

Kielce, dn. 04.12.2024 r.

Prof. dr hab. inż. Zdzisława Owsiak^c
Wydział Budownictwa i Architektury
Politechnika Świętokrzyska
Al. 1000-lecia P.P. 7
25-314 Kielce

RECENZJA

rozprawy doktorskiej

mgr inż. Dominika SMYCZKA

pt.: „WIELOASPEKTOWA OCENA WŁAŚCIWOŚCI GEOPOLIMERU
WYTWORZONEGO Z WEŁNY SZKLANEJ I MINERALNEJ”

1. Podstawa formalna recenzji i jej przedmiot

Recenzja została opracowana na podstawie pisma Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Politechniki Śląskiej dr hab. inż. Piotra Folęgi, prof. PŚ z dnia 08 października 2024 roku, w którym zgodnie z uchwałą Rady Dyscypliny Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport z dnia 26 września 2024 roku powierzono mi obowiązki recenzenta i opracowania opinii o rozprawie doktorskiej mgr inż. Dominika Smyczka pt.: „Wieloaspektowa ocena właściwości geopolimeru wytworzonego z wełny szklanej i mineralnej”.

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska mgr inż. Dominika Smyczka, opracowana pod opieką promotora dr hab. inż. Beaty Łaźniewskiej – Piekarczyk.

Tekst rozprawy jest zawarty w 7 rozdziałach, zajmujących wraz z rysunkami, tablicami i spisem bibliograficznym 173 strony. Opracowanie zostało przedstawione w postaci oprawionego wydruku.

2. Ocena rozprawy doktorskiej

2.1. Celowość wyboru tematu pracy

W pracy doktorskiej został podjęty bardzo istotny problem dotyczący określenia możliwości wytworzenia geopolimeru z wełny szklanej i mineralnej oraz oceny jego właściwości. Praca doktorska mgr inż. Dominika Smyczka wpisuje się w obszar zrównoważonego rozwoju, obejmując ważne zagadnienie dotyczące możliwości zagospodarowania odpadów wełny mineralnej czy szklanej w

wytworzonym spoiwie geopolimerowym, wykazującym mniejszy ślad węglowy w porównaniu z innymi spoiwami stosowanymi w budownictwie.

2.2. Prawidłowość tytułu i sformułowania tez

Tytuł jest w istotnym stopniu odpowiedni do przedmiotu i treści rozprawy. Doktorant w rozdziale 2 zatytułowanym: Cel i zakres pracy podaje, że „celem rozprawy jest ocena określonych właściwości geopolimeru wytworzonego na bazie wełny mineralnej oraz wełny szklanej”. Następnie został przedstawiony zakres pracy obejmujący studium literatury oraz zakres badań laboratoryjnych.

Autor sformułował cele dysertacji doktorskiej jako: „*określenie parametrów skutecznej metody rozdrabniania odpadu wełny mineralnej, będącej surowcem dla spoiwa geopolimerowego, opracowanie metody recyklingu odpadów wełny mineralnej oraz opracowanie receptury innowacyjnego materiału o właściwościach lepszych niż beton*”.

Doktorant nie sformułował tez badawczych.

2.3. Ogólna charakterystyka pracy

Część badawcza pracy doktorskiej została poprzedzona częścią literaturową zawierającą opis procesu produkcji wełny mineralnej, a także metody recyklingu odpadów powstających w tym procesie oraz pochodzących z rozbiórki budynków. Zamieszczono również opis procesu wytwarzania geopolimerów z surowców glinokrzemianowych naturalnych lub odpadowych oraz z wełny mineralnej, a także ich zastosowanie w różnych gałęziach gospodarki. Doktorant w podsumowaniu studium literatury (zatytułowane jako „*Podsumowanie właściwości geopolimeru na bazie wełny mineralnej*”) wskazał na niedostateczne rozpoznanie właściwości geopolimeru z wełny mineralnej i szklanej i założył, że niniejsza praca doktorska uzupełni wyniki o właściwości mechaniczne, wmywanie substancji szkodliwych, odporność na agresję siarczanową oraz przewodność cieplną geopolimeru.

