

Kraków, dn. 06.12.2017

Dr hab. inż. Zdzisław Pytel
Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki
Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie
Katedra Technologii Materiałów Budowlanych

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

Podstawą opracowania niniejszej recenzji jest pismo z dnia 14.07.2017 r. Pana prof. dr hab. inż. Marka Iwańskiego, Dziekana Wydziału Budownictwa i Architektury Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach, z którego wynika, że decyzją Rady Wydziału podjętą w dniu 5 lipca 2017 r., powołano mnie na recenzenta rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Igi Jasińskiej.

2. Przedmiot oceny

Przedmiotem oceny jest rozprawa doktorska autorstwa mgr inż. Igi Jasińskiej, która jest słuchaczem stacjonarnych studiów doktoranckich na Wydziale Budownictwa i Architektury Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach. Promotorem pracy jest dr hab. inż. Ryszard Dachowski, prof. PŚk.

Oceniana praca liczy 186 stron tekstu drukowanego i zawiera łącznie 103 rysunki i fotografie oraz 103 tabele. W zamieszczonym wykazie bibliograficznym znajduje się łącznie 218 pozycji literaturowych, obejmujących zarówno źródła drukowane, jak i w wersji elektronicznej. Z uznaniem należy stwierdzić, że wśród cytowanych pozycji literaturowych, dużą ich część, gdyż niemalże 50%, stanowią pozycje literatury zagranicznej, opublikowane w okresie kilku ostatnich lat. Zaznaczam również, że Doktorantka cytuje 3 pozycje, których jest współautorką i dwie spośród nich są bezpośrednio związane tematycznie z ocenianą pracą. Zatem w kwestii doboru pozycji literaturowych stwierdzam, że wybór został przeprowadzony przez Doktorantkę w sposób właściwy, gdyż nie brakuje w nim istotnych pozycji ściśle związanych tematycznie z przedmiotem rozprawy.

Praca obejmuje swoim zakresem 18 rozdziałów, włączając w to wstęp i wykaz literatury. Tekst pracy został podzielony na 3 części. Pierwsza część, obejmująca 6 rozdziałów, jest zredagowanych na 38 stronach i w mojej ocenie została dość niefortunnie zatytułowana jako „Część analityczna”. W nawiązaniu do treści w niej zawartych, moim zdaniem lepiej byłoby nazwać ją po prostu częścią literaturową. Część 2 została nazwana jako „Część doświadczalna” i obejmuje rozdziały 7 - 11, które zostały zredagowane na 27 stronach tekstu. Treścią tych rozdziałów są zagadnienia dotyczące sposobu wyboru i charakterystyki lekkich wypełniaczy, opisu technik badawczych i metodyk badań właściwości surowców wyjściowych wykorzystywanych w trakcie realizacji pracy. Z kolei część 3 zatytułowana „Wyniki badań”, obejmuje rozdziały 12 - 17 i swoim zakresem obejmuje 114 stron. W tej części znajduje się szczegółowa, a tym samym bardzo dokładna dokumentacja uzyskanych rezultatów badań.

W tym miejscu chciałbym zgłosić swoje pierwsze krytyczne uwagi. Chodzi o to, że zgodnie z ogólnie przyjętym standardem obowiązującym dla prac o charakterze technologicznym, a niewątpliwie taki charakter posiada opiniowana praca, dość powszechnie przyjmuje się podział ich treści zasadniczo na dwie części, tj. część literaturową i część

doświadczalną. Przy takim układzie pierwsza części dotyczy przeglądu literatury przedmiotowo związanej z podstawowym zagadnieniem badawczym, którego dotyczy praca. Natomiast druga jej część dotyczy całości zagadnień związanych z badaniem surowców wyjściowych i procedurą otrzymywania próbek, jak również ich badaniem oraz interpretacją uzyskanych wyników. Moim zdaniem, w przypadku ocenianej pracy, nie zachodziła więc konieczność podziału części doświadczalnej na dwie odrębne części. Jednak ważniejszą moją uwagą krytyczną odnośnie struktury ocenianej pracy jest niezachowanie właściwych proporcji ilościowych między poszczególnymi jej częściami. W mojej opinii część pierwsza pracy jest zbyt krótka. Została ona zredagowana na 38 stronach, co w porównaniu z pozostałymi jej częściami obejmującymi łącznie zakres 153 stron, wypada niekorzystnie (niespełna 25%) i moim zdaniem nie stanowi to optymalnego układu. Mniejsza jednak o proporcje ilościowe poszczególnych części pracy, bowiem ważniejsze są zawarte w nich treści merytoryczne. W tym właśnie względzie odczuwam pewien niedosyt danych literaturowych dotyczących efektów modyfikacji składu wyrobów wapienno-piaskowych, w kontekście uzyskiwania zmian ich właściwości użytkowych. Wskazane byłoby zatem rozszerzenie tej części o szczegółowe kwestie dotyczące sposobów, czy też mechanizmów, oddziaływania różnych dodatków mineralnych, w tym przede wszystkim lekkich wypełniaczy, na modyfikację podstawowych cech użytkowych tworzyw wapienno-piaskowych uzyskanych z ich udziałem. Przecież zakłada się, że zmiana tych właściwości następuje pod wpływem określonych czynników, co zostało podane w jednej, a dokładnie w drugiej, tezie. Zgodnie z tą tezą zakłada się, że zmiany podstawowych cech użytkowych otrzymywanych tworzyw, będą efektem zmian ich mikrostruktury, a dokładnie jej elementów składowych, tj. rodzajem i ilościami tworzących się produktów syntezy, wielkościami i kształtem (morfologią) ich kryształów oraz porowatością, i to zarówno w sensie ilościowym, tj. udziałem objętościowym porów, jak i jakościowym, związanym z kształtem i wielkością porów. Uwaga moja wynika zatem z braku krytycznego spojrzenia na związki zachodzące między elementami mikrostruktury tworzyw wapienno-piaskowych, a ich podstawowymi właściwościami. Brak tego typu danych, jeśli nie uniemożliwia, to na pewno wyraźnie utrudnia, prawidłową interpretację uzyskanych w tym zakresie wyników badań.

3. Ocena celowości podjęcia tematu, trafności sformułowania tytułu i celu pracy.

Wyroby wapienno-piaskowe odznaczające się szeregiem zalet, wykazują jednocześnie określone wady. Wady te są wprawdzie nieliczne, aczkolwiek bardzo istotne z punktu widzenia kosztów eksploatacji obiektów, do budowy których zostały one wykorzystane. Za podstawową wadę należy uznać niekorzystne właściwości cieplne, przejawiające się w relatywnie wysokiej wartości współczynnika przewodzenia ciepła λ . Wielkość tego współczynnika dla wyrobów wapienno-piaskowych otrzymywanych w sposób tradycyjny, kształtuje się na poziomie 0,8 - 1,0 W/m·K i jest jedną z najwyższych wartości spośród wszystkich powszechnie stosowanych materiałów ściennych. W efekcie tego ściany jednowarstwowe wykonane z elementów silikatowych nie spełniają wymagań w zakresie izolacyjności cieplnej, wyrażonej wielkością współczynnika przenikania ciepła U_0 i zachodzi konieczność ich ocieplania. Każde zatem działanie podjęte w kierunku poprawy właściwości cieplnych wyrobów wapienno-piaskowych jest bardzo cenną inicjatywą. Tak też oceniam celowość podjętych przez Doktorantkę badań, które głównie wynikają z zapotrzebowań Producentów silikatów, a te z kolei są podyktowane oczekiwaniami inwestorów. Jednocześnie zaznaczam, że podjęte zadanie badawcze stanowi ambitne przedsięwzięcie. Związane jest to przede wszystkim z występowaniem w matrycy silikatowej dużej ilości piasku kwarcowego (około 90% masy wyrobu gotowego), który ze względu na swoją krystaliczną budowę i wysoką gęstość, wykazuje bardzo dobrą przewodność cieplną, a tym samym determinuje

niekorzystne właściwości cieplne wyrobów wapienno-piaskowych. Uwzględniając ten fakt należy obiektywnie stwierdzić, że poprawa tych właściwości jest wprawdzie dość trudna, to wcale jednak nie oznacza, że nie jest możliwa.

Jak bowiem wynika z uzyskanych rezultatów badań zawartych w ocenianej pracy, poprawę właściwości cieplnych wyrobów wapienno-piaskowych można uzyskać zgodnie z koncepcją przyjętą przez Autorkę pracy. Koncepcja ta zakłada wykorzystanie lekkich wypełniaczy pochodzenia nieorganicznego, które wprowadzone do mieszaniny surowcowej o tradycyjnym składzie wpłyną na podwyższenie porowatości, a tym samym na obniżenie gęstości tworzyw wapienno-piaskowych, w efekcie czego ulegną poprawie ich właściwości cieplne. W mojej opinii powyższe założenie jest całkowicie słuszne, to jednak przyjęty w pracy sposób osiągnięcia takiego efektu, oceniam już mniej korzystnie.

W uzasadnieniu tego stwierdzam, że lekki wypełniacz w postaci granulatu szkła piankowego, w porównaniu do piasku kwarcowego wykazuje zdecydowanie niższą odporność na miażdżenie, która maleje wraz ze wzrostem uziarnienia granulatu. Jest to bardzo istotne w kontekście stosowanej techniki formowania wyrobów wapienno-piaskowych, jaką jest metoda prasowania. Należy mieć świadomość faktu, że granulatu szkła piankowego, właśnie ze względu na niską odporność na miażdżenie, podczas procesu formowania próbek przy nieodpowiednio dobranym ciśnieniu (brak w treści pracy szczegółowej informacji na ten temat) będzie ulegał pękaniu, w wyniku czego straci swój pierwotny kształt i formę zewnętrzną. W rezultacie tego, w sposób zdecydowanie mniej efektywny będzie oddziaływał na zmniejszenie gęstości otrzymywanych tworzyw. Dodatkowo proces kruszenia granulatu szkła piankowego spowoduje pogorszenie homogeniczności mieszanki surowcowej, gdyż utworzone w wyniku ich pękania nowe powierzchnie, nie będą pokryte spoiwem (wapnem), przez co w tych obszarach nie będą występowały centra aktywne, w których powinna zachodzić reakcja pomiędzy krzemionką a wapnem. Wpłynie to z pewnością na obniżenie cech wytrzymałościowych tworzyw.

Z kolei w przypadku drugiego rodzaju lekkiego wypełniacza, występującego w formie włóknistej, jego oddziaływanie w kierunku obniżenia gęstości tworzyw silikatowych, a tym samym poprawy ich właściwości cieplnych, będzie jeszcze mniej efektywne. Obecność w mieszaninie surowcowej tego rodzaju dodatku, nie spowoduje znaczącego podwyższenia porowatości otrzymywanych z niego tworzyw.

Po trzecie w procesie dokonywania wyboru lekkich wypełniaczy w ramach przeprowadzonej wielokryterialnej analizy techniczno-ekonomicznej, w przyjętych kryteriach podrzędnych w rodzaju: gęstości objętościowej, wytrzymałości na ściskanie, temperatury mięknięcia, innowacyjności zastosowania, źródła pochodzenia i ceny, nie uwzględniono kryterium ich reaktywności chemicznej. Widać tutaj pewną niekonsekwencję w działaniu, gdyż w przywołanej już tezie zakłada się uzyskanie poprawy właściwości cieplnych modyfikowanych tworzyw wapienno-piaskowych w efekcie zmian ich mikrostruktury, które to zmiany są zasadniczo wywołane innym przebiegiem syntezy zachodzącej podczas obróbki w autoklawie, co jest warunkowane aktywnością chemiczną wszystkich substratów biorących udział w tym procesie. Chodzi bowiem o to, że wypełniacze pochodzenia mineralnego mogą spełniać rolę aktywnego chemicznie dodatku lub nie przejawiać takiej aktywności. W pierwszym przypadku dodatki te będą oddziaływać chemicznie z pozostałymi składnikami mieszaniny surowcowej, w wyniku czego możemy obserwować zmiany ilościowe i jakościowe w procesie tworzenia się produktów syntezy. Wpłynie to z pewnością na modyfikowanie mikrostruktury tworzyw, w konsekwencji czego zmienią się też właściwości tworzyw. Natomiast w drugim przypadku, dodatki te są całkowicie inertne i nie będą w żaden sposób oddziaływać chemicznie z pozostałymi składnikami masy. W takiej sytuacji ich rola sprowadzać się będzie na etapie formowania wyrobów jedynie do fizycznego oddziaływania z pozostałymi składnikami zestawu surowcowego, co na ogół wpływa na zmianę porowatości

tworzyw silikatowych. Optymalnym rozwiązaniem jest aby wprowadzane dodatki mineralne oddziaływały zarówno fizycznie, jak i chemiczne z pozostałymi składnikami masy produkcyjnej, gdyż w takiej sytuacji uzyskujemy efekt synergiczny.

Dodatkowo kryterium reaktywności chemicznej lekkich wypełniaczy jest szczególnie ważne również z tego powodu, gdyż niezależnie od formy ich występowania (ziarniste czy włókniste), oba wypełniacze są źródłem krzemionki występującej w formie amorficznej, a więc podatnej do reakcji z wapnem.

W kwestii oceny trafności tytułu pracy, niezrozumiałym jest dla mnie sformułowanie, cytuję „wpływu modyfikacji **składu** wyrobów wapienno-piaskowych”, gdyż w treści pracy nie znalazłem informacji, jaki dokładnie skład miała na uwadze Autorka. Czy Autorce chodziło o skład mineralny gotowych wyrobów wapienno-piaskowych, który na podstawie uzyskanych wyników badań nie ulega wyraźnym zmianom, czy też Autorka miała na myśli skład surowcowy mieszaniny wykorzystywanej do otrzymywania tego rodzaju wyrobów, który rzeczywiście ulegał modyfikacjom. Uważam, że bardziej poprawy, gdyż adekwatny do badanego zagadnienia, przykładowy tytuł recenzowanej pracy doktorskiej mógłby mieć następujące brzmienie: „Wpływ lekkich wypełniaczy na właściwości cieplne wyrobów wapienno-piaskowych”.

4. Ocena trafności postępowania badawczego

Określone i przyjęte do realizacji trzy cele badawcze, wynikające z podanych trzech tez pracy, były podstawą do przyjęcia odpowiedniego programu badań. Zgodnie z przyjętą koncepcją badań program ten obejmował otrzymywanie zasadniczo dwóch serii tworzyw, tj. tworzyw referencyjnych oraz tworzyw eksperymentalnych. Tworzywa referencyjne były otrzymywane z mieszaniny surowcowej o składzie odpowiadającym składowi masy produkcyjnej wykorzystywanej w bieżącej produkcji wyrobów wapienno-piaskowych w zakładzie przemysłowym w Ludyni. Natomiast tworzywa eksperymentalne, ze względu na przyjęty wariant modyfikacji, otrzymywano w trzech seriach. Każda seria tworzyw eksperymentalnych była również otrzymywana w oparciu o masę przemysłową, lecz domieszkowaną odpowiednim rodzajem i ilością lekkiego wypełniacza. Warto w tym miejscu jeszcze raz zaznaczyć, że oba rodzaje lekkich wypełniaczy, niezależnie od postaci, w jakich występowały, są źródłem krzemionki o budowie amorficznej. Wprowadzenie ich do mieszaniny wapienno-piaskowej jako dodatku, a nie substytutu piasku kwarcowego, spowodowało zmniejszeniu stosunku molowego CaO/SiO_2 , który determinuje rodzaj i ilość tworzących się produktów syntezy. W przypadku niedostatecznej ilości wapna, co w tym przypadku mogło mieć miejsce, obserwujemy zazwyczaj niższy stopień przereagowania krzemionki, a tym samym tworzenie się mniejszej ilości pożądaných produktów. Przekłada się to bezpośrednio na cechy wytrzymałościowe tworzyw wapienno-piaskowych, co potwierdzają otrzymane wyniki badań.

Pierwszą serię tworzyw o zmodyfikowanym składzie stanowiły tworzywa wapienno-piaskowe otrzymywane z dodatkiem granulatu szkła piankowego o różnym uziarnieniu, obejmującego dwie klasy ziarnowe, tj. ziarna o wielkości z przedziału 0,25 - 0,5 mm i 1,0 - 2,0 mm, dodawanego do masy produkcyjnej w granicach 5 - 30 % masy, z krokiem 5 %. W ramach drugiej serii otrzymywano tworzywa wapienno-piaskowe, w których funkcję lekkiego wypełniacza pełniły odporne na alkalia włókna szklane pokryte warstwą tlenku cyrkonu, wprowadzane do masy produkcyjnej w ilościach 1 - 5% masy, z krokiem 1%. Z kolei trzecią serię stanowiły tworzywa wapienno-piaskowe, których właściwości były modyfikowane lekkim wypełniaczem stanowiącym kombinację granulatu szkła piankowego o drobniejszym uziarnieniu, tj. 0,25 - 0,5 mm, wprowadzanego w ilościach: 5, 10, 20 i 30 % masy i cyrkonowych włókien szklanych, których udział wynosił: 1, 2, 3, 4 i 5% masy.

Zgodnie z przyjętymi założeniami wstępnymi, ocenę efektywności oddziaływania wymienionych rodzajów lekkich wypełniaczy dokonywano w oparciu o wynik analizy porównawczej jedno- lub dwuczynnikowej, która swoim zakresem obejmowała podstawowe cechy użytkowe obu rodzajów otrzymanych tworzyw wapienno-piaskowych, takich jak: gęstość objętościowa, wytrzymałość na ściskanie, porowatość otwarta, absorpcja wody, współczynnik przewodzenia ciepła λ , a także w oparciu o ich skład mineralny i mikrostrukturę. Chociaż przyjęcie takiej koncepcji badań uznaję za całkowicie poprawną, to mam pewne zastrzeżenia odnośnie jej realizacji. Chodzi bowiem o to, że warunkiem koniecznym do przeprowadzenia tego typu analizy porównawczej jest ograniczenie do minimum zmienności wszystkich parametrów wpływających na wymienione właściwości tworzyw i determinujące ich skład mineralny oraz mikrostrukturę, poza jednym parametrem, który jest przedmiotem analizy. W przypadku ocenianej pracy parametrem tym jest rodzaj i ilość lekkiego wypełniacza. Chcę zwrócić uwagę na fakt, że poszczególne serie próbek, które jak się domyślam były przygotowywane w różnych okresach czasu, nie były otrzymywane na bazie tej samej masy produkcyjnej. Istotnymi parametrami mieszaniny wapienno-piaskowej wykorzystywanej do otrzymywania tworzyw silikatowych, wpływającymi na ich jakość, jest jej wilgotność oraz aktywność. Zarówno zawartość wody jak i udział wapna determinują właściwości formiercze mas, które wpływają na prawidłowy proces zagęszczania surowców podczas prasowania, a aktywność mas, wyrażająca się procentową zawartością wapna w mieszaninie surowcowej, wpływa bezpośrednio na wytrzymałość tworzyw. Jednak parametry te nie były kontrolowane, przez co nie mamy pewności, że były stałe i powtarzalne. Zakładam natomiast, gdyż również i tej informacji nie znalazłem w treści pracy, że pozostałe parametry procesu otrzymywania próbek, tj. warunki prasownia oraz warunki autoklawizacji, były ustalone i powtarzalne.

Może jednak moje uwagi w tym zakresie są nieco przewartościowane, gdyż jak wskazują wyniki przeprowadzonej analizy statystycznej, dla każdego z przebiegów zmienności analizowanych cech użytkowych otrzymanych tworzyw silikatowych, możliwe było dopasowanie odpowiednich modeli matematycznych i opisanie ich określonymi równaniami ze współczynnikami regresji bliskimi jedności. W oparciu o to można wnioskować, że pomimo występującego prawdopodobieństwa niezachowania stałości niektórych parametrów warunkujących prawidłowość przeprowadzonej analizy porównawczej, uzyskano poprawne wyniki.

5. Ocena poprawności wnioskowania naukowego

Dokonując oceny pracy w odniesieniu do tego istotnego jej elementu, opieram się zasadniczo na treściach zawartych w rozdziałach 16 i 17. Rozdziały te są kwintesencją całego „przedsięwzięcia badawczego” jakim jest recenzowana praca doktorska i zawierają autorską dyskusję otrzymanych wyników badań oraz wnioski końcowe. Muszę przyznać, że w odniesieniu do większości analizowanych kwestii, zgadzam się z tokiem myślenia i sposobem wnioskowania zaprezentowanego przez Autorkę. Jednak niektóre stwierdzenia są dla mnie dyskusyjne, a z innymi można polemizować. Przykładem niech będzie argumentacja Autorki, wyjaśniająca przyczyny obserwowanych kierunków zmian właściwości modyfikowanych tworzyw. Zdaniem Autorki obecność lekkich wypełniaczy modyfikuje mikrostrukturę otrzymanych tworzyw, w efekcie czego obserwuje się zmianę ich właściwości. Zasadniczy kierunek zmian dotyczy obniżenia gęstości tworzyw, co jest efektem wzrostu ich porowatości, z czym dobrze skorelowany jest spadek wielkości współczynnika λ . Jednocześnie obserwuje się wpływ obecności lekkich wypełniaczy na cechy wytrzymałościowe tworzyw wapienno-piaskowych otrzymanych z ich udziałem, przy czym kierunek tych zmian nie jest już taki jednoznaczny. W przypadku granulatu szkła piankowego obserwuje się stałą tendencję do

