

Recenzje spełnione w sumie formalnie

dr hab. inż. Waldemar Pichór, Prof. AGH<sup>P</sup>  
Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki<sup>Inżyn</sup>  
Akademia Górniczo-Hutnicza w Krakowie<sup>d</sup>

Kraków, 30.12.2024<sup>N</sup>  
<sup>sport</sup>

ś

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr. inż. Dominika Smyczka  
p.t. „Wieloaspektowa ocena właściwości geopolimeru wytworzonego z wełny szklanej  
i mineralnej”**

**1. Podstawa wykonania i przedmiot recenzji**

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska p.t. „Wieloaspektowa ocena właściwości geopolimeru wytworzonego z wełny szklanej i mineralnej” przygotowana przez p. mgr inż. Dominika Smyczka. Promotorem pracy doktorskiej jest dr hab. inż. Beata Łażniewska-Piekarczyk, Prof. PŚ.

**2. Tematyka rozprawy i określenie problematyki badawczej**

Praca doktorska p. mgr inż. Dominika Smyczka dotyczy ważnego i coraz bardziej aktualnego problemu zagospodarowania trudnych do recyklingu odpadów wełny mineralnej, i otrzymania z ich wykorzystaniem zapraw geopolimerowych, które w niektórych przypadkach mogą stanowić alternatywę dla materiałów ze spoiwem cementowym.

Jednym z istotnych problemów przed którym stoi ludzkość jest konieczność transformacji gospodarczej, z modelu liniowego do modelu gospodarki o obiegu zamkniętym. Przemysł związany z wytwarzaniem materiałów budowlanych, ze względu na skalę oddziaływania na środowisko może odegrać kluczową rolę w szybkim osiągnięciu tego celu. Producenci cementu od lat wprowadzają rozwiązania przyjazne środowisku, począwszy od stosowania popiołu ze spalania węgla i żużli metalurgicznych, do obecnie badanych prażonych glin czy pyłu z rozbiórki betonu jako dodatku do cementu częściowo zastępującego klinkier. Również recykling energetyczny polegający na spalaniu odpadów po ich wcześniejszym przetworzeniu na paliwa alternatywne jest ciągle doskonałony. Obecnie poziom substytucji węgla jako paliwa do pieca cementowego sięga 80%. Mimo spektakularnych sukcesów w tej materii pozostaje duża grupa odpadów trudnych do zagospodarowania. Jednym z takich materiałów jest właśnie odpad z produkcji (lub odzysku) wełny mineralnej, będący przedmiotem tej pracy. Poszukuje się różnych metod przetwarzania odpadów z wełny mineralnej celem ich zawrócenia do obiegu gospodarczego, w tym również prowadzących do stosowania ich jako składnik zapraw mineralnych. Odpady z wełny mineralnej z uwagi na niską gęstość obj. nie są łatwe do zagospodarowania, ale skład chemiczny wełny skłania do wykorzystania ich jako źródło gliny i krzemu w procesach wiązania chemicznego. Jednym z proponowanych kierunków zagospodarowania odpadów z wełny jest wykorzystanie ich jako składnika kompozytów geopolimerowych otrzymywanych na drodze aktywacji alkalicznej. W przyszłości

UNIWERSYTECHNIKA ŚLĄSKA  
Wydział Inżynierii i Inżynieria Lądowa,  
Geodezja i Transport  
wpłynęło dnia 13.01.2025  
nr 3 zat. —

geopolimery zapewne będą odgrywały coraz większą rolę w budownictwie, energetyce, ochronie środowiska i przemyśle wytwórczym. Ich właściwości – przede wszystkim odporność na wysoką temperaturę, trwałość w różnych środowiskach oraz możliwość wykorzystania do ich wytwarzania odpadów przemysłowych sprawiają, że stanowią interesującą alternatywę dla tradycyjnych materiałów na bazie cementu. Jest to szczególnie istotne w kontekście dążenia do zrównoważonego rozwoju i minimalizacji wpływu technologii na środowisko.

### **3. Ocena pracy**

Biorąc pod uwagę wybór tematyki pracy doktorskiej, również z punktu widzenia możliwości aplikacyjnych proponowanych rozwiązań, należy ją uznać za aktualną i wartościową.

