

Prof. dr hab. inż. Maciej Sitarz

Kraków 14.01.2026

Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica

Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki

Katedra Chemii Krzemianów i Związków Wielkocząsteczkowych

30-059 Kraków

Al. Mickiewicza 30

**OCENA**

**rozprawy doktorskiej mgr inż. Macieja Mrówki pt. „Charakterystyka właściwości  
fizykochemicznych oraz technologicznych symulantów regolitu”**

opracowana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej

**1. Charakterystyka pracy**

Przedstawiona do recenzji praca doktorska Pana mgr inż. Macieja Mrówki, zrealizowana w grupie badawczej dr hab. inż. Grzegorza Moskala, prof. PŚ, poświęcona jest ocenie przydatności, popiołów lotnych pochodzących z zasilanych węglem kamiennym polskich elektrowni, w charakterze symulantów regolitu księżycowego. Opracowanie tanich symulantów regolitu księżycowego jest jednym z pierwszych i zarazem jednym z najważniejszych kroków do opracowania technologii budowy planowanych baz kolonizacyjnych na Księżycu. Marzenia ludzkości o eksploracji Księżyca i dalej całego Układu Słonecznego sięgają niepamiętnych czasów i jak dotychczas zostały jedynie częściowo zrealizowane w latach pięćdziesiąty ubiegłego wieku w ramach programu Apollo. Znając specyfikę środowiska powierzchni Księżyca charakteryzującej się wysoką próżnią, niską grawitacją oraz wahaniami temperatury dochodzącymi do 250°C w ciągu doby, łatwo sobie wyobrazić problemy, zarówno te techniczne jak i ekonomiczne, jakie napotyka program jego kolonizacji. Z uwagi na powyższe uwarunkowania jednym z podstawowych zadań stojących przed przyszłymi kolonizatorami będzie wybudowanie odpowiednich budynków zapewniających, oprócz odpowiedniej atmosfery, ochronę przed zagrożeniami radiacyjnymi jak i wysokimi (do

+120°C) i niskimi (do -130°C) temperaturami. Biorąc pod uwagę odległość Ziemi od Księżyca i wynikające z tego gigantyczne trudności techniczne i rzecz jasna koszty związane z transportem dużej ilości materiałów, budowa obiektów będzie musiała odbywać się na Księżycu z wykorzystaniem jego zasobów. Przeprowadzone w latach pięćdziesiątych eksploracje Księżyca wykazały, że jego powierzchnię pokrywa kilkumetrowa warstwa luźnej skały okruszowej zwanej regolitem, której głównymi składnikami fazowymi są różnego rodzaju krystaliczne i amorficzne krzemiany i glinokrzemiany. Materiał taki można z powodzeniem wykorzystać do budowy planowanych baz księżycowych. Aby realnym stało się budowanie wspomnianych baz kosmicznych konieczne jest opracowanie odpowiednich metod i zoptymalizowanie procesów wznoszenia obiektów najpierw w warunkach ziemskich i ich zaimplementowanie w warunkach księżycowych. Aby to osiągnąć konieczne jest przeprowadzenie różnorodnych, wieloetapowych testów wymagających dużej ilości regolitu (liczone w tonach), co obecnie jest niemożliwe z technicznego i ekonomicznego punktu widzenia - transport z Księżyca. Dlatego też opracowano już różnego rodzaju symulanty regolitu, niemniej jednak stale poszukuje się tanich zamienników, na bazie których możliwe będzie przeprowadzenie niezbędnych wielkotonażowych testów.

Mając to na uwadze oraz biorąc pod uwagę przede wszystkim skład chemiczny i fazowy, dostępność oraz cenę, Autor zaproponował wykorzystanie popiołów lotnych pochodzących z polskich elektrowni zasilanych węglem kamiennym. Podjęcie takiej tematyki jak i sam wybór popiołów lotnych jako symulantów regolitu uważam za jak najbardziej uzasadnione i interesujące zarówno z naukowego jak i docelowo utylitarnego punktu widzenia.

Układ pracy jest klasyczny i składa się z dwóch głównych części tj. 1) Części literaturowej zawierającej stosowny przegląd literatury jak również Cel i Tezy pracy oraz 2) Części badawczej poświęconej opisowi przeprowadzonych eksperymentów oraz wynikających z nich wniosków. Rozprawę kończą Bibliografia, Spis rysunków i Tabel oraz Streszczenia w języku polskim i angielskim.

## 2. Ocena merytoryczna pracy

Część literaturowa rozprawy podzielona została na osiem podrozdziałów i rozpoczyna się Wprowadzeniem (podrozdział 1) w zagadnienia związane z tematyką rozprawy, czyli eksploracją Księżyca, zakładającą stałą obecność człowieka. Oczywiście pociąga to za sobą konieczność utworzenia na jego powierzchni pełnej infrastruktury mieszkalnej, naukowo-badawczej oraz transportowej. Zasiedlenie Księżyca jest pierwszym i nieodzownym krokiem w kierunku dalszej eksploracji Układu Słonecznego. Pomimo gigantycznych kosztów związanych z planowanym zasiedleniem, jest ono perspektywiczne również z ekonomicznego punktu widzenia, biorąc pod uwagę nieuchronne wyczerpywanie się zasób naturalnych Ziemi. Dotychczasowe misje księżycowe opierały się na zabieraniu wszelkich niezbędnych zapasów z Ziemi, co przy założeniu stałej obecności człowieka na Księżycu, jest technicznie praktycznie niewykonalne i dodatkowo generowałoby gigantyczne koszty. W związku z czym opracowano koncepcję zakładającą wykorzystanie zasobów księżycowych w trybie *in situ* (ISRU – ang. In-Situ Resource Utilization) na Księżycu (podrozdział 2). Najistotniejsze z tego punktu widzenia jest rozwiązanie problemów związanych z dostępem do wody, tlenu, energii oraz opracowaniem procesów otrzymywania różnego rodzaju materiałów konstrukcyjnych. Biorąc pod uwagę udokumentowane zasoby naturalne Księżyca dostępne są już technologie pozwalające na otrzymywanie na ich bazie tlenu i wody, które są kluczowe dla organizmów żywych. Dostępne są również technologie pozwalające na otrzymywanie różnego rodzaju materiałów konstrukcyjnych (np. metale), niemniej jednak wszystkie wiążą się z ogromnym zapotrzebowaniem na energię, której główne źródło upatruje się w energii słonecznej. Kluczowa z punktu widzenia ochrony radiacyjnej oraz zapewnienia warunków dla podtrzymywania życia jest kwestia budownictwa księżycowego. Jak już wspomniałem, aby można było myśleć o długotrwałej obecności człowieka na Księżycu, konieczne będzie wybudowanie, na bazie regolitu księżycowego, całej infrastruktury mieszkalno-technicznej. Wiąże się to z przetwarzaniem gigantycznej ilości materiału oraz dużym zużyciem energii. Obecnie

w tym zakresie największe nadzieje pokłada się w technologiach związanych ze spiekaniem oraz drukiem 3D.

Oczywiście aby planować wykorzystanie regolitu księżycowego konieczna jest szczegółowa znajomość zarówno jego składu chemicznego i fazowego jak i ziarnowego. Badania przeprowadzone na próbkach pobranych z powierzchni Księżyca wykazały, że regolit księżycowy to w głównej mierze mieszanina składająca się z fazy amorficznej, plagioklazów, piroksenów, oliwinów oraz ilmenitu, o średniej wartości gęstości właściwej wynoszącej ok.  $3,1 \text{ g/cm}^3$ . Istotną cechą regolitu księżycowego jest również specyficzne uziarnienie – zazwyczaj mediana wielkości cząstek waha się od 40 do 130  $\mu\text{m}$ , przy średniej wartości 70  $\mu\text{m}$  (podrozdział 3).

Brak dostępności wystraczających ilości regolitu księżycowego sprawia, że do prowadzenia różnorodnych badań i testów konieczne stało się opracowanie symulantów zapewniających zbliżone własności fizyko-chemiczne i użytkowe (podrozdziały 4-5). Jak dotychczas opracowano dziesiątki różnego rodzaju symulantów regolitu księżycowego zarówno na bazie próbek przywieziony z misji księżycowych jak i na bazie różnorodnych popiołów wulkanicznych. Niemniej jednak na całym Świecie stale prowadzone są szeroko zakrojone badania nakierowane na poszukiwania ogólnodostępnych i tanich symulantów regolitu księżycowego.

Znając specyficzny skład fazowy regolitu księżycowego (podrozdziały 6-7), którego unikatową cechą jest duża zawartość fazy amorficznej (średnio ok. 50% wag.) Autor, zwrócił uwagę na możliwość wykorzystania popiołów lotnych z elektrociepłowni węglowych, których głównym składnikiem jest amorficzna faza glinokrzemianowa. Z przedstawionego przeglądu literatury widać, że Autor zdaje sobie sprawę z faktu, że parametry fizyko-chemiczne popiołów lotnych są silnie uzależnione od wielu parametrów, w tym głównie od: jakości spalanego węgla, konstrukcji palenisk i warunków spalania. Zatem konieczne jest przetestowanie wielu różnych popiołów lotnych w celu wybrania najbardziej zbliżonego pod kątem własności fizyko-chemicznych do regolitu księżycowego. Potencjalne wykorzystanie popiołów lotnych, będących łatwo dostępnym odpadem poprodukcyjnym wyeliminowałoby kluczowe wady dostępnych obecnie komercyjnie symulantów regolitu księżycowego tj.

ograniczoną dostępność i związaną z tym wysoką cenę. Pozwoliłoby to na przeprowadzanie różnorodnych testów, również tych wielkotonażowych, w akceptowalnych warunkach ekonomicznych.

Mając to wszystko na uwadze, w kolejnych podrozdziałach 8-9, Autor sformułował cele oraz tezy pracy doktorskiej. Głównym celem naukowym była analiza wybranych parametrów morfologicznych oraz właściwości fizyko-chemicznych i biologicznych popiołów pochodzących z polskich elektrowni, oraz opracowanie na tej podstawie optymalnej kompozycji symulanta regolitu księżycowego. Natomiast za cel aplikacyjny przyjęto odpowiedź na pytanie czy popioły lotne mogą być rozpatrywane jako tanie, wysokotonażowe oraz łatwo dostępne symulanty regolitu księżycowego.

Zasadniczą część rozprawy doktorskiej, obejmującą ok. 65 % tekstu, stanowi Część doświadczalna podzielona na sześć podrozdziałów.

W pierwszych trzech podrozdziałach tej części rozprawy przedstawiono kolejno: klarowny schemat przeprowadzonych badań (1), materiały badawcze tzn. analizowane popioły lotne (2) oraz opis parametrów przy jakich wykonywane były poszczególne badania. Do badań pozyskano popioły lotne z dziewięciu polskich elektrociepłowni spalających węgiel kamienny. Na podstawie badań termograwimetrycznych dokonano wstępnej selekcji analizowanych popiołów, wybierając do dalszych badań cztery skrajne, a odrzucając próbki najbardziej zbliżone do wybranych. Jest to podejście jak najbardziej uzasadnione, gdyż należy pamiętać, że zarówno skład chemiczny, fazowy jak i ziarnowy, dostępnych do badań próbek regolitu księżycowego zmienia się w szerokich granicach w zależności od miejsca pobrania na Księżycu. Nie ma więc jednego rodzaju regolitu i w związku z tym konieczne jest stworzenie wielu różnych symulantów regolitu księżycowego.