obniżenia wytrzymałości na ściskanie otrzymanych tworzyw wraz ze wzrostem udziału tego wypełniacza. Natomiast w przypadku włókna szklanego, zmiany te mają nieco inny charakter, gdyż przy niewielkich jego udziałach w granicach 1-2% obserwuje się wzrost wytrzymałości na ściskanie, a z kolei przy wyższych udziałach, w granicach 3-5% występuje spadek wartości tego parametru. Dane te stanowią fakty, z którymi całkowicie się zgadzam, w przeciwieństwie do argumentacji Autorki wyjaśniającej przyczyny tych zmian. Zasadniczo zmiany te Autorka wiąże z niekorzystną modyfikacją mikrostruktury tworzyw, tłumacząc to negatywnymi zmianami ilościowymi i jakościowymi zachodzącymi w procesie syntezy produktów. Uwzględniając wyniki badań rentgenograficznych Autorka tłumaczy to obniżeniem ilości, a nawet brakiem obecności krystalicznych produktów syntezy, reprezentowanych głównie przez tobermoryt. Ponadto na podstawie badań SEM i EDS zdaniem Autorki obserwuje się tworzenie produktów syntezy o niższym stopniu krystalizacji, co szczególnie dotyczy fazy C-S-H oraz kryształów tobermorytu o mniej korzystnej morfologii. Powyższy sposób tłumaczenia obserwowanych zmian uważam tylko za częściowo słuszny, gdyż zważywszy na skalę tych zmian, nie wyjaśnia ich w należyтым stopniu. Moim zdaniem przyczyny tak wyraźnego obniżenia gęstości tworzyw z udziałem granulatu szkła piankowego wykazującego porowatą budowę, należy wiązać przede wszystkim ze wzrostem ich porowatości. Równoczesny spadek ich cech wytrzymałościowych można wytłumaczyć w oparciu o równanie Duckworta, zgodnie z którym wytrzymałość tworzyw porowatych zmniejsza się wraz ze wzrostem udziału objętościowego porów. W kontekście tego należy również stwierdzić, że istnieją zależności funkcyjne uwzględniające wpływ kształtu i wielkości porów, na wytrzymałość tworzyw. Przyjmując zatem powyższą argumentację za słuszną, jak zatem można tłumaczyć nietypowy kierunek zmian cech wytrzymałościowych w przypadku tworzyw otrzymanych z dodatkiem włókien szklanych? W przypadku tego rodzaju tworzyw obserwuje się obniżenie ich gęstości, co zwykle jest efektem wzrostu porowatości, a jednocześnie następuje poprawa cech wytrzymałościowych. Rzeczywiście jest to efekt odwrotny od oczekiwanego, zważywszy na wspomniane równanie Duckworta. Autorka dopatruje się tutaj pozytywnego wpływu tlenu cyrkonu znajdującego się na powierzchni włókien szklanych, sprzyjającego szybszemu przekształcaniu się fazy C-S-H i utworzenie krystalicznego tobermorytu. Wprawdzie zjawiska takiego nie można wykluczyć, to jednak moim zdaniem, akurat w przypadku tego typu tworzyw, wzrost ich wytrzymałości należy przede wszystkim tłumaczyć mechanizmem zaproponowanym przez Gordona-Cooka, odnoszącym się do materiałów kompozytowych. Właśnie ten rodzaj tworzywa analizowany przez Autorkę, stanowi dobry przykład materiału kompozytowego, w którym sztywną osnową jest matryca ceramiczna, w tym przypadku silikatowa, podatna na kruche pękanie, a materiałem wzmacniającym są właśnie włókna szklane.

Podobnie trudno jest mi się zgodzić ze stwierdzeniem Autorki, że wprowadzenie do mieszaniny piasku i wapna włókien szklanych o średnicach z przedziału 13 - 15 μm i długości 24 mm, spowoduje wzrost porowatości tworzyw w zakresie wielkości porów 40 - 200 μm . Biorąc pod uwagę uziarnienie piasku kwarcowego i podane średnice zastosowanych włókien, w mojej opinii nie jest możliwe uzyskanie takiego efektu.