Część doświadczalną Autor podzielił na dwie części (*Bloki*), w części nazwanej wstępną opisano metody rozdrobnienia oraz wpływ procesu mielenia oraz dodatku na rozkład wielkości cząstek oraz skład chemiczny zmielonej wełny, a celem doświadczenia było uzyskanie odpowiedniego rozdrobnienia wełny mineralnej, mającej zastosowanie jako składnik geopolimeru. W drugiej części zamieszczono wyniki badań właściwości geopolimerów otrzymanych z rozdrobnionej wełny. W podsumowaniu części literaturowej Doktorant wskazuje na niepełne informacje dotyczące właściwości geopolimerów otrzymanych z wełny mineralnej lub szklanej i jako uzupełnienie tej wiedzy podejmuje przeprowadzenie badań wybranych właściwości tego materiału.

Poszczególne podrozdziały części badawczej obejmują:

- wyniki badań właściwości zaprawy ze spoiwem geopolimerowym w odniesieniu do właściwości zaprawy cementowej;
- wyniki badań wpływu temperatury i czasu dojrzewania na właściwości mechaniczne zaprawy geopolimerowej z wełny mineralnej z aktywatorem sodowym o trzech wartościach stężenia;
- ocenę wpływu rozdrobnienia wełny mineralnej na właściwości mechaniczne zaprawy geopolimerowej;
- wyniki oceny izolacyjności cieplnej geopolimeru;
- wyniki oceny odporności na środowisko siarczanowe;
- ocenę imobilizacji substancji szkodliwych.

Kolejny rozdział zawiera podsumowanie, a ostatnim rozdziałem w pracy są wnioski końcowe.

Układ pracy zasadniczo jest odpowiedni dla prac badawczych. Brak wydzielenia w części badawczej rozdziału obejmującego charakterystykę zastosowanych materiałów oraz metodykę badań spowodowało powtarzanie wielokrotnie opisu tych samych metod badań w kolejnych rozdziałach.

Doktorant w pracy zamieścił wiele fotografii przedstawiających stosowane materiały, foremki z próbkami, wygląd aparatu do badania konsystencji itp. jednak w treści pracy nie opisuje tych ilustracji, więc zdaniem recenzenta są one zbędne. Także zamieszczanie wielu zdjęć przedstawiających rozdrobnione proszki czy inne próbki nic nie wnosi do treści pracy.

2.4. Zastosowane piśmiennictwo w ramach rozprawy doktorskiej

Literatura cytowana w pracy dotyczy tematyki pracy doktorskiej i obejmuje 191 pozycji, z których ponad 90% prac zostało opublikowane w ostatnim dwudziestolecu. Powołano także 21 stron internetowych oraz 3 normy i rozporządzenie ministra. Wykaz literatury zamieszczono w większości według kolejności cytowania. Niektóre pozycje literatury nie są cytowane w tekście np. poz. [44], [45] i [46], pozycja [7] i [31] są tożsame, podobnie pozycja [158] i [184].

2.5. Metody badawcze

W pracy Doktorant zastosował plan eksperymentu dla określenia wpływu temperatury i czasu dojrzewania na właściwości mechaniczne geopolimeru przy trzech poziomach stężenia wodorotlenku sodu, będącego aktywatorem. Jednak w dalszej części pracy nie zastosował metod statystycznych przy opracowaniu wyników badań, pozwalających na ustalenie wpływu składu i warunków technologicznych na właściwości spoiwa geopolimerowego.

Badania właściwości świeżej zaprawy ze spoiwem geopolimerowym, właściwości fizyko – mechanicznych stwardniałych próbek, odporność na środowisko siarczanowe oraz wymywalność substancji szkodliwych wykonano zgodnie z odpowiednimi normami. Zastosowano także laserowy analizator cząstek będący adekwatną metodą badań stopnia rozdrobnienia wełny mineralnej, a mikrostrukturę włókien przed i po rozdrobnieniu oraz geopolimeru obserwowano pod mikroskopem skaningowym, skład chemiczny oznaczono metodą fluorescencji rentgenowskiej z dyspersją długości fali (spektrometr WDXRF).

