzanych na bazie cementu. Ponieważ parametry charakteryzujące glinę kopalnianą są ściśle

powiązane z warunkami w których ona powstawała i z miejscem pochodzenia niezbędne są badania naukowe, których rezultaty mogą potwierdzić lub wykluczyć jej przydatność do zastosowań w budownictwie. Dlatego za jak najbardziej zasadne uznaję podjęcie przez Autorkę rozprawy ambitnego zadania określenia możliwości i warunków wykorzystania stosunkowo łatwo pozyskiwanej glinki kopalnianej haloizytowej pochodzącej z rodzimego złoża jako dodatku do kompozytu cementowego. Zadania ukierunkowanego przede wszystkim na poznanie na drodze eksperymentalnej wpływu na odporność termiczną w temperaturze do 800 °C tego kompozytu z dodatkiem różnej ilości glinki kopalnianej i w celu porównawczym z dodatkiem takiej samej ilości glinki haloizytowej ale produkowanej w warunkach przemysłowych.

Podsumowując ten fragment recenzji stwierdzam, że temat recenzowanej rozprawy bardzo dobrze wpisuje się w zasygnalizowany obszar tematyczny i zasługuje na pozytywną ocenę, bo jest aktualny, interesujący i ma znaczenie poznawcze i aplikacyjne. Również na pozytywną ocenę zasługuje cel rozprawy sformułowany na stronie 68 w rozdziale 3. Cel ten jest zasadny i oryginalny.

3.2. Tytuł rozprawy

Nie wnoszę uwag do zaproponowanego przez Autorkę tytułu, który moim zdaniem bardzo dobrze odzwierciedla zawartość rozprawy.

3.3. Tezy rozprawy

W rozprawie sformułowano trzy tezy. Zostały one zamieszczone w rozdziale 3, na stronie 68. Nie wnoszę uwag krytycznych do żadnej z tez. W mojej opinii tezy są oryginalne i zostały sformułowane prawidłowo, a zrealizowany zakres własnych badań eksperymentalnych i uzyskane rezultaty oraz przeprowadzone analizy teoretyczne i rozważania potwierdzają ich prawdziwość. Tezy zostały udowodnione, a odpowiedzi na nie znajdują się w podsumowaniu i we wnioskach zamieszczonych w rozdziale 7.

3.4 Ocena wartości naukowej rozprawy

Ocenę wartości naukowej rozprawy rozpoczynam od stwierdzenia, że zrealizowane przez Autorkę własne badania doświadczalne i analizy teoretyczne zostały zaplanowane właściwie z punktu założonego celu i sformułowanych tez.

Metodyka badań nie budzi większych zastrzeżeń. Badania zostały moim zdaniem bardzo dobrze opisane i udokumentowane. Uzyskane zostały wartościowe i oryginalne rezultaty, które Autorka zaprezentowała w sposób jasny i czytelny w formie graficznej i tabelarycznej. W mojej opinii silną stroną rozprawy jest przeprowadzona wnikliwa krytyczna dyskusja uzyskanych rezultatów, z nawiązaniem do rezultatów obcych, co stanowiło podstawę do sformułowania właściwych wniosków.

Po analizie rozprawy uważam, że do głównych osiągnięć naukowych Autorki rozprawy można zaliczyć między innymi następujące dokonania:

- a) opracowanie oryginalnego programu badań doświadczalnych wstępnych i zasadniczych i konsekwentne jego zrealizowanie.
- b) wykazanie na podstawie przeprowadzonych wstępnych badań doświadczalnych z użyciem zaczynów cementowych, że przedmiotowa glina kopalniana dodana w ilości do 2,5% masy cementu może zostać z powodzeniem zastosowana do modyfikacji kompozytu cementowego.
- c) wykazanie na podstawie przeprowadzonych zasadniczych badań doświadczalnych korzystnego wpływu przedmiotowej gliny kopalnianej na wytrzymałość na ściskanie i na zginanie zapraw cementowych przechowywanych w warunkach laboratoryjnych w temperaturze powietrza 20 ± 2 °C oraz niekorzystnego jej wpływu na wytrzymałość na ściskanie zapraw przechowywane w warunkach obniżonych temperatur wynoszących 5 °C i 10°C.
- d) wykazanie na podstawie przeprowadzonych zasadniczych badań doświadczalnych, że przedmiotowa glina kopalniana poprawia odporność zapraw cementowych na działanie wysokiej temperatury w przedziale 300°C - 800°C.
- e) zaproponowanie, na bazie uzyskanych rezultatów badań eksperymentalnych, sześciu modeli funkcji liniowych opisujących zależność wytrzymałości na ściskanie badanych zapraw cementowych z dodatkiem gliny kopalnianej haloizytowej od temperatury, wraz z potwierdzeniem statystycznej istotności tych modeli na podstawie wyników jednoczynnikowej analizy wariancji ANOVA.

4. UWAGI KRYTYCZNE I DYSKUSYJNE

Podczas czytania rozprawy nasunęły mi się w kolejności następujące nieliczne uwagi krytyczne i dyskusyjne oraz pytania do Autorki.