Natomiast zgadzam się całkowicie z opinią Autorki, że najkorzystniejszym wariantem modyfikacji, cytuję za Autorką „**składu** tworzyw wapienno-piaskowych”, jest jednocześnie stosowanie granulatu szkła piankowego i włókien szklanych. W tym wariantcie modyfikacji granulatu szkła piankowego w głównej mierze będzie determinował niską gęstość tworzywa, zaś obecność włókien szklanych zapewni im należyłą wytrzymałość. Potwierdzeniem słuszności takiego założenia jest otrzymanie tworzywa wapienno-piaskowego oznaczonego w pracy symbolem 1P30W3. Materiał ten ze względu na swoje właściwości, tj. wytrzymałość na ściskanie, gęstość i współczynnik λ , może być odpowiednikiem betonu komórkowego odmiany 750, co w znaczący sposób odróżnia go od tradycyjnych wyrobów wapienno-

piaskowych. Świadczy to dobitnie, że podstawowy cel pracy został osiągnięty. Jednak nie oznacza to wcale, że tworzywo to spełnia wszystkie podstawowe wymagania stawiane materiałom budowlanym. W pracy brak jest dowodów na to, że materiał ten wykazuje należyłą trwałość w sensie odporności na działanie niskich temperatur oraz czy zastosowane włókna szklane o podwyższonej odporności alkalicznej, mimo wszystko nie będą ulegać korozji chemicznej. Moim zdaniem należało to sprawdzić, badając trwałość wykorzystanych włókien szklanych w symulowanych warunkach korozji, na przykład w nasyconym roztworze wodorotlenku wapnia, w warunkach hydrotermalnych przez odpowiednio długi czas.

6. Ocena redakcji naukowej pracy

Praca swoją formą i układem rozdziałów odpowiada wymaganiom stawianym rozprawom doktorskim. Ponadto chciałbym podkreślić, że strona edytorska pracy odznacza się wysoką jakością. Została napisana poprawnym i zrozumiałym językiem, a jej strona (oprawa) graficzna (103 rysunki) zasługuje na szczególne uznanie. Większość tych rysunków, czy wykresów jest zamieszczona w trzeciej części pracy, zatytułowanej „Wyniki badań” i obrazuje kierunki zmian wartości liczbowych badanych cech użytkowych uzyskanych tworzyw, w zależności od zmieniającego się udziału wprowadzanego wypełniacza. Szczególnie użyteczne jest to w przypadku trzeciego wariantu modyfikacji (równoczesne wprowadzenie granulatu szkła piankowego i włókna szklanego), w którym zobrazowanie zmienności danej cechy użytkowej tworzywa wymaga przestrzennego układu współrzędnych. Na rysunkach tych przedstawione są również wyniki badań składu fazowego otrzymanych tworzyw przeprowadzonych metodą rentgenograficzną oraz ich mikrostruktury badanej metodą SEM, w połączeniu z analizą EDS. Wyniki te dostarczają racjonalnych dowodów, ułatwiających poprawną interpretację obserwowanych zmian właściwości analizowanych tworzyw. Na szczególną uwagę zasługują również analizy statystyczne i obliczenia krzywych regresji przeprowadzone w stosunku do wszystkich badanych cech użytkowych, konsekwentnie dla wszystkich rodzajów otrzymanych tworzyw, z wykorzystaniem programu Statistica. Tak bogaty materiał graficzny świadczy dobitnie o niemalże wzorcowym sposobie dokumentowania uzyskanych rezultatów badań, czym naprawdę zaimponowała mi Autorka. W opinii recenzenta fakt ten świadczy o wysokich walorach poznawczych pracy. W kontekście tego mam jednak pewną radę, czy też sugestię dla Autorki, aby w przyszłości przy prezentowaniu dużej ilości wyników badań, starała się dokonywać określonych zbiorczych zestawień danych, co wpłynie na ich lepszą przejrzystość i czytelność.

