

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Agnieszki Kocot pt.: „Możliwość alternatywnego zagospodarowania odpadów z tworzyw sztucznych jako kruszywo w kompozytach o spoiwie cementowym lub geopolimerowym”

1. Podstawa opracowania recenzji

Podstawą opracowania recenzji jest uchwała Rady Dyscypliny Inżyniera Lądowa, Geodezja i Transport Politechniki Śląskiej z dnia 21 września 2023 roku, na zlecenie Pana Przewodniczącego Rady dr hab. inż. Marcina Stańka, prof. PŚ pismem z dnia 10-10-2023 r.

2. Ogólna charakterystyka pracy

Przedmiotem opinii jest rozprawa doktorska mgr inż. Agnieszki Kocot pt.: „*Możliwość alternatywnego zagospodarowania odpadów z tworzyw sztucznych jako kruszywo w kompozytach o spoiwie cementowym lub geopolimerowym*”, której promotorem jest dr hab. inż. Tomasz Ponikiewski, prof. PŚ.

Przedstawiona do recenzji praca doktorska ma charakter pracy badawczej i liczy 208 stron. Układ pracy jest poprawny. Rozprawa została podzielona na 10 rozdziałów, w tym spis literatury. Wykaz literatury obejmuje 146 pozycji z czego ponad 85% jest w języku angielskim. Brak jest zamieszczonego streszczenia w języku polskim i angielskim.

Można uznać, że tytuł pracy ujmuje jej treści, chociaż mógłby bardziej podkreślać naukowy charakter rozprawy. Myślę, że lepiej brzmiałby tytuł sformułowany np. „Wpływ wybranych czynników „, na jakość strefy kontaktowej zaczyn-tworzywo oraz właściwości wytrzymałościowe kompozytu”

Rozprawa ma charakter eksperymentalny. Składa się z dwóch zasadniczych części:
- analizy literatury dotyczącej rozpatrywanej problematyki,
- badań własnych.

Pierwsza część pracy to analiza literatury. W rozdziale 1 przedstawiono problematykę nadmiernego wytwarzania oraz zagospodarowania odpadów z tworzyw sztucznych. Scharakteryzowano podstawowe rodzaje i właściwości tworzyw sztucznych. Następnie omówiono gospodarkę odpadami w Polsce i na świecie obejmującą procesy segregacji, recyklingu, odzyskiwania energii lub składowania. Ponadto omówiono problemy dotyczące produkcji cementu i związane z tym zużycie dużej ilości energii oraz emisji CO₂. Rozdział 2 poświęcony jest analizie literatury dotyczącej wykorzystania różnego rodzaju odpadów z tworzyw sztucznych do wytwarzania zapraw i betonów. Autorka analizowała dane literaturowe i zestawiała w formie tabel informacje zróżnicowane pod względem ilości i rozmiarów danego tworzywa oraz rodzaju i składu kompozytu. Następnie przeprowadziła analizę statystyczną wyselekcjonowanych cech kompozytu np. wytrzymałości na ściskanie. Na

tej podstawie wyciągała informacje dotyczące najczęściej stosowanych rodzajów, kształtu, wymiarów i ilości dodatku tworzyw, stosowanych spoiw.

Podobną analizę danych wykonano biorąc pod uwagę wytrzymałość kompozytu na rozciąganie, udarność, konsystencję, gęstość objętościową, prędkość rozchodzenia się fali ultradźwiękowej. W rozdziale 2.1.4 przedstawiono charakterystykę spoiw aktywowanych alkalicznie w tym geopolimerowych takich jak metakaolin i mielony żużel wielkopiecowy.

W rozdziale 2.1.5 omówiono różne sposoby modyfikacji tworzyw sztucznych, które przede wszystkim mają na celu modyfikację ich powierzchni w celu poprawy przyczepności zaczynu do ziaren tworzywa. Jakość strefy stykowej zaczyn-tworzywo uznaje się za kluczową kwestię dla późniejszych właściwości wytrzymałościowych i trwałości tego typu kompozytów.

Przegląd literatury zakończono podsumowaniem.

Kolejne rozdziały zawierają opis badań własnych, charakterystykę składników, metodykę badań i analizę uzyskanych wyników. W rozdziale 4 sformułowano cel, tezy oraz zakres pracy. Przyjęty zakres badań obejmował selekcję materiałów, wykonanie mieszanek zapraw i próbek, przeprowadzenie badań wytrzymałościowych (na ściskanie, zginanie, udarności, badań ultradźwiękowych), właściwości fizycznych (mrozoodporność, transport chlorków) i mikrostruktury kompozytów.

