



Politechnika Krakowska
im. Tadeusza Kościuszki

recenzja spełnia wymogi formalne

Przewodniczący Rady Dyscypliny
Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport

dr hab. inż. Marcin Staniek, prof. PŚ

dr hab. inż. Izabela Hager, prof. PK

Wydział Inżynierii Lądowej
Politechniki Krakowskiej im. Tadeusza Kościuszki
Katedra Inżynierii Materiałów Budowlanych
ul. Warszawska 24, 31-155 Kraków
e-mail: Izabela.hager@pk.edu.pl

Kraków, 5 września 2023 r.

Recenzja pracy doktorskiej przedłożonej

Radzie Naukowej Dyscypliny Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport
Politechniki Śląskiej

w związku z ubieganiem się

o tytuł **doktora nauk technicznych** w dyscyplinie **inżynieria lądowa, geodezja i transport**

Pani mgr inż. Natalii Wielgus

pt. **„Analysis of material properties of industrial waste-based geopolymers for assessment of their usability in construction”**

Prezentowana recenzja podzielona została na następujące części:

I) Podstawy opracowania recenzji

II/ Ogólna charakterystyka rozprawy

III) Ocena piśmiennictwa

IV) Szczegółowa ocena merytoryczna poszczególnych części pracy doktorskiej

V) Ostateczny wniosek i oświadczenie podsumowujące

I/ Podstawy opracowania recenzji

Recenzję opracowano w związku z pismem Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport (Prof. dr hab. inż. Marcin Staniek, Prof. PŚ) Politechniki Śląskiej nr RDILGT.512.59.2023 informującym mnie o uchwale RDILGIT z dnia 29 czerwca 2023 roku, w sprawie powierzenia mi obowiązków recenzenta rozprawy doktorskiej mgr inż. Natalii Wielgus.

Podstawę merytoryczną opracowania recenzji stanowiła załączona rozprawa doktorska opracowana w języku angielskim pod tytułem: **„Analysis of material properties of industrial waste-based geopolymers for assessment of their usability in construction”**

Podstawę prawną recenzji stanowi Ustawa o stopniach i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14.03.2003 roku (Dz. U. Nr 65, poz. 595 z późn. zm.), Rozporządzenie Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19 stycznia 2018 roku (Dz. U. z dnia 30 stycznia 2018 r. poz. 261).

POLITECHNIKA ŚLĄSKA

Rada Dyscypliny Inżynieria Lądowa,
Geodezja i Transport

Wpłynęło dnia 28.09.2023

nr 202 zat: -

II/ Ogólna charakterystyka rozprawy

Pani mgr inż. Natalia Wielgus przedstawiła 163 stronicową rozprawę przygotowaną w języku angielskim i zatytułowaną: „*Analysis of material properties of industrial waste-based geopolymers for assessment of their usability in construction*”.

Dokument składa się z 8 rozdziałów, streszczenia w języku angielskim, listy symboli, listy skrótów, bogatego spisu literaturowego liczącego 361 pozycji, spisu ilustracji i tabel oraz podsumowania. Sposób przygotowania edytorskiego pracy oceniam bardzo dobrze. Jest to dokument opracowany z dużą starannością, informacje przedstawiane są w sposób uporządkowany, a wyniki badań przedstawiane tabelarycznie lub na wykresach są jednoznaczne i czytelne. Niestety Autorka nie zamieściła w pracy streszczenia i tytułu w języku polskim.

Tytuł pracy „*Analysis of material properties of industrial waste-based geopolymers for assessment of their usability in construction*” jest w mojej opinii zbyt ogólny i nie odnosi się bezpośrednio do zakresu prac doświadczalnych jakie zostały zrealizowane. W tytule powinna znaleźć się informacja o rodzaju materiału jaki został opracowany i przebadany, a więc geopolimeru z metakaolinem i kruszywem ze stłuczki szklanej.

Praca Pani Wielgus ma charakter czysto doświadczalny, a jej celem było określenie możliwości zagospodarowania odpadów szklanych pochodzących z recyklowanych lamp katodowych i kineskopów (Cathode Ray Tube - CRT) w matrycy geopolimerowej. Autorka zdecydowała się na zastosowanie prekursora o ograniczonej zmienności składu jakim jest metakaolin. Jak wyraźnie zaznaczono praca swym zakresem nie obejmowała wykorzystania drobnych frakcji CRT jako częściowego zamiennika metakaolinu.

III/ Ocena piśmiennictwa

Kandydatka wykorzystowała 361 pozycji bibliografii naukowej. Na podkreślenie zasługuje wybór aktualnej literatury przedmiotu oraz liczne odniesienia do najnowszych światowych badań w tej dziedzinie. Najnowsze publikacje wydane w ciągu ostatnich 5 lat (od 2018 r.) stanowią znaczącą część całej bibliografii.

