

Dr hab. inż. Marta Kosior-Kazberuk, prof. PB
Wydział Budownictwa i Nauk o Środowisku
Politechnika Białostocka
ul. Wiejska 45E
15-351 Białystok

Białystok, 12.07.2021

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Karola Skowery

"Analiza porów w skałach węglanowych, z wykorzystaniem metody różnicowej analizy odkształceń"

Podstawę formalną opracowania recenzji stanowi pismo Prof. dr hab. inż. Jerzego Wawrzeńczyka, