

Szczecin, dnia 24.08. 2017 r.

Dr hab. inż. Elżbieta Horszczaruk, prof. ZUT
Katedra Konstrukcji Żelbetowych i Technologii Betonu
Wydział Budownictwa i Architektury
Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny
w Szczecinie

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Igi Jasińskiej

pt.: „*Wpływ modyfikacji składu wyrobów wapienno-piaskowych lekkimi wypełniaczami na ich właściwości użytkowe*”

1. Podstawa formalna opracowania recenzji

Podstawę formalną opracowania recenzji stanowi pismo prof. dr. hab. inż. Marka Iwańskiego, Dziekana Wydziału Budownictwa i Architektury Politechniki Świętokrzyskiej (BD-176/17 z dnia 14.07.2017) skierowanego do recenzenta na podstawie uchwały Rady Wydziału z dnia 5 lipca 2017 r.

2. Ogólna charakterystyka rozprawy

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska mgr inż. Igi Jasińskiej pt.: „*Wpływ modyfikacji składu wyrobów wapienno-piaskowych lekkimi wypełniaczami na ich właściwości użytkowe*”. Jest to praca doświadczalno-analityczna, w której Autorka podjęła się doboru jakościowego i ilościowego lekkich wypełniaczy zastosowanych jako modyfikatory w wyrobach wapienno-piaskowych oraz określenia wpływu modyfikacji tych wyrobów na ich właściwości użytkowe i mikrostrukturę.

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska liczy 189 stron i zawiera 96 tabel oraz 108 rysunków. Teść rozprawy ujęto w 18 rozdziałach poprzedzonych wstępem, w którym przedstawiono cele, tezy i zakres pracy. Rozprawa składa się z trzech części : analitycznej (31 str.), badawczej (25 str.) oraz części zawierającej wyniki badań, ich dyskusję i spis literatury (123 str.).

Autorka już we wstępie podaje trzy tezy rozprawy:

1. Zastosowane wypełniacze w masie wyrobów wapienno-piaskowych wpłyną na zmianę mikrostruktury oraz budowy fazowej otrzymanych produktów.

2. Mikrostruktura i budowa fazowa modyfikowanych wyrobów wapienno-piaskowych wpływa na ich podstawowe parametry użytkowe.
3. Zastosowanie lekkiego wypełniacza w masie wyrobów wapienno-piaskowych pozwoli otrzymać produkty przy zachowaniu wytrzymałości na ściskanie powyżej 5 MPa, charakteryzujące się znacznie obniżoną gęstością objętościową w stosunku do wyrobów tradycyjnych.

Tak sformułowane tezy 1 i 2 są zbyt ogólne i wydają się oczywiste w świetle wyników badań, również tych cytowanych przez Autorkę w części analitycznej pracy. Autorka powinna bardziej nawiązać do zakresu przeprowadzonych badań.

Część analityczna pracy to przede wszystkim rozdziały poświęcone technologii produkcji wyrobów wapienno-piaskowych (łącznie z rysem historycznym) oraz charakterystyka surowców stosowanych do produkcji tych wyrobów. W rozdz. 4 doktorantka na podstawie licznych pozycji literaturowych omówiła procesy zachodzące w strukturze materiałów silikatowych podczas obróbki hydrotermalnej. Rozdz. 5 zawiera krótką charakterystykę wyrobów wapienno-piaskowych opracowaną w oparciu o wymagania normowe. W rozdz. 6 doktorantka przedstawiła stan wiedzy w zakresie materiałowych modyfikacji wyrobów wapienno-piaskowych w oparciu o przegląd najnowszej literatury. Część analityczną zamyka zbyt krótkie podsumowanie, w którym Autorka próbuje uzasadnić podjętą tematykę badań. Autorka podkreśla w nim głównie negatywne skutki modyfikacji wyrobów wapienno-piaskowych różnymi dodatkami i wypełniaczami, co nie stanowi uzasadnienia dla podjętych badań.

Zakres badań własnych został opisany przez Autorkę w drugiej części pracy, którą otwiera analiza wielokryterialna doboru pięciu różnych lekkich wypełniaczy w masie wapienno-piaskowej. W celu wybrania jak najbardziej optymalnego wypełniacza Autorka posłużyła się wektorową funkcją celu w postaci addytywnej. Wynikiem tej analizy był wybór do dalszych badań granulatu szkła spienionego o średnicach 0,25-0,5 mm i 1,0-2,0 mm oraz cyrkonowych włókien szklanych. W kolejnych rozdziałach Autorka przedstawia szczegółową charakterystykę tych wypełniaczy i opisuje metodykę wykonania czterech rodzajów mas wapienno-piaskowych (jednej referencyjnej i trzech z dodatkiem lekkich wypełniaczy), które posłużyły do wykonania próbek wyrobów wapienno-piaskowych poddanych procesowi autoklawizacji, a następnie dalszym badaniom wybranych cech fizyko-mechanicznych. Autorka zaplanowała bardzo szeroki program badawczy wynikający z zakresu zastosowanych modyfikatorów lekkich do wykonania mas wapienno-piaskowych. Masy modyfikowane cyrkonowym włóknem szklanym zawierały od 1-5% włókien (z krokiem co 1%), a masy modyfikowane granulatem szkła spienionego 5-30% granulatu, (zastosowano 5, 10, 20 i 30 % wypełniacza). W rozdz. 10 opisano metody badawcze, które pozwoliły na określenie następujących właściwości użytkowych badanych próbek: gęstości objętościowej, absorpcji wody, wytrzymałości na ściskanie oraz izolacyjności termicznej przez oznaczenie współczynnika przewodzenia ciepła. W analizie mikrostruktury badanych próbek po zakończeniu procesu autoklawizacji Autorka wykorzystuje nowoczesne metody analizy struktury materiałów takie jak: analizy SEM i XRD oraz metodę porozymetrii rtęciowej. Część badawczą zamyka opis właściwości produktów masy wapienno-piaskowej oraz wypełniaczy wykorzystanych w badaniach do wykonania próbek wyrobów wapienno-piaskowych (rozdz. 11). W części badawczej zabrakło szczegółowego opisu procesu autoklawizacji próbek oraz sposobu ich sezonowania przed przystąpieniem do przeprowadzenia badań właściwości użytkowych.

Wyniki badań i ich analizę Autorka zamieściła w trzeciej części rozprawy w rozdziałach od 11 do 15. Wszystkie analizy i obliczenia zostały przeprowadzone z wykorzystaniem programu STATISTICA.

W oparciu o wyniki badań uzyskane dla każdej z czterech grup próbek wyznaczono równania funkcji zależności właściwości użytkowych od ilości wypełniaczy w masie modyfikowanego wyrobu przy pomocy dopasowania funkcji regresji. Dla każdej grupy wyrobów modyfikowanych analizowano również skład fazowy i wpływ modyfikatora na strukturę wyrobu po autoklawizacji w oparciu o wyniki analiz XRD, SEM i EDS. Podsumowanie każdego rozdziału stanowi opracowanie optymalnych składów wyrobów modyfikowanych zastosowanymi wypełniaczami, tak aby spełniały one kryteria wyrobów lekkich o średniej wytrzymałości na ściskanie nie mniejszej niż 5 MPa.