IV) Szczegółowa ocena merytoryczna poszczególnych części pracy doktorskiej

Rozdział 1 Wprowadzenie przedstawia motywację dla podjęcia się przez Autorkę tej tematyki, cel główny pracy, tezy oraz tzw. „częstkowe cele badawcze”. Cel i zakres pracy zostały przedstawione w rozdziale 1 w sposób klarowny i zrozumiały.

Główną motywacją dla realizowanych badań było określenie możliwości wykorzystania geopolimerów jako spoiw mineralnych dla budownictwa, alternatywy dla spoiw cementowych. Celem pracy jest weryfikacja możliwości zagospodarowania i unieszkodliwiania

stłuczki szklanej, pochodzącej z lamp katodowych i kineskopów (CRT) jako kruszywa w opracowanych kompozytach. Głównym problemem technicznym tego typu odpadu są zawarte w szkłe metale ciężkie stanowiące zagrożenie dla środowiska,

Kandydatka sformułowała cztery tezy, których weryfikacją zajęła się w swojej dysertacji, każdorazowo określając ograniczenia i zakres ich obowiązywania.

Teza pierwsza - szkło kineskopowe może być użyte w spoiwach geopolimerowych z metakaolinem jako prekursorem, bez konieczności specjalnego przygotowania. Ograniczeniem dla tego stwierdzenia jest fakt, iż weryfikację prowadzono dla jednego typu metakaolinu i jednego dostawcy stłuczki szklanej.

Teza druga dotyczy możliwości zastosowania opracowanego materiału w budownictwie, Jednak pamiętając, iż weryfikacja przydatności kompozytu oparta była głównie o właściwości mechaniczne: wytrzymałość na ściskanie i rozciąganie przy zginaniu. Dużą niedogodnością pracy jest brak odniesienia do innych cech materiałowych w tym właściwości trwałościowych.

Teza trzecia, w mojej opinii nie jest racjonalna – *„materiały mogą być pielęgnowane w podwyższonej temperaturze bez znaczącego wpływu na właściwości mechaniczne”* – jakie ma więc uzasadnienie stosowanie pielęgnacji?

Teza czwarta zakłada, że spoiwo geopolimerowe umożliwi skuteczną zabezpieczenie przed wymywaniem metali ciężkich zawartych w stosowanym kruszywie ze stłuczki szklanej (CRT)

Czytelnik ma wrażenie, że treść tak sformułowanych tez, w szczególności Teza 3, powstała już po zrealizowaniu badań, a nie na etapie tworzenia planu pracy jaki opracowany jest na potrzeby otwarcia przewodu. Takie przedstawienie też sugeruje znany z góry rezultat badań.

Autorka przedstawia również w tym rozdziale cele cząstkowe, jakie planowane są do osiągnięcia przez Autorkę, co wprowadza czytelnika w zakres zrealizowanych prac eksperymentalnych (1.4 Aim of the Thesis)

Rozdział 2 stanowi przegląd stanu techniki, stanowiący opracowanie bazujące na licznych doniesieniach literaturowych. W mojej opinii brakuje w nim szczegółowego opisu właściwości tworzyw z metakaolinem jako źródłem glinokrzemianów. Autorka zdecydowała się na zastosowanie tego rodzaju prekursora, w związku z tym rozdział ten powinien zawierać opis charakterystyk samego surowca (typowe składy tlenkowe), rodzaje stosowanych aktywatorów, oraz szczegółowy opis wpływu składu i sposobu pielęgnacji na właściwości geopolimerów z prekursorem zawierającym metakaolin. Zabrakło tutaj analizy doniesień literaturowych w zakresie stosowanych udziałów kruszywa i spoiwa, a więc tematyki, której poświęcono znaczącą część pracy. Brak jest również podsumowania wskazującego i uzasadniającego wybór zakresu zmienności składu i warunków badania. Uważam, że jest to znacząca niedogodność tej pracy doktorskiej.

Praca zawiera bardzo obszerny i ciekawie przedstawiony opis dotyczący problemu zagospodarowania recyklingu stłuczki szklanej CRT. Autorka przedstawiła doniesienia literaturowe odnoszące się do badań nad możliwością zagospodarowania tego odpadu jako kruszywa w betonach jak i geopolimerach, wskazując na konieczność uwzględnienia w takich rozważaniach konieczności unieszkodliwiania metali ciężkich zawartych w ich składzie.

Rozdział 3 Część doświadczalna - preliminary research. Rozdział rozpoczyna schemat graficzny prezentujący zakres zrealizowanych prac.