W pierwszej kolejności przeprowadzono badania XRD, które w połączeniu z analizą Rietvelda pozwoliły na określenie zarówno rodzaju jak i udziału poszczególnych faz w wybranych popiołach lotnych. Analizując uzyskane wyniki stwierdzono, że w większości przypadków (poza popiołem P3) zawierają one (w stosunku do składu próbek regolitu księżycowego) znacznie większy udział fazy amorficznej oraz nie zawierają oliwinów, piroksenów oraz plagioklazów. Należy

również zwrócić uwagę na obecność anhydrytu oraz wysoką zawartość hematytu w próbkach P3 i P4. Przeprowadzona równolegle szczegółowa analiza badań termograwimetrycznych wykazała, że w przypadku próbek P1 i P2 wygrzewanie do 1300°C nie prowadzi do zasadniczych zmian fazowych, gdyż praktycznie nie zawierają one faz podatnych na rozkład oraz mogących ze sobą reagować. Zupełnie odmienne zachowanie, wynikające z odmiennego składu fazowego, zaobserwowano dla próbek P3 i P4, w przypadku których dochodzi do termicznego rozkładu anhydrytu oraz jego reakcji z  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  i/lub  $\text{SiO}_2$ .

Przeprowadzona charakterystyka morfologiczna analizowanych popiołów lotnych wykazała ich podobieństwo do regolitu księżycowego zarówno, co do gęstości właściwej jak i składu granulometrycznego.

Kolejnym etapem pracy były próby spiekania popiołów lotnych oraz analiza towarzyszących temu zmian składu fazowego. Autor w logiczny sposób wytłumaczył zmiany zachodzące w wygrzewanych próbkach i co niemniej istotne zaproponował schematy zachodzących procesów. Wykazano, że we wszystkich analizowanych próbkach po procesie spiekania pojawiły się plagioklasy, które są istotnym składnikiem regolitu księżycowego. Dodatkowo po procesie spiekania w popiołach PE3 i PE4 stwierdzono również obecność piroksenów, które również są ważnym składnikiem regolitu księżycowego. Wyniki tych eksperymentów są niezmiernie interesujące z punktu widzenia celów całej rozprawy, gdyż wskazują, że odpowiednia obróbka termiczna pozwala na świadomą zmianę składu fazowego popiołów lotnych w kierunku jego zbliżenia do składu fazowego regolitu księżycowego.

Poza kwestią odpowiedniego doboru składu chemicznego, fazowego i ziarnowego symulantów regolitu księżycowego, niezmiernie istotna jest ocena własności użytkowych otrzymywanych materiałów. W związku z tym przeprowadzono ocenę trzech kluczowych parametrów tj. przewodnictwa cieplnego, ekranowania przed promieniowaniem jonizującym oraz własności biologicznych.

Wykazano, że zmiany przewodnictwa cieplnego spieków otrzymanych w różnych temperaturach spiekania są typowe dla materiałów ceramicznych. Co więcej, wraz ze wzrostem temperatury procesu spiekania dyfuzyjność cieplna otrzymywanych

spieków maleje, co jest niezmiernie korzystne biorąc pod uwagę konieczność spiekania popiołów lotnych w celu dostosowania ich składu fazowego do składu fazowego regolitu księżycowego. Podsumowując można stwierdzić, że otrzymane materiały spełniają wymagania izolacyjne stawiane materiałów budowlanych.

Przeprowadzone z dużym rozmachem badania własności biologicznych, zarówno surowych popiołów lotnych jak i spieków otrzymanych na ich bazie, wykazały brak toksyczności wobec modelowych linii komórek ludzkich, jak również nie stwierdzono negatywnej odpowiedzi komórkowej. Tak więc wykazano, że zarówno analizowane popioły lotne przed spiekaniem, jak i otrzymane spieki nie stanowią zagrożenia dla organizmu ludzkiego. Jest to niezmiernie istotne z punktu widzenia planowanej długotrwałej obecności człowieka w pomieszczenia zbudowanych na bazie tego typu materiałów.