Podsumowania wyników przeprowadzonych badań dokonuje Autorka w rozdz. 16. Końcowa analiza i ocena wyników badań została przeprowadzona pod kątem założonych w rozprawie celów. Narracja tej części pracy jest poprawna i wyczerpująca, jednak w przypadku analizy wpływu zastosowanych lekkich modyfikatorów na morfologię struktury wyrobów wapienno-piaskowych więcej uwagi można było poświęcić problemowi identyfikacji faz C-S-H w badanych strukturach, posiłkując się literaturą przytoczoną w części analitycznej pracy. Rozdz. 17 pracy zawiera wnioski końcowe, które potwierdzają tezy postawione w rozprawie. Na podkreślenie zasługuje sformułowanie kierunków dalszych badań, co świadczy o dojrzałości badawczej Autorki rozprawy. Sformułowane wnioski potwierdzają tezy postawione w rozprawie. Pracę zamyka spis literatury zawierający 218 pozycji, z czego ponad 50 % to pozycje zagraniczne.

Układ pracy jest w zasadzie właściwy dla tego rodzaju opracowań naukowych, jednak można było zastosować bardziej ogólny podział na rozdziały główne, o czym recenzent wspomina szczegółowo w uwagach redakcyjnych. W pracy zabrakło, zdaniem recenzenta, streszczenia w języku polskim i angielskim.

3. Ocena rozprawy

Rozprawę doktorską mgr inż. Igi Jasińskiej oceniam pozytywnie, pomimo kilku uwag krytycznych. Całość pracy dowodzi, że jej Autorka po przeprowadzeniu obszernych i istotnych badań z zakresu zastosowania lekkich wypełniaczy mineralnych jako modyfikatorów wyrobów wapienno-piaskowych wykonywanych w technologii tradycyjnej wykonała poprawnie analizę ich wyników, dowodząc umiejętności posługiwania się metodami naukowymi w rozwiązywaniu problemu badawczego. Cel pracy został osiągnięty a tezy udowodnione.

Do osiągnięć Autorki należy zaliczyć, między innymi:

1. Ustalenie przydatności badanych lekkich dodatków mineralnych i ich dobór, na drodze analizy wielokryterialnej, w charakterze modyfikatorów składu mas wyrobów wapienno-piaskowych, tak by spełniały założone kryteria użyteczności tych wyrobów, przy zachowaniu tradycyjnej metody produkcji.
2. Opracowanie składu masy wyrobu wapienno-piaskowego z dodatkiem granulatu szkła spienionego i cyrkonowych włókien szklanych, który pozwala na wykonanie „tradycyjną metodą” lekkiego wyrobu wapienno-piaskowego o wytrzymałości na ściskanie minimum 5 MPa.
3. Przeprowadzenie obszernych i wartościowych badań składu fazowego i mikrostruktury modyfikowanych wyrobów wapienno-piaskowych oraz wnikliwa analiza wyników, która pozwoliła określić wpływ lekkich wypełniaczy mineralnych będących przedmiotem badań na mechanizm powstawania tobermorytu w warunkach hydrotermalnych.

Uwagi krytyczne i dyskusyjne

Część uwag została zawarta bezpośrednio w ogólnej charakterystyce rozprawy. Poniżej przedstawiam pozostałe uwagi.