3. Ocena merytoryczna pracy

W dobie oszczędności energii wełna mineralna ze względu na właściwości termoizolacyjne jest obecnie szeroko stosowanym materiałem izolacyjnym, stąd również są generowane znaczne ilości jej odpadów o małej gęstości objętościowej wymagające obszernych składowisk. Doktorant podjął aktualnie istotny temat zagospodarowania odpadów wełny mineralnej powstających w produkcji lub w procesie rozbiórki budynków, uznając że włókna mineralne będące glinokrzemianami mogą być surowcem do wytwarzania geopolimerów.

Doktorant opracował studium literatury obejmujące proces produkcji wełny mineralnej i szklanej oraz możliwości recyklingu wewnętrznego i związanych z tym problemów. Omówiono także możliwość zastosowania odpadów wełny mineralnej w przemyśle ceramicznym i kompozytach cementowych. Następnie został opisany sposób wytwarzania spoiwa geopolimerowego oraz wpływ składu surowca i aktywatora alkalicznego na jego właściwości, a także możliwości zastosowania kompozytów ze spoiwem geopolimerowym.

Na pozytywne podkreślenie zasługuje przedstawienie przez Doktoranta studium literatury obejmującej wyniki badań składu chemicznego wełny mineralnej i wełny szklanej w odniesieniu do możliwości zastosowania ich jako surowca dla spoiwa geopolimerowego, a także wpływu metod rozdrabniania na wielkość cząstki włókna. Zamieszczono również studium literatury dotyczące wpływu powierzchni właściwej rozdrobnionej wełny mineralnej na gęstość objętościową i porowatość oraz wpływ warunków i czasu dojrzewania na właściwości wytrzymałościowe kompozytu ze spoiwem geopolimerowym.

Doktorant podsumowując studium literatury uznaje, że jest opisana w niej mikrostruktura i podstawowe właściwości wytrzymałościowe geopolimerów stąd przeprowadzone badanie pozwolą na uzupełnienie dotychczasowej wiedzy o właściwości mechaniczne, wymywanie substancji szkodliwych, odporność na agresję siarczanową i przewodność ciepną kompozytów ze spoiwem geopolimerowym z wełny mineralnej lub szklanej.

Doktorant do analizy wpływu czasu mielenia i zastosowanych dodatków na rozdrobnienie wełny mineralnej zastosował laserowy analizator i prawidłowo opisał

rozkład wielkości cząstek po procesie mielenia. Rozdrobniony materiał obserwowano również pod mikroskopem skaningowym, a obraz morfologii zamieścił na kilku fotografiach. Przeprowadzono również próbę rozdrobnienia wełny mineralnej w młynie przemysłowym, a uzyskane wyniki okazały się być zadowalające ze względu na rozkład wielkości cząstek. Natomiast analiza składu chemicznego rozdrobnionej wełny szklanej i mineralnej z dodatkiem elektrokorundu wskazała na zwiększenie zawartości glinu do akceptowalnego poziomu dla surowców do wytwarzania geopolimerów.

Kolejny etap pracy dotyczy porównania właściwości mechaniczne zapraw ze spoiwem geopolimerowym z rozdrobnionej wełny mineralnej z dodatkiem metakaolinu z właściwościami zapraw cementowych z dodatkiem wełny mineralnej.

4. Uwagi krytyczne i dyskusyjne

4.1. Uwagi redakcyjne

Doktorant nie dołożył staranności, aby poprawnie zredagować pracę doktorską. W pracy występuje wiele błędów literowych, niewłaściwe końcówki wyrazów, niewłaściwe określenia np. „mielenie w płynie kulowym Los Angeles” powtórzone wielokrotnie w całej treści pracy. Autor na str. 78 pisze „uzyskane wyniki mielenia ... wełny mineralnej przedstawiono na rys. 51 i 52”, na rysunkach tych zamieszczono zdjęcia próbek o różnych kolorach, z których nic nie można stwierdzić. Autor pisze, że „twardość proszku jest niezwykle istotna”, ale nie ma informacji jaka jest twardość szkła, boksytu i korundu.