W tej części Autorka przedstawia wyniki badań wstępnych, dotyczących m.in. porównania właściwości materiałów o tym samym składzie matrycy i udziale kruszywa – piasek kwarcowy, stłuczka szklana. Dla tych samych udziałów składników uzyskano zbliżone wartości wytrzymałości na ściskanie i nieco niższe wartości wytrzymałości na rozciąganie dla geopolimerów ze stłuczka szklaną. Wybór rodzaju stłuczki kineskopowej został poprzedzony weryfikacją właściwości mechanicznych geopolimerów z kruszywem pochodzącym z trzech źródeł. Jaki był udział spoiwa? jaki przyjęto udział kruszywa? Niestety w tekście nie znalazłam informacji na jakiej podstawie dokonano doboru składu badanych materiałów.

Kolejna część rozdziału 3 opisuje obszerny program badań dotyczący określenia wpływu udziału CRT na właściwości mechaniczne kompozytów. W mojej opinii ta część programu badawczego jest oparta na założeniach budzących zastrzeżenia. Przyjęcie zróżnicowania składu kompozytów w oparciu o masowy udział metakaolinu i kruszywa nie jest właściwy. Metakaolin jest częścią spoiwa, a więc pełni inną funkcję w kompozycie niż kruszywo. Program badawczy oparty o masowe udziały metakaolinu i kruszywa M/G = 25/75; 33/67; 40/60; 50/50; 60/0; 67/33; 75/25; 100/0 nie pozwala na osiągnięcie celu badań jakim jest określenie optymalnego składu geopolimeru. Trudno mówić w tym przypadku o projektowaniu składu w kontekście przewidywania właściwości. Typowym sposobem realizacji celu jaki postawiła sobie Kandydatka byłoby podmienianie udziału kruszywa kwarcowego (piasek normowy) stłuczka szklaną.

Biorąc pod uwagę koszt metakaolinu, a w szczególności szkła wodnego i wodorotlenku sodu projektowanie powinno zmierzać wyraźnie do minimalizacji udziału zaczynu geopolimerowego. Optymalizacja składu powinna więc być prowadzona w zakresie wyższych zawartości kruszywa. Do dalszych badań powinny zostać wybrane składy o najwyższej zawartości stłuczki szklanej, co biorąc pod uwagę obserwowane niewielkie zróżnicowanie wytrzymałości na ściskanie (fig. 3.7.6) w odniesieniu do materiału referencyjnego M/G = 100/0, czyli zaczynu geopolimerowego byłoby uzasadnione. Większą zawartość kruszywa uzasadniają względy ekonomiczne jak i środowiskowe (zagospodarowanie większej ilości odpadu CRT i niższy ślad węglowy ze względu na ograniczenie udziału spoiwa).

Rozdział 3.8 opisuje określenie wpływu temperatury na właściwości mechaniczne badanych materiałów. Jakie były czasy wiązania badanych geopolimerów? Z wyników zaprezentowanych w rozdziale 3 wynika, że stosowane spoiwa geopolimerowe z udziałem metakaolinu charakteryzują się zdolnością do wiązania w tzw. temperaturze pokojowej, co wyróżnia je pozytywnie na tle innych typów geopolimerów opracowywanych w innych ośrodkach badawczych, dla których konieczne jest wygrzewanie i pielęgnacja w podwyższonej temperaturze celem inicjacji procesu geopolimeryzacji i uzyskania wiązania i twardnienia spoiwa. Jak pokazano na wynikach str. 60 fig 3.7.6 – 7 dniowe wytrzymałości na ściskanie materiałów pielęgnowanych w temp. pokojowej i wilgotności 40% osiągały wartości 40 - 50 MPa, co stanowi w mojej opinii bardzo satysfakcjonujący wynik.

W dalszej części rozdziału 3.8.3, Autorka zwraca uwagę na wpływ momentu rozformowania 24 h i 7 dni na wytrzymałość materiałów pielęgnowanych w temperaturze 20°C. Czy zarysowanie będące wynikiem znaczącego skurczu oraz obserwowane rysy na powierzchni bocznej i górnej w opinii Kandydatki mogło zostać wyeliminowane poprzez zabezpieczenie przed wysychaniem np. folią? Czy takie działania nie powinny zostać podjęte? Czy wyniki fc przy właściwej pielęgnacji materiałów rozformowanych po 24 h pozwoliłyby na przedstawienie wniosku, że materiały są zdolne do wiązania w temperaturze pokojowej bez konieczności wygrzewania, które jak wiadomo zwiększa ślad węglowy kompozytu mineralnego?

Rozdział 3.9 dotyczy opisu pomiarów temperatury dojrzewających geopolimerów wygrzewanych w temperaturze 40°C. Czy Autorka nie uważa, że badania tego typu powinny zostać prowadzone i porównane z przebiegiem rozwoju temperatury w materiałach dojrzewających w temp. 20°C jako odniesienie? Pozwoliłoby to na zaobserwowanie egzotermicznego charakteru reakcji prekursora z aktywatorem a tym samym zaobserwowanie czy materiał ogrzewając się wytwarza korzystne dla geopolimeryzacji warunki.