Układ pracy jest typowy, w której część eksperymentalną poprzedza analiza literaturowa. Część literaturowa w pierwszej części zawiera istotne z punktu widzenia pracy omówienie zagadnienia powstawania i możliwych kierunków zagospodarowania odpadu powstającego podczas produkcji wełny mineralnej. Autor przedstawił różne możliwości wykorzystania odpadu z wełny mineralnej, zwracając uwagę na wady i zalety stosowanych rozwiązań. Jest to dość syntetyczne zestawienie, które pozwala czytelnikowi wyrobić sobie pogląd na aktualne możliwości przemysłu włóknistych materiałów termoizolacyjnych i konieczność poszukiwania nowych rozwiązań w tym zakresie. W części drugiej autor omawia tworzywa geopolimerowe w kontekście ich miejsca w gospodarce na tle cementu portlandzkiego, szczególnie redukcji emisji CO<sub>2</sub> w procesie wytwarzania spoiwa. Kolejno autor omawia wpływ różnych czynników na właściwości geopolimerów, w tym przede wszystkim spoiwa (proporcji między Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> a NaOH) oraz jego stężenia. Problem wielkości śladu węglowego w porównaniu do cementu nie uwzględnia emisji CO<sub>2</sub> związanej z wytwarzaniem spoiwa. Autor analizuje również rodzaje surowców wykorzystywanych do wytwarzania geopolimerów, co starał się przedstawić w syntetycznej formie tablic (tablica 2 i 5), ułatwiające późniejsze odniesienie otrzymanych wyników do tych prac. Uzupełnieniem tej części opracowania literaturowego jest przegląd przykładowych zastosowań geopolimerów udokumentowany fotografiami produktów różnych producentów. Również dołączone jest zestawienie obecnych na polskim rynku produktów geopolimerowych, i podkreślenie powolnego ale systematycznego wzrostu udziału takich tworzyw w rynku budowlanym. Podsumowując, w części pracy bazującej na przeglądzie literatury (Rozdział 3) autor wprowadza nas w zagadnienie wytwarzania geopolimerów i wskazuje na możliwość wykorzystania odpadu z wełny mineralnej jako składnika takich materiałów, potwierdzając tym samym zasadność postawionego zadania badawczego. Koncepcję pracy zawartą w Rozdziale 4 autor wyprowadza z analizy możliwości wykorzystania wełny mineralnej pod kątem zarówno składu chemicznego, wskazując na różnice w stosunku do metakaolinu, szczególnie stosunku Al do Si, ale również na możliwość rozdrobnienia wełny mineralnej do postaci mączki. Rozdział ten poświęcony jest zasadniczo badaniom wstępnym prowadzącym do sprecyzowania założeń badań właściwych w pracy doktorskiej. Ciekawe jest zestawienie

metod rozdrabniania wełny mineralnej różnymi technikami zawarte w tablicy 11, szkoda tylko że pochodzą wyłącznie z jednej publikacji. Autor zamieścił również podsumowanie wyników prac różnych autorów dotyczących właściwości geopolimerów z odpadem z wełny mineralnej zawarte w tablicy 13. Ważnym zagadnieniem jest trwałość tak otrzymanych kompozytów, szczególnie w środowisku korozyjnym np. zagrożenia korozją siarczanową, co podkreśla autor w kontekście wypełnienia luki w dostępnej literaturze. Skłoniło go to do przeprowadzenia tego rodzaju badań. Podsumowanie analizy zakończone jest zawężeniem zakresu badań otrzymywanych tworzyw geopolimerowych do określenia ich cech mechanicznych, wymywalności substancji szkodliwych, odporności na agresję siarczanową i w zasadzie bez żadnego uzasadnienia współczynnika przewodności cieplnej.

Rozdział 5 pracy poświęcony jest badaniom własnym autora, i został podzielony na badania wstępne (blok I) i badania zasadnicze (blok II). Celem badań wstępnych było opracowanie techniki rozdrabniania odpadu z wełny do uziarnienia oraz wymagana z punktu widzenia optymalnego składu do syntezy geopolimerów korekta składu chemicznego. W pracy zastosowano dodatki których funkcją miało być wspomaganie mielenia – tj. boksyt, stłuczkę szklaną oraz elektrokorund. W przypadku wykorzystania stłuczki szklanej nie uzyskano zadowalającego efektu w postaci uzyskania pożądanego rozdrobnienia odpadu (poniżej 100  $\mu\text{m}$ ) w akceptowalnym czasie. Natomiast w przypadku boksytu i elektrokorundu, co oczywiste, efektywność rozdrabniania był znacznie większa. Wyniki badań laboratoryjnych przeskalowano do instalacji technicznej o dużej wydajności potwierdzając możliwość uzyskania mączki surowcowej z mieszaniny odpadowej wełny mineralnej i składników wspomagających mielenie. Mimo, że autor uzyskał zadowalające efekty mielenia wykorzystując boksyt, to skłania się mimo wszystko w stronę wykorzystania elektrokorundu, z uwagi na znaczne skrócenie czasu mielenia. Jednak biorąc pod uwagę trwałość instalacji mielącej, a w szczególności odporność na ścieranie systemów dozujących jak i samego młyna wybór jest z pewnością do ponownego przemyślenia. Szkoda, że autor nie podsumował w zbiorczej formie (np. tabeli, wykresu) wpływu czasu mielenia i rodzaju stosowanych dodatków na efektywność mielenia. Drugim ważnym zagadnieniem związanym ze stosowaniem dodatków była korekta składu chemicznego wełny mineralnej pod kątem zwiększenia udziału  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Wydawać by się mogło, że w tym kontekście właśnie zastosowanie elektrokorundu jest pożądanym, niemniej jednak z uwagi na jego małą reaktywność nie będzie pełnił roli źródła glinu. Warto było w pracy było podjąć rozważania nie tylko co do sumarycznej zawartości glinu w recepturze wzbogaconej mieszanki surowcowej, ale również ocenie reaktywności składników go wprowadzających. Bazując na powszechnie dostępnej literaturze można stwierdzić, że reaktywność elektrokorundu jest zdecydowanie mniejsza niż większości składników będących nośnikiem glinu. W mojej ocenie elektrokorund będzie głównie pełnił rolę mikrokruszywa w kompozytach, a w umiarkowanym stopniu będzie wprowadzał glin do układu reakcyjnego. W rozdziale tym zawarte są wyniki badań własnych autora dotyczących otrzymywania i badania właściwości zapraw geopolimerowych oraz jako próbek referencyjnych zapraw z cementu portlandzkiego żuźlowego (CEM II). Surowcami do otrzymania geopolimerów był

metakaolin oraz mączka z wełny mineralnej z 10% dodatkiem  $Al_2O_3$  oraz jako aktywator NaOH. W obu przypadkach wypełniaczem był normowy piasek kwarcowy do zapraw. Badania skupiały się na ocenie wytrzymałości, odporności na korozję siarczanową, wymywalności niektórych jonów oraz, nie wiedzieć czemu – współczynnika przewodzenia ciepła. Otrzymane wyniki nie wskazują na jakąkolwiek zasadność tego badania.

Praca napisana jest w wielu miejscach językiem potocznym, i często nieprecyzyjnym, co w dużym stopniu utrudnia ocenę walorów pracy. Warto było uporządkować stosowaną przez autora nomenklaturę. W pracy w kilku miejscach autor wyraźnie rozróżnia wełnę „mineralną” od wełny „szklanej”, co jest właściwe, jednak w mojej ocenie rodzi to pewne niezrozumienie. Termin wełna mineralna jest bezpośrednim tłumaczeniem z języka angielskiego (mineral wool) i bardzo szybko został wchłonięty do nomenklatury, szczególnie w branży budowlanej. Jednak wyraźnie trzeba podkreślić, że nazwa ta sugeruje krystaliczną budowę włókien (złożoną z minerałów, zatem składników krystalicznych), a tak nie jest. Problem nie istnieje przy stosowaniu terminu wełna szklana. W obu przypadkach stosowane określenie do wyróżnienia rodzaju wełny termoizolacyjnej dotyczy podstawowych surowców z których jest otrzymywana (rozdrobnionych skalnych lub stłuczki szklanej), co implikuje przy okazji zakres temperatury topienia i sposób rozwłókniania stopu. Niemniej jednak w obu przypadkach zarówno włókna wełny skalnej jak i wełny szklanej mają budowę amorficzną. W literaturze naukowej (pomijając literaturę popularno-naukową), żeby ominąć tę niejednoznaczność poprawnie stosuje się termin wełna mineralna skalna oraz wełna mineralna szklana. To między innymi w pracach naukowych, a w tym i w pracach doktorskich powinniśmy zadbać o poprawność, jednoznaczność i czytelność języka. W kilku miejscach stosowanie jak przypuszczam skrótów myślowych jest całkowicie nieakceptowalne. Przykładowo już we wstępie pracy autor pisze o syntezie krzemu i glinu jako podstawowej reakcji prowadzącej do otrzymywania geopolimerów. Z pewnością autorowi nie chodziło o syntezę tych pierwiastków, bo to całkiem inne zagadnienie. W kilku miejscach autor stosuje niewłaściwe, a czasem budzące zdziwienie sformułowania np. reakcją nazywa proces topienia (R. 3.1.2.1, str. 15), według autora geopolimery składają się pod względem struktury z wielokrotności powtórzonych mniejszych części (R. 3.2., str. 25), metakaolin z uwagi na fakt, że w jego składzie dominują tlenki krzemu i glinu można określić mianem idealnego glinokrzemianu (R. 3.2.2, str. 36), a w R. 5.4 autor pisze o „dekonstrukcji” materiału wywołanej powstających ettringitem. Zdarzają się w pracy niefortunne też skróty myślowe, wynikające zapewne bardziej z nieuwagi niż niewłaściwego rozumienia procesów. Utrudnieniem w analizie wyników zamieszczonych w pracy jest też błędna, powtarzająca się numeracja kilku rysunków (np. Rys. 73, 74). Utrudnia czytanie pracy i analizowanie wyników zawartych w części badań zasadniczych (Rozdział 5) przyjęty sposób oznaczeń próbek. Przykładowo oznaczenia zapraw WM1-6 - WM1-3 dotyczą próbek geopolimerowych o wzrastającym udziale wzbogaconego odpadu z wełny (nazwanego również WM2!), a oznaczenia WM4-6 dotyczą cementowych zapraw referencyjnych. Wprowadza to pewne zamieszanie i wymusza zapamiętanie tych

symboli lub nieustanne wracanie do tablicy 23 w celu interpretacji wyników. Autor mógł zadbać o czytelność danych stosując znaczące i jednoznaczne symbole dla próbek.

Autor zaplanował prace eksperymentalne zgodnie z przyjętym planem statystycznym (kwadrat łaciński 3x3), jednak całkowicie go pominął i nie wykorzystał przy analizie wyników. Nasuwa się więc pytanie, po co w takim razie wprowadził ten plan? Zdziwienie budzi rozdział 5.3 poświęcony wpływowi dodatku wełny mineralnej na właściwości termoizolacyjne otrzymywanych kompozytów. Brak jest w pracy jakiegokolwiek informacji co do zasadności tego badania, pamiętając że wprowadzany dodatek jest zmielony do średniego rozmiaru ziaren około 20  $\mu\text{m}$ , i do tego będzie składnikiem, który powinien w dużym stopniu jeśli nie całkowicie przereagować.

#### **4. Wnioski końcowe**

Praca zawiera materiał badawczy, który może być istotnym wkładem w rozwój tematyki alternatywnych w stosunku do cementu portlandzkiego spoiw mineralnych. Ma też niewątpliwy walor związany z recyklingiem trudnego do zagospodarowania odpadu. W obecnej formie jednak bazuje na nieprzemyślanych do końca założeniach odnośnie składu i techniki przygotowania mieszanki, praca ma braki w zakresie planowania eksperymentu, interpretacji wyników, ma też szereg wad edycyjnych, i w mojej ocenie nie spełnia wymogów stawianych pracom doktorskim. Na ocenę tę wpływa przede wszystkim:

1. Brak merytorycznego uzasadnienia zastosowania elektrokorundu jako składnika surowcowego w mieszance, w brak rozważań na temat jego oddziaływania z urządzeniami mielącymi oraz reaktywności z pozostałymi składnikami w proponowanym układzie,
2. Brak jakiegokolwiek wytłumaczenia zasadności badań współczynnika przewodzenia ciepła uzyskanych materiałów,
3. Istotne braki w analizie otrzymanych wyników badań, w szczególności w zakresie analizy wyników zgodnie z przyjętym planem statystycznym,
4. Duża ilość błędów lub nieścisłości w tekście wskazująca na pewne kłopoty w stosowaniu poprawnego naukowego języka opisowego (cała praca),
  1. Błędy edycyjne (numeracja i nieczytelny wprowadzający w błąd sposób opisu próbek do badań),

Podsumowując stwierdzam, że praca doktorska pt. „Wieloaspektowa ocena właściwości geopolimeru wytworzonego z wełny szklanej i mineralnej” autorstwa p. Dominika Smyczka w obecnej formie nie spełnia kryteriów stawianych pracom doktorskim określonym w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 roku z późn.zm. „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce”.

Recenzję podpisał  
Waldemar Pichór