W tabelicy 23 są podane ilości poszczególnych składników na jedną formę dla trzech próbek 40 x 40 x 160 mm. Doktorant pisze jednak, że wykonano próbki 20 x 20 x 160 mm. W tabelicy 24 zamieszczono wyniki badań wytrzymałości na ściskanie i zginanie próbek zapraw oznaczone jak w tabelicy 23. Czy zamieszczone wyniki są wynikami średnimi i z jakiej liczby prób oraz co oznaczają serie 1, 2, 3.

Komentując na stronie 101 wyniki badań Doktorant pisze „receptury na bazie cementu ... wykazały najwyższą wytrzymałość na ściskanie”, wyniki badań uzyskano badając beleczki zaprawy z cementem, a nie receptury.

Jak należy rozumieć określenie „próbki z serii S1 oparte o wełnę mineralną WS1”. Występuje niewłaściwa numeracja rysunków: str. 112 na rys. 81 a powinno być na rys. 83, Autor pisze uformowano bloczki o wymiarach 20 x 20 x 160 mm (rys.85), na rysunku jest po lewej stronie niebieska foremka czymś wypełniona a po prawej jaśniejsze kółko na szarym tle, pod rys.85 jest podpis: „Elektrokorund wykorzystany do mielenia wełny”, (Elektrokorund nie był mielnikiem lecz dodatkiem zwiększającym zawartość glinu).

Co znaczy stwierdzenie „zastąpienie tradycyjnego zbrojenia wdrożeniem do receptury zaprawy cementowej” (str.113). czy kolejny cytat: „uformowano w bloczki o wymiarach krążki o średnicy” (str.117).

Str. 120 „...porowate materiały w tablicy 50”, w tablicy 50 są zamieszczone wyniki wymywania wybranych pierwiastków. Na rys. 90 są trzy linie, a legenda objaśnia tylko dwie.

4.2. Błędy merytoryczne

W pracy występuje też wiele błędów mających wpływ na odbiór merytoryczny pracy. Autor nie zastosował analizy statystycznej do opracowania wyników badań, natomiast na str. 111 pisze „wielkość cząstki wełny mineralnej ma istotny wpływ na wytrzymałość na ściskanie”, oraz „z dużą dozą prawdopodobieństwa można stwierdzić, że próbki oparte na wełnie o większej granulacji, czyli wełnie o dłuższych włóknach mogą działać jako mikro wzmocnienia powodując wzrost wytrzymałości na zginanie”.

Na stronie 99 Doktorant pisze, że wykonano trzy serie próbek w których wodorotlenek sodu był *spoiwem*. Co to są te serie próbek? Jaka rolę w geopolimerach pełni wodorotlenek sodu? W pracy „Geopolimer zaformowano w formach o wymiarach 20 x 20 x 160 mm”, próbki do badań wytrzymałości są zgodnie z powołaną normą są o wymiarach 40 x 40 x 160 mm i takie przedstawiono na rys.77.

Autor na rys. 78 zamieścił wyniki badań konsystencji zapraw geopolimerowych różniących się stężeniem aktywatora, będącego wodorotlenkiem sodu. Interpretacja wyników badań nie jest spójna z wynikami zamieszczonymi na rysunku.

Średnie wyniki badań wytrzymałości zamieszczone w tablicach 31 i 32 zostały obliczone bez uwzględnienia zaleceń powołanej normy. Autor mimo otrzymania wielu wyników badań nie podjął próby znalezienia wpływu parametrów technologicznych czy stężenia aktywatora na właściwości mechaniczne geopolimeru z wełny mineralnej.

W tekście jest informacja: „wyniki badań wytrzymałości na ściskanie i na zginanie przedstawiono w tablicy 44”, natomiast w tablicy o tym numerze są wyniki zmian liniowych. Tablica 36 zatytułowana „Opis składu chemicznego próbek rodzaju wełny” zawiera wyniki w [MPa] będące wynikami wytrzymałości na ściskanie i zginanie zamieszczonymi w kolumnach oznaczonych S1 i S2, bez opisu czego dotyczą. Autor wylicza średnią z wyników badań nie zwracając uwagi, że wyniki różnią się między sobą nawet o 100%.