Rozdział 4 Część doświadczalna – main research

Rozdział ten zawiera wyniki badań dotyczące optymalizacji wybranego składu geopolimeru (M/G 50/50) w zakresie: **i)** temperatury pielęgnacji; **ii)** optymalizacji składu dotyczącego określenia optymalnego stężenia wodorotlenku sodu oraz **iii)** wielkości ziarn kruszywa (recyklowanego szkła CRT). W rozdziale tym przedstawiono również **iv)** rozwój wytrzymałości w czasie.

- i)** Trudno mówić o optymalizacji temperatury pielęgnacji gdy badania dotyczą tylko 40°C i porównania z poziomem referencyjnym 20°C.
- ii)** Autorka wskazuje na zmianę urabialności geopolimerów (spadek urabialności wraz ze wzrostem stężenia NaOH). Na jakiej podstawie sformułowano powyższy wniosek? Czy prowadzono badania konsystencji? Na jakiej podstawie ustalono zakres stężeń wodorotlenku sodu?
Zdjęcie 4.2.1 (str. 93) przedstawiające beleczki badanych materiałów nie ilustruje żadnych istotnych obserwacji.
- iii)** Badania dotyczące optymalizacji uziarnienia zwyczajowo dotyczą uzyskania najwyższego poziomu upakowania cząstek. Autorka sama dochodzi do wniosku, że najkorzystniejsze właściwości uzyskuje się dla uziarnienia ciągłego... Proszę o wyjaśnienia dotyczące celowości prowadzonych badań wpływu wielkości ziarn, a właściwie trzech frakcji przesianego kruszywa?
Wyniki Fig 4.3.6 powinny zostać zestawione z wynikami dla geopolimeru z kruszywem o ciągłym uziarnieniu.
Podobnie jak wyżej, Rysunek 4.3.2 (beleczki) mógł zostać pominięty.
- iv)** Autorka przedstawiła wyniki rozwoju wytrzymałości w czasie, które wskazują na intensywny rozwój wytrzymałości w czasie materiału dojrzewającego w temperaturze pokojowej. Jaka jest opinia Autorki dotycząca wyboru terminów

badań właściwości mechanicznych geopolimerów? Czy powinniśmy stosować te same wytyczne jak dla spoiw cementowych?

Rozdział 5 Badania dodatkowe

Rozdział zawiera wyniki badań porowatości i oceny wymywalności metali ciężkich ze szkła CRT i geopolimeru. Zaobserwowano (str. 114) znacząco mniejsze zawartości wymywanego ołowiu i cynku z geopolimeru w porównaniu wynikami prowadzonymi dla samego szkła CRT. Według Autorki świadczy to o skutecznej immobilizacji metali ciężkich przez geopolimer. Czy mniejsza ilość wymytego Pb i Zn z geopolimeru w porównaniu ze szkłem nie jest efektem mniejszej zawartości stłuczki szklanej w geopolimerze (kruszywo), a więc jest to efekt „rozcieńczenia”, a nie immobilizacji... proszę o komentarz i wyjaśnienia dotyczące procedury badawczej.

Rozdział 6 to dyskusja nad wynikami a Rozdział 7 podsumowuje pracę i przedstawia wnioski jakie Autorka przygotowała w wyniku swoich badań doświadczalnych. Rozdział 8 przedstawia dalsze perspektywy badań. Wnioski przedstawione przez Kandydatkę wynikają z przeprowadzonych badań i są sformułowane w sposób zwarty i klarowny. Autorka osiągnęła założone cele i udowodniła sformułowane w rozdziale pierwszym tezy.

VI) Ostateczny wniosek i oświadczenie podsumowujące

Pani Natalia Wielgus, autorka rozprawy pt.: „Analysis of material properties of industrial waste-based geopolymers for assessment of their usability in construction”, przedłożonej na Wydziale Budownictwa Politechniki Śląskiej, wykazała się umiejętnością prowadzenia badań naukowych. Przedstawiona rozprawa doktorska wykazuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktorantki w dyscyplinie inżynieria lądowa, geodezja i transport. Przedstawione w recenzji pytania i wątpliwości niewątpliwie zostaną wyjaśnione podczas obrony przez Kandydatkę. Podsumowując, mogę stwierdzić, że recenzowana rozprawa doktorska spełnia wymogi Ustawy o stopniach i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14.03.2003 roku (Dz. U. Nr 65, poz. 595 z późn. zm.). Wnioskuje o dopuszczenie do obrony publicznej.

dr hab. inż. Izabela Hager, prof. PK