1. W pracy nie podano składu poszczególnych mas przeznaczonych do formowania próbek zastosowanych w badaniach. Podano tylko procentowe udziały suchych składników mas. W przypadku mieszanek wapienno-piaskowych tradycyjnych (WP) ilość wody wyniosła 6% wagowo w stosunku do masy suchych składników. Doktorantka podaje w pracy, że ta ilość „wody pozwalała uzyskać dobrą urabialność mieszanki. Dla mieszanek 1P i 2P ilość zastosowanej wody wyniosła również 6%. W przypadku pozostałych mieszanek brak informacji o ilości dodanej wody i sposobie jej dozowania. Proszę o podanie szczegółowych składów mieszanek wapienno-piaskowych oraz informację w jaki sposób zastosowany wypełniacz wpłynął na ich urabialność. Proszę wyjaśnić w jaki sposób przygotowano masę wapienno-piaskową.
2. Sposób przygotowania próbek do badań cech fizycznych jest opisany w rozprawie bardzo ogólnikowo. Autorka we wstępie do pracy zawarła informację, że „próbki do badań wykonywane były w Zakładzie Produkcji Silikatów w Ludyni, należącym do Grupy SILIKATY”. W pracy brak informacji o sposobie formowania próbek do badań. Proszę opisać zastosowaną metodę prasowania próbek oraz bardziej szczegółowo scharakteryzować proces obróbki hydrotermalnej, któremu poddano próbki. W pracy brak zdjęć ilustrujących obraz próbek w trakcie badań.
3. Wątpliwości recenzenta budzi zaproponowany przez Autorkę model teoretyczny zależności wytrzymałości na ściskanie od ilości wypełniacza 2P przedstawiony na rys. 13.15. Z przebiegu danych pomiarowych wyraźnie widać wyraźnie, że istotny wpływ na wytrzymałość na ściskanie ma zawartość wypełniacza w ilościach poniżej 5%. Proszę o wyjaśnienie dlaczego Autorka przyjęła dla tych danych takie rozwiązanie ?
4. Nie wszystkie wyniki badań są porównywane w analizie statystycznej z wynikami uzyskanymi dla próbek referencyjnych, gdzie udział wypełniacza jest równy 0. Proszę o wyjaśnienie tej rozbieżności dla wyników prezentowanych w pkt. 14.5.
5. W rozprawie brak odniesienia do możliwości przeniesienia uzyskanych wyników badań do praktyki przemysłowej. W rozdziale podsumowującym wskazane byłoby dokonanie nawet bardzo ogólnej oceny korzyści wynikających z zastosowania wyników badań w przemyśle.

Mimo kilku uwag krytycznych przedstawionych w recenzji uważam, że cała praca mgr. inż. Igi Jasińskiej jest na bardzo dobrym poziomie naukowym. Autorka wniosła znaczący wkład do wiedzy podstawowej z zakresu oddziaływania lekkich wypełniaczy na mikrostrukturę i skład fazowy wyrobów wapienno-piaskowych. Uzyskane wyniki badań mogą stanowić podstawę do zastosowania badanych wypełniaczy w produkcji przemysłowej wyrobów wapienno-piaskowych.

4. Ocena strony redakcyjnej pracy

Ogólnie praca napisana jest poprawnym językiem, ma przejrzysty układ, recenzent zauważył jednak pewne uchybienia:

- Autorka podzieliła tekst pracy na 18 rozdziałów. Podział ten jest zbyt szczegółowy. Przykładowo rozdz. 5 pracy, w którym przedstawiono charakterystykę tradycyjnych wyrobów wapienno-piaskowych w ujęciu normowym liczy zaledwie 1,5 strony. Z uwagi na fakt, że wyroby te stanowią przedmiot pracy doktorskiej wskazane byłoby dokonanie bardziej szczegółowej charakterystyki tych wyrobów pod kątem ich cech użytkowych i właściwości fizyko-mechanicznych. Różnorodność asortymentu produkowanych wyrobów oraz ich jakość można było zilustrować zdjęciami. Podobna uwaga odnosi się do podziału tekstu w ramach rozdziału na podrozdziały. Rozdz. 3, w którym doktorantka omawia technologię produkcji wyrobów wapienno-piaskowych podzielono na cztery podrozdziały, liczące łącznie ze wstępem 3 strony tekstu. Opis technologii produkcji zamieszczony w tych podrozdziałach odnosi się do rys. 3.1 zamieszczonego na wstępie. W tym przypadku podział tekstu na podrozdziały utrudnia jego zrozumienie i nie jest zasadny. W kilku kolejnych rozdziałach dokonano analogicznego podziału tekstu, jak przedstawiłam w powyższych przykładach.
- W rozdz. 4 brakuje w tekście przywołań do licznych rysunków ilustrujących mikrostrukturę wyrobów wapienno-piaskowych poddanych procesowi autoklawizacji.
- W części analitycznej pracy doktorantka używa wielu sformułowań na określenie składu wyrobów wapienno-piaskowych, np.: masa, mieszanka produkcyjna, mieszanka wapienno-piaskowa, masa wapienno-piaskowa, masa mieszanki, masa produktu, mieszanina itd. Wszystkie te pojęcia nie zawsze są precyzyjne w odniesieniu do przedstawianych treści. Sytuacja ta związana jest być może z niedoskonałością tłumaczenia licznie cytowanej literatury zagranicznej na język polski.
- W treści pracy znalazło się szereg niezręcznych sformułowań, takich jak: „... wpływa redukcyjnie na temperaturę ...” (str.12), „... wptynąć redukcyjnie na właściwości mieszanki ...” (str.14), „... wyparowanie roztworów zawartych w porach i kapilarach...” (str. 18), „...zasadnicze reakcje chemiczne ...” (str. 19) itp.
- W tytule rys. 3.1 (str. 16) nie podano źródła.
- Na rys. 4.6 (str. 24) błędnie oznaczono tetraedry mostkujące.
- Rys. 4.8 (str. 25) zawiera opisy w języku angielskim.
- Ogólnie wszystkie rysunki przedstawiające wyniki analizy statystycznej zawarte w częściach II i III pracy są zredagowane starannie od strony graficznej, jednak część rysunków jest zbędna gdyż prezentują te same dane statystyczne tylko w innej formie np. rys. 13.12 i 13.13 czy rys.15.2 i 15.3. Większość wykresów w rozdziale 13 i 14 przedstawiających na osi poziomej procentowy udział wypełniacza ma skalę zaczynającą się od wartości ujemnych, które nie występują dla tej zmiennej. Należy pamiętać, że program STATISTICA jest tylko narzędziem i na wykresach należy umieszczać rzeczywiste zakresy zmiennych.
- Usterki edytorskie i gramatyczne w tekście dotyczą przede wszystkim tzw. literówek i błędów interpunkcyjnych, ale także błędnych sformułowań i błędów w korekcie tekstu. Przykładowo

w rozdziale 10.2 poświęconemu opisowi absorpcji wody znajduje się fragment opisu badania wytrzymałości na ściskanie.

Powyższe uchybienia nie mają wpływu na merytoryczną ocenę pracy i nie wymagają one odniesienia Autorki podczas obrony pracy.

5. Wniosek końcowy

Opiniowana rozprawa doktorska rozwiązuje postawione zadanie naukowe dotyczące określenia wpływu modyfikacji składu wyrobów wapienno-piaskowych wybranymi lekkimi wypełniaczami na ich właściwości użytkowe. Przedstawiona dysertacja jest niewątpliwie dziełem oryginalnym. Doktorantka wykazała się wiedzą z zakresu podjętej tematyki. Udowodniła umiejętność planowania eksperymentu naukowego oraz realizacji prac w laboratorium badawczym, analizy danych (w szczególności z zastosowaniem analizy statystycznej) i wyprowadzania wniosków. Podsumowując - praca świadczy o opanowaniu przez doktorantkę warsztatu badań naukowych.

Ostatecznie stwierdzam, że przedłożona rozprawa doktorska mgr inż. Igi Jasińskiej pt.: „Wpływ modyfikacji składu wyrobów wapienno-piaskowych lekkimi wypełniaczami na ich właściwości użytkowe” spełnia wymagania Ustawy z dnia 14 marca 2003 r. „O stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki” (Dz. U. Nr 65, poz. 595, ze zm. w Dz. U. z 2005 r. Nr 164, poz. 1365 oraz w Dz. U. z 2011 r. Nr 84, poz. 455).

Wnioskuje o przyjęcie rozprawy doktorskiej przez Radę Wydziału Budownictwa i Architektury Politechniki Świętokrzyskiej oraz dopuszczenie mgr inż. Igi Jasińskiej do publicznej obrony.