Ostatnią analizowaną własnością była zdolność ekranowania promieniowania jonizującego (beta i gamma) przez otrzymane spieki. Wykazano, że wszystkie otrzymane spieki charakteryzują się bardzo wysoką skutecznością w ekranowaniu promieniowania jonizującego. Można więc stwierdzić, że planowane na Księżycu obiekty mieszkalno-techniczne wykonane z użyciem takich materiałów z pewnością zapewnią odpowiednią ochronę ludzi przed promieniowaniem jonizującym. Pamiętając o braku atmosfery na Księżycu jest to jeden z kluczowych problemów do rozwiązania przy planowaniu budownictwa księżycowego.

Uzyskane w trakcie realizacji rozprawy wyniki badań pozwoliły Autorowi na przedstawienie koncepcji Górnośląskiego Symulanta Regolitu, który stworzono poprzez wymieszanie w równowagowych proporcjach spieków otrzymanych (w temp. 1100°C) na bazie popiołów lotnych PE2 i PE4. Przeprowadzone badania struktury i mikrostruktury wykazały, że tak otrzymany materiał jest zbliżony pod kątem składu fazowego regolitu księżycowego pobranej w trakcie misji Apollo 16.

Oceniając całość pracy należy stwierdzić, że stanowi ona oryginalne i całościowe podejście do opracowania symulantów regolitu księżycowego. Sposób przedstawienia wyników badań oraz ich interpretacja wskazują na dobre przygotowanie Doktoranta w zakresie Inżynierii Materiałowej. Warty podkreślenia jest fakt, że opracowany przez

Doktoranta symulant regolitu księżycowego doczekał się już pozytywnego odzewu ze strony przemysłowej.

Recenzowano pracę, jak każda tego typu praca, zawiera oczywiście kilka drobnych wad i niezręcznych sformułowań, które podzieliłbym na dwie grupy tj. usterki edytorskie i gramatyczne oraz uwagi polemiczne.

Usterki edytorskie i gramatyczne dotyczą przede wszystkim błędów gramatycznych i stylistycznych, które wynikają w moim przekonaniu ze zbyt szybkiego i dosłownego tłumaczenia literatury oraz poprawiania wcześniej napisanego tekstu. Poniżej przedstawiam tylko kilka najjaskrawszych przykładów:

- Strona 13 *"W procesie wytwarzania tlenu poprzez redukcję elektrolityczną, elementy metalowe w księżycowym..."?* i dalej *"Metoda rozkładu termicznego w próżni bezpośrednio podgrzewa surowce w warunkach próżni, tak aby rozłożyć tlenek w regolicie księżycowym na elementy tlenowe i inne elementy składowe"?*
  - Strona 14. Co Autor rozumie pod pojęciem „*metale gazowe*”? I na tej samej stronie *„Fluor zastąpi pierwiastki tlenowe w krzemianie, a pierwiastki krzemu zostaną otrzymane w postaci czterofluorku krzemu”?*
  - Strona 16 *„Obecnie zaproponowano różne koncepcje połączone z technologią drukowania 3D i regolitem księżycowym jako surowcami w celu rozwinięcia konstrukcji księżycowych”?*
  - Strona 32 *„Zachowanie produkcji na Księżycu może mieć wiele cech odpowiadających im systemów produkcji na Ziemi”?*
  - Strona 36 *„...cząstki glinowo-krzemionkowe oraz materię glinowo-krzemionkową pierwiastków złożonych”?*
  - Strona 46 *„Dyfrakcję rentgenowską proszku w popiele mierzono za pomocą dyfraktometru...”?* i Dalej *„Dyfuzyjność cieplną ( $\alpha$ ) spieków mierzono metodą impulsową laserową...”*
  - Strona 82 *„Wapń w próbkach spieczonych popiołów również może mieć źródło”?* I dalej *„...mogą być skumulowane ziarna wapnia...”?* *„...obecność ziaren tytanu...”?*
- Z poważniejszych uwag merytorycznych i polemicznych wymieniałbym następujące:

- 1) Czemu wstępnej selekcji popiołów lotnych dokonano na podstawie badań termograwimetrycznych a nie innych?
- 2) Rys. 4 jest nieczytelny, a poza tym podpis jest błędny, gdyż rysunek nie przedstawia analizy tylko krzywe.
- 3) Na stronie 61 Autor poszukuje wytłumaczenia niewielkiego spadku masy analizowanych próbek w trakcie wygrzewania i stwierdza, że „...może to wynikać z utraty wilgoci w próbkach lub rozkładu niewielkiej ilości niezidentyfikowanych związków organicznych, które mogły znajdować się w popiele, takich jak zanieczyszczenia powstałe podczas składowania lub transportu”. W moim przekonaniu taka interpretacja jest ryzykowna, gdyż utrata wilgoci następuje w znacznie niższych temperaturach, a obserwowane efekty są zapewne następstwem „dopalania” węgla i innych pozostałości organicznych, które zawsze obecne są w popiołach lotnych. Identyfikację tych związków można stosunkowo łatwo przeprowadzić wykonując badania FTIR i Ramana.
- 4) Jaki jest szacunkowy błąd przy określeniu % zawartości poszczególnych faz na podstawie badań XRD i w jaki sposób określono % zawartość fazy szklistej w badanych materiałach?
- 5) Strona 62 „Pierwszym z nich jest rozkład termiczny anhydrytu ( $\text{CaSO}_3$ ) na  $\text{CaO}$  i gazowy  $\text{SO}_2$ , który rozpoczyna się w temperaturze około  $900^\circ\text{C}$ . W przypadku popiołów PE3 i PE4 anhydryt jest drugim pod względem zawartości masowej składnikiem popiołu”. Dwa błędy w jednym zdaniu: wzór anhydrytu to  $\text{CaSO}_4$  i anhydryt nie jest drugim a trzecim co do zawartości składnikiem popiołu, gdyż nie można zapominać o fazie szklistej.
- 6) Strona 65. Czemu podczas badań SEM+EDX popiołów lotnych nie przeprowadzono mapowania EDX lub punktowego (na poszczególnych ziarnach) oznaczenia składu chemicznego? Pozwoliłoby to na w miarę precyzyjne potwierdzenie ich przypisania do poszczególnych faz.
- 7) Na jakiej podstawie wybrano temperatury spiekania popiołów lotnych?
- 8) Tabela 7. Procentowy udział fazy szklistej podany dla próbki PE2\_S jest z pewnością błędny. Na dyfraktogramie tej próbki (Rys. 16) widoczne jest wysokie amorficzne halo

wskazujące na duży (porównywalny z próbką PE1\_S) udział fazy szklistej. Poza tym podane udziały fazowe nie sumują się do 100%.

9) Strona 74. Co Autor rozumie pod pojęciem „*jąder krystalizacji*”?

10) Strona 76 „*Ca<sub>2</sub>MgSi<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (melilite)*” – to jest akermanit. Melilite to rozwór stały pomiędzy akermanitem  $\text{Ca}_2\text{Mg}[\text{Si}_2\text{O}_7]$ , melilitem  $\text{CaNaAl}[\text{Si}_2\text{O}_7]$  i gelenitem  $\text{Ca}_2\text{Al}[\text{SiAlO}_7]$ .

11) Z praktycznego punktu widzenia istotne byłoby przeprowadzenie badań zmian przewodności cieplnej spieków w temperaturach ujemnych z jakimi również mamy do czynienia w warunkach księżycowych.

Wymienione przeze mnie drobne potknięcia w żadnym stopniu nie umniejszają mojej wysokiej oceny recenzowanej pracy.

### **3. Wniosek końcowy**

Opiniowana praca spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim określone w ustawie Prawo o Szkolnictwie Wyższym i Nauce z dnia 20 lipca 2018 r. (Dz. U. 2018 poz. 1668) i na tej podstawie wnioskuję o dopuszczenie Pana mgr inż. Macieja Mrówki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Biorąc pod uwagę wysoki poziom naukowy przedstawionych badań, ich potencjał aplikacyjny oraz niezwykle bogaty, jak na ten etap kariery, dorobek naukowy Pana Macieja Mrówki zgłaszam wniosek o wyróżnienie pracy.

Podpisat: prof. dr hab. inż. Maciej Sitarz