Oprócz tego co już stwierdziłem wcześniej, praca została przygotowana bardzo starannie i zawiera stosunkowo mało błędów natury redakcyjnej. Potwierdza to, że autokorekta tekstu została przeprowadzona bardzo wnikliwie. Ponadto da się zauważyć, że specjalistyczna terminologia jest na ogół stosowana poprawnie, to jednak w tym względzie zdarzają się niepoprawne lub nieprecyzyjne określenia. Jako przykłady tego typu uchybień można wymienić:

- hydrolizę pomyłono z dysocjacją, str. 18,
- rozległe atomowe niedoskonałości, str. 21,
- roztwór wodny mieszaniny piasku i wapna o niskiej zawartości cząstek stałych, str. 31,
- frakcje mączkowe, str. 35,
- mikrostrukturę pomyłono z morfologią, str. 173,
- słabe wykształcenie morfologiczne faz, str. 174 (z kontekstu zdania wynika, że problem dotyczy niższego stopnia wykrywalności produktów)

Wspominam o tym jedynie z obowiązku recenzenta, gdyż jestem świadomy faktu, że tego typu niedociągnięcia zdarzają się bardzo często w podobnych pracach, a zasadnicza różnica dotyczy jedynie skali ich występowania.

7. Podsumowanie i wniosek końcowy

Autorka podjęła się próby rozwiązania zagadnienia badawczego wynikającego z aktualnych i bieżących oczekiwań przemysłu wyrobów silikatowych. Należy podkreślić, że zagadnienie to jest trudne, o czym pisałem już we wcześniejszej części recenzji. Mimo to należy uznać, że próba ta wypadła pozytywnie, a otrzymane wyniki potwierdzają słusność przyjętych tez pracy. Zatem założone cele poznawcze pracy zostały osiągnięte. Ponadto z dużą satysfakcją stwierdzam, że Autorka bardzo krytycznie podeszła do analizy uzyskanych przez siebie rezultatów badań. W oparciu o przeprowadzoną wnikliwą dyskusję wyników badań (rozdział 16) oraz sformułowane wnioski końcowe (rozdział 17) uważam, że w trakcie realizacji pracy Autorka zdobyła duże doświadczenie, które obecnie pozwala Jej spojrzeć na badany problem z określonej perspektywy i z należyтым dystansem. Odnoszę przez to wrażenie, że Autorka uświadomiła sobie pewne niedoskonałości lub błędy odnoszące się do pierwotnych wyobrażeń i założeń i dokonała ich poprawnej weryfikacji. Jak sama stwierdza, w hipotetycznym przypadku ponownej realizacji przedmiotowej pracy, prawdopodobnie przyjęłaby nieco inną koncepcję jej realizacji. W każdym podobnym przypadku, tak również w przypadku Doktorantki potwierdziła się powszechnie znana prawda, że wprawdzie rzeczą ludzką jest błędzić, to jednak należy wyciągać z tego właściwe wnioski. Zdobyte przez Autorkę doświadczenie stanowi pewnego rodzaju „wartość dodaną” zrealizowanej pracy, które jak zakładam pozwoli Jej uniknąć podobnych błędów w przyszłości.

Na zakończenie potwierdzam, że oceniana praca spełnia trzy ustawowe (podstawowe) warunki stawiane pracom o charakterze eksperymentalnym, tj.:

- przewód doktorski ustawowo powinien dotyczyć „oryginalnego rozwiązania zagadnienia naukowego”,
- doktorant powinien wykazać się właściwym rozpoznaniem stanu wiedzy teoretycznej w zakresie danej dyscypliny naukowej i tematycznie związanej z problematyką pracy,
- doktorant powinien wykazać się umiejętnościami samodzielnego prowadzenia badań naukowych oraz zdolnością prawidłowej interpretacji uzyskanych rezultatów.

Reasumując stwierdzam, że pomimo niektórych uwag krytycznych oraz dyskusyjnych, czy też polemicznych sformułowań, przedstawiona mi do recenzji praca doktorska pt. „Wpływ modyfikacji składu wyrobów wapienno-piaskowych lekkimi wypełniaczami na ich właściwości użytkowe” spełnia w stopniu zadawalającym wszystkie wyżej wymienione formalne warunki stawiane rozprawom doktorskim zawarte w Ustawie z dnia 14 marca 2003 r. (Dz. U. nr 65, poz. 595 z 16. 04. 2003 r., z późniejszymi zmianami) i w związku z tym wnoszę do Rady Wydziału Budownictwa i Architektury Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach o przyjęcie rozprawy i dopuszczenie mgr inż. Igi Jasińskiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego, w tym do publicznej obrony.

Opinię opracował:

Dr hab. inż. Zdzisław Pytel