Zamieszczone na rys. 82 i 83 wykresy wyników wytrzymałości próbek zaprawy geopolimerowej są odwrotnie oznaczone niż wyniki zamieszczone w tabelicy 36. Jak z tak przedstawionych wyników Doktorant mógł wnioskować o wpływie czynników na właściwości zaprawy geopolimerowej i skąd wiadomo, które wyniki są prawdziwe czy podane w tabelicy czy na wykresie. Zastanawia też tak różna wartość wytrzymałości na ściskanie w kolumnie S2 około 30 MPa, a w kolumnie S1 130 MPa, doktorant nie podejmuje próby wyjaśnienia tej kwestii.

W tabelicy 40 zamieszczono wyniki badań gęstości objętościowej, nazwanej „rzeczywistą” oraz po dwa wyniki porowatości otwartej, różniące się znacznie, wymaga to wyjaśnienia. W opisie wyników pod tabelicą podano, że „receptura G2 posiada wyższą gęstość ...”, badano nie recepturę lecz zaprawę. Wyjaśnienia wymaga interpretacja wyników badań porowatości zawartych w tabelicy 40 oraz przewodności cieplnej w tabelicy 41. Autor pisze na str. 119 „*Analizując wyniki badań można z dużym prawdopodobieństwem stwierdzić, że geopolimer ... ma znacznie gorszy współczynnik przewodności cieplnej niż wełna mineralna*” Porównywanie przewodności cieplnej geopolimeru i wełny mineralnej nie ma sensu, bo są to materiały o innej budowie, na jakiej podstawie Autor pisze, że prawdopodobieństwo jest duże.

Właściwego opracowania i omówienia wymagają wyniki badań odporności geopolimeru na środowisko siarczanowe. Na rys. 96, 97 i 98 podpisanych jako „Wykresy zmian liniowych spoiwa geopolimerowego w funkcji czasu” oś rzędnych jest opisana jako „Dokładność pomiaru [%]”, w tabelicach 43, 45 i 47 z wynikami badań zmian liniowych brak tytułów poszczególnych wierszy. Autor badał tylko zmiany liniowe beleczek zapraw ze spoiwem geopolimerowym, a w omówieniu wyników badań odnosi się do korozji wewnętrznej betonu, to są zupełnie odmienne zagadnienia.

Również ponownego opracowania wymaga rozdział „Ocena możliwości immobilizacji substancji szkodliwych”, usunięcia wszystkich zbędnych rysunków, nic nie wnoszących do treści pracy. Wymaga jednoznacznego określenia czy stopień wymywania substancji szkodliwych prowadzono dla zaprawy ze spoiwem geopolimerowym, czy dla samego spoiwa, z treści nie wiadomo dla jakiego materiału badania przeprowadzono, pojęcia te są stosowane zamiennie.

5. Konkluzja warunkowa

Biorąc pod uwagę, że rozprawa doktorska powinna stanowić oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, wykazać ogólną wiedzę w danej dyscyplinie naukowej oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej i staranne oraz prawidłowe opracowanie wyników badań i ich interpretację, pragnę stwierdzić, że recenzowana rozprawa doktorska Pana mgr inż. Dominika Smyczka, zatytułowana „*Wieloaspektowa ocena właściwości geopolimeru*”

wytworzonego z wełny szklanej i mineralnej” na tym etapie nie spełnia tych wymogów (również ze względu na poprawności językowe) i obecnie nie może być podstawą do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Dostrzegając jednak ważność podjętego tematu, wkład pracy Doktoranta i fragmenty pracy, które można ocenić jako dopuszczające, kieruję pracę do poprawy i uzupełnienia we wskazanym w recenzji zakresie i w pełnej współpracy z promotorem.

W przedstawionej opinii zostały zawarte tylko przykładowe błędy merytoryczne i redakcyjne, nie obejmują wielu innych występujących w treści pracy.

Pragnę wyrazić nadzieję, że prawidłowe opracowanie wyników badań i ich omówienie w odniesieniu do danych literaturowych oraz staranna redakcja pracy doktorskiej sprawi, że praca spełni wymagania stawiane rozprawom doktorskim i w ponownej ocenie będzie mogła uzyskać pozytywną opinię.

Recenzję podpisała
Zdzisława Owsiak