W rozdziale 5 zamieszczono charakterystykę stosowanych materiałów oraz metodykę badań.

Rozdział 6 zawiera rezultaty badań oraz ich analizę popartą analizą statystyczną wyników.

W rozdziale 7 sformułowano wnioski końcowe. Natomiast rozdział 8 zawiera podsumowanie ze wskazaniem obszarów potencjalnego zastosowania tego typu kompozytów.

Część rezultatów badań laboratoryjnych zamieszczonych w pracy zostały uzyskane w trakcie realizacji projektu POWR pt. „*Politechnika Śląska jako Centrum Nowoczesnego Kształcenia opartego o badania i innowacje*”. Moduł V – Studia Doktoranckie oraz w trakcie 3-miesięcznego stażu na Uniwersytecie Technicznym w Lulea w Szwecji.

3. Krytyczna ocena rozprawy

Praca poświęcona jest problematyce utylizacji odpadów z tworzyw sztucznych, głównie PET, jako zamiennika kruszywa naturalnego w kompozytach cementowych lub geopolimerowych. Taką tematykę należy uznać za aktualną i ważną. Od lat poszukuje się sposobów utylizacji m.in. butelek PET. Wcześniej sprasowane butelki transportowano do Chin gdzie przerabiano je np. na tekstylia. Od pewnego czasu Chiny same produkują duże ilości takich odpadów i ich nie importują. W Europie aktualny jest temat systemu obrotu zwrótnymi butelkami w tym butelkami PET. Jednak badania niedawno wykonane w wielu krajach wskazują, że w użytych wcześniej butelkach mogą się znajdować zanieczyszczenia wieloma szkodliwymi substancjami. W tym kontekście wielokrotne używanie butelek PET wydaje się niemożliwe. Ostatnio wykonaliśmy badania dachówek produkowanych z masy zawierające tworzywo PET.

Rozwiązanie problemu stosowania rozdrobnionych odpadów w kompozytach betonowych wydaje się z natury rzeczy zadaniem trudnym i obciążonym sporym ryzykiem.

Autorka dobrze zdaje sobie sprawę z trudności – w podsumowaniu przeglądu literatury (str. 60) stwierdza, że ze względu na negatywny wpływ odpadów z tworzywa sztucznego na wytrzymałość i trwałość kompozytów cementowych rozwiązania takie mogą być

kwestionowane. W innym wierszu „jednocześnie zaobserwowano, przy odpowiednim przygotowaniu tworzywa sztucznego, niewielką poprawę lub brak wpływu na parametry wytrzymałościowe”. Autorka wykazała się dużą dozą optymizmu podejmując się trudnego zadania choćby częściowego rozwiązania problemu utylizacji tworzywa PET w postaci płatków jako zamiennika kruszywa naturalnego.

Opracowała obszerny program badań eksperymentalnych o charakterze sekwencyjnym obejmującym kilka etapów.

W pierwszym etapie analizowano 4 różne tworzywa sztuczne co w efekcie pozwoliło na wytypowanie płatków PET jako potencjalnie najlepiej rokujące w fazie dalszych badań.

W drugim etapie dokonano wyboru frakcji płatków PET (2-4 i 4-8 mm). Przeprowadzono szereg eksperymentów mających na celu określenie wpływu sposobu modyfikacji powierzchni tworzywa (modyfikacje mechaniczna i chemiczna) na wybrane cechy kompozytu. W trzecim etapie eksperymenty miały określić wpływ modyfikacji właściwości zaczynu poprzez zastosowanie spoiwa geopolimerowego, aktywatorów oraz zastosowanie dojrzewania w podwyższonych temperaturach. Taki sposób wykonania badań uważam za poprawny.

Doktorantka wykazała się dobrym opanowaniem wiedzy teoretycznej z zakresu dotyczącego tematyki pracy. Dobór źródeł uważam za wystarczający. Przyjętą przez Autorkę koncepcja sposobu analizy danych literaturowych uważam za oryginalną i ciekawą. Przedstawiła próbę analizy bardzo zróżnicowanych informacji literaturowych w sposób jakościowy i ilościowy. Celem było wskazanie najbardziej obiecujących wariantów materiałowo-technologicznych oraz ich wpływ na podstawowe właściwości wytrzymałościowe różnorodnych kompozytów.

Pierwsza część pracy napisana jest poprawnym językiem, w sposób jasny i zrozumiały dla czytelnika.

Problem naukowy, jakim zajmuje się w swojej pracy doktorskiej Pani mgr inż. Agnieszka Kocot, dotyczy głównie poprawy właściwości wytrzymałościowych kompozytu poprzez poprawę jakości strefy kontaktowej tworzywa sztuczne-zaczyn. Zadanie to próbuje rozwiązać poprzez dwukierunkową modyfikację strefy kontaktowej:

- modyfikację mechaniczną lub chemiczną powierzchni płatków PET,
- modyfikację zaczynu, głównie poprzez zmianę spoiwa.

Innym istotnym celem jest próba wyboru najbardziej korzystnego wariantu materiałowo-technologicznego (optymalizacji) z punktu widzenia właściwości wytrzymałościowych i trwałości mrozowej kompozytu biorąc pod uwagę szereg czynników wejściowych: związanych z tworzywem sztucznym (rodzaj, kształt i rozmiar, ilość tworzywa traktowanego jako zamiennik kruszywa naturalnego), sposobem poprawy warstwy kontaktowej tworzywa-zaczyn (modyfikacje powierzchni tworzywa lub spoiwa).

Autorka wykonała obszerny program badawczy dzieląc zadanie na logicznie wyodrębnione etapy, co w efekcie doprowadziło do przynajmniej częściowego rozwiązania postawionego problemu badawczego.

Zastosowane metody badawcze są adekwatne do przyjętego zakresu badań wytrzymałościowych oraz badań struktury materiałów.

Omówienie wyników badań ogólnie można uznać za poprawne chociaż nie pozbawione mankamentów, które przedstawiono poniżej w uwagach szczegółowych. Uzyskane wyniki

badania doświadczalnych zostały przeanalizowane metodami statystycznymi w celu określenia ich istotności.

Przedstawione w pracy rezultaty badań mają walory aplikacyjne, ale moim zdaniem na tym etapie badań trudno o jednoznaczne wskazanie obszaru zastosowań takich kompozytów.

Niektóre kwestie istotne dla problemu nie zostały poruszone w wystarczającym stopniu i wymagają dodatkowego wyjaśnienia:

W pracy nie zamieszczono wyników źródłowych dotyczących składów mieszanek i wyników pomiarów poszczególnych cech. Zamieszczone tabele z proporcjami, np. ilością dodatku PET w procentach są dalece niewystarczające. Nie ma podanych rzeczywistych składów mieszanek. Uniemożliwia to ewentualne porównanie tych wyników z innymi. Np. co wynika z wykresu 90? Ponadto większość wyników podano w formie wykresów słupkowych, na których przyjęta skala praktycznie uniemożliwia odczytanie wartości. Wskazane jest aby tekst dotyczący omówieniu zależności przedstawionej na wykresie umieszczony był na tej samej stronie co wykres. Zdecydowanie poprawiłoby to czytanie treści pracy.

Na ile zmiany w wytrzymałości zapraw są wynikiem rodzaju i ilości płatków a na ile wynika to ze zmiany zawartości powietrza w zaprawie? W niektórych przypadkach widać rysy w materiale, które nie są „zawartością powietrza”.

Mam szereg uwag dotyczących sposobu analizy wyników badania mrozoodporności – dlaczego porównywano wyniki po różnej liczbie wykonanych cykli od 106 do 161? Dlaczego analizowano wyniki w odniesieniu do wieku próbek a nie liczby wykonanych cykli zamrażania-rozmrażania? Przecież według PN stopień mrozoodporności odnosi się bezpośrednio do liczby przeprowadzonych cykli.

Podstawą oceny mrozoodporności nie stanowią zmiany w gęstościach czy pomiary betonoskopem a zmiana masy oraz spadek wytrzymałości danego materiału. Nie podano jednoznacznej odpowiedzi czy dany wariant kompozytu jest mrozoodporny czy nie jest. Brak próby wyjaśnienia co się dzieje z próbkami w trakcie kolejnych cykli zamrażania-rozmrażania. Jakie są ewentualne objawy destrukcji mrozowej: czy są to odpryski czy spękania? Skąd pochodzą zmiany w „gęstości” próbek?

W badaniach betonoskopem punktem wyjścia jest zależność wytrzymałości materiału od prędkości fali mechanicznej (krzywa skalowania). Brak jest tego typu analizy a przydałoby się pokazanie jak wygląda zależność f_c - v dla próbek kontrolnych i zamrażanych.

Jak wyjaśnić tak istotne różnice w wynikach oznaczeń dokonanych na beleczkach i kostkach? W jakim stanie (suche, powietrzno-suche, nasączone wodą) oceniano „gęstość” (masę) próbek? Pkt. 6.4.3 sześciany poddane procesowi suszenia – jaki miało sens badanie mrozoodporności próbek po wysuszeniu? W jakich warunkach dojrzewały próbki kontrolne?

Uwagi szczegółowe:

str. 69 w9_d – „powierzchnia właściwa cementu wynosi 0,38 m²/g” - to dziwna jednostka,

str. 69 w4_d – „metakaolin z dodatkiem szkła .. charakteryzuje się 9-krotnie mniejszą gęstością ..” nie jest to prawdą bowiem 3100/470= 6,5,

str. 70w17^e – „Gęstość spoiwa to 150 kg/m³” - czy dotyczy to mielonego żuźla?

Jak zagęszczano próbki zapraw?

str. 76 – co to jest „średnica zastępcza ziaren”?

str. 88 – co to jest „urządzenie sonifikujące”?

str. 91 –w tabeli 26 – gęstość cementu $350\pm 150 \text{ kg/m}^3$ – skąd takie wartości?
str. 91 - moje zastrzeżenie budzi określenie „Parametry zapraw”. Za parametr traktujemy np. stałą gazową a nie zwykle proporcje składników. Podobnie str. 103 – wytrzymałość to nie parametr.
str. 93 – fot. 42 – jakie informacje wnosi ta fotografia i czy jest ona potrzebna?
str. 94 – „oraz gęstość zaprawy przed związaniem” – jak taka gęstość została wyznaczona? Ponadto jak wyznaczano gęstość stwardniałej zaprawy?
str. 94 w4d – dlaczego podjęto decyzję o zmianie stosunku W/S a utrzymując jednakową urabialność?
str. 97 – co Autorka rozumie pod pojęciem gęstość”? W jaki sposób oznaczano gęstość zapraw?
str. 97 – skąd wnioski, że 10% HDPE wywołuje spadek płynności skoro rys. 47 na to nie wskazuje?
str. 110 – nie zrozumiałem kwestii dwukrotnego badania przełamania beleczek.
str. 113 w1^B– o co chodzi w zadaniu „przeprowadzono za pomocą dodatku analizy danych w programie ..Excel analizę korelacji”?

4. Podsumowanie i wniosek końcowy

Problem naukowy, jakim zajmuje się w swojej pracy doktorskiej Pani mgr inż. Agnieszki Kocot, dotyczy doświadczalnego określenia i opisanie wybranych wpływu czynników materiałowych i technologicznych na jakość strefy kontaktowej zaczyn-tworzywo PET, co w konsekwencji stwarzałoby możliwość wyboru najkorzystniejszego wariantu z punktu widzenia wytrzymałości i trwałości mrozowej kompozytu.

Doktorantka wykazała się dostateczną znajomością wiedzy teoretycznej z zakresu dyscypliny objętej tematem rozprawy, umiejętnością planowania eksperymentu, prowadzenia skomplikowanych analiz z wykorzystaniem nowoczesnego sprzętu, analizowania wyników i wyciągania wniosków. Biorąc pod uwagę wszystkie aspekty oceny rozprawy doktorskiej i uzyskane wyniki analiz stwierdzam, że Doktorantka w stopniu wystarczającym opanowała umiejętność samodzielnego prowadzenia badań oraz przedstawiła elementy oryginalnego rozwiązania problemu naukowego..

Sformułowane w recenzji uwagi krytyczne nie obniżają w istotny sposób wartości pracy, a przedstawione komentarze mogą być przydatne w dalszej pracy naukowej Doktorantki.

Mając powyższe na uwadze stwierdzam, że recenzowana praca doktorska mgr inż. Agnieszki Kocot spełnia warunki określone w Ustawie "Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce" z dnia 20 lipca 2018 roku (Dz. U. z 2018 r. poz. 1668 z późn. zm.). Stawiam wniosek o przyjęcie rozprawy pt. *„Możliwość alternatywnego zagospodarowania odpadów z tworzyw sztucznych jako kruszywo w kompozytach o spoiwie cementowym lub geopolimerowym”* i dopuszczenie jej Autorki do publicznej obrony przed Radą Naukową Dyscypliny Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Politechniki Śląskiej.

Recenzję podpisał
Jerzy Wawrzeńczyk