- a) Na końcu spisu treści nie wypunktowano załącznika do rozprawy doktorskiej (tym sposobem załącznik został ukryty w rozprawie).
- b) Użyte na s.17 w 5 wg i w podpisie pod rys. 1 sformułowanie ...struktury wewnętrznej minerałów ...nie jest poprawne. Słowo, wewnętrznej, nie jest potrzebne. Natomiast na s. 85 w punkcie e) należało użyć sformułowania, zapraw wygrzewanych, a nie zapraw wypalanych.
- c) Na s. 26 zauważyłem dwie „niezręczności” językowe w „wyliczance”. Glinkę halozytową wykorzystuje się jako: wykorzystanie w procesie wypalania klinkieru w piecu cementowym [6] (proszę skorygować tekst i poz. lit [64] też) i niżej, Glinkę kosmetyczną [213]. Może być stosowana jako ... (proszę skorygować tekst).
- d) W nawiązaniu do rysunku 15 nasuwa mi się następujące pytanie. Przyjmując, że w kompozycie cementowym występuje wilgoć w postaci wody wolnej, wody półzwiązanej i wody związanej chemicznie, proszę podać w jakich przedziałach temperatury odparowuje stopniowo woda półzwiązana a następnie woda związana chemicznie.
- e) Opisy na rysunkach 12 i 13, 16 - 22, 30 - 34, 66 - 69 powinny zostać podane w tym języku, w którym zredagowano rozprawę.
- f) W tabelach 3 i 4 nie podano jednostek, a w nazwie tabel (i w zdaniach wprowadzających je w tekst) brakuje informacji, że składy podano w przeliczeniu na 1 m³.
- g) Na rysunku 86 brakuje czerwonej kreski oznaczającej poziom wytrzymałości na ścislenie zaczynu cementowego referencyjnego, o której jest mowa w tekście pod rysunkiem.
- h) W nawiązaniu do dyskusji przeprowadzonej na s.141 i 142 bazyjącej na rezultatach obcych odnośnie do wpływu porów m.in. na nasiąkliwość i na absorpcję wody, wypełnienie porów cząstkami gliny nasuwa się uwaga, że warto było poszerzyć zakres badań o badania porowatości (m. in. o poznanie rozkładu porów pod względem wielkości).

- i) Rozdział 7 warto było rozdzielić na dwa podrozdziały: 7.1 Podsumowanie, 7.2 Wnioski szczegółowe.
- j) Do wniosków, które w rozprawie są w zdecydowanej większości szczegółowe, wnoszę następujące uwagi:
- podane we wnioskach 10 i 12 procentowe wartości wzrostu wytrzymałości zapraw cementowych powinny zostać uzupełnione o informację odnośnie do procentowej ilości glinki która te wzrosty spowodowała,
 - wnioski 15 i 16, po przeredagowaniu, można połączyć w jeden wniosek.
- k) Mając na uwadze wykazanie na drodze eksperymentalnej, że dodanie do badanego kompozytu cementowego przedmiotowej glinki kopalnianej poprawia odporność na działanie wysokich temperatur proszę podać przykładowe możliwe zastosowania tak zmodyfikowanego kompozytu w praktyce budowlanej.

5. PODSUMOWANIE I WNIOSEK KOŃCOWY

Recenzowana rozprawa doktorska Pani mgr inż. Katarzyny Skoczylas pt: „Wpływ nanometrycznych cząstek glinki kopalnianej na odporność termiczną kompozytów cementowych” rozwiązuje postawiony oryginalny problem naukowy mieszczący się w dyscyplinie Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport.

Temat recenzowanej rozprawy jest aktualny, interesujący i ma znaczenie naukowe i aplikacyjne. Cel rozprawy i tezy są zasadne i oryginalne, cel został osiągnięty a tezy zostały udowodnione.

Zakres rozprawy został zrealizowany. Otrzymane oryginalne i wartościowe rezultaty zostały wnikliwie i krytycznie przedyskutowane w rozprawie, co jest jej silną stroną. Właściwie sformułowane zostały podsumowanie i wnioski, zaproponowane zostały kierunki dalszych badań.

Rozprawa dowodzi, że Autorka posiada wystarczającą wiedzę w uprawianej przez siebie dyscyplinie, potrafi samodzielnie postawić oryginalny problem naukowy i przeprowadzić niezbędne badania eksperymentalne i analizy teoretyczne potrzebne

do jego rozwiązania. Świadczy to o Jej bardzo dobrym przygotowaniu i posiadanych umiejętnościach do samodzielnego prowadzenia prac naukowo – badawczych.

Nieliczne uwagi krytyczne zawarte w punkcie 4 recenzji nie obniżają wartości merytorycznej i ogólnej bardzo pozytywnej oceny rozprawy. Mają one charakter dyskusyjny i porządkowy.

W mojej ocenie recenzowana rozprawa wnosi w przedmiotowym temacie istotny twórczy wkład w rozwój wiedzy w dyscyplinie uprawianej przez Autorkę, ma znaczenie naukowe i aplikacyjne.

Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska Pani mgr inż. Katarzyny Skoczyłlas spełnia wymogi ustawowe stawiane pracom doktorskim określone w akcie prawnym wymienionym w punkcie 1 niniejszej recenzji i w związku z tym wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

Ponadto uważam za zasadne poddanie pod dyskusję wniosku o wyróżnienie rozprawy, który niniejszym zgłaszam, mając na uwadze jej wysokie walory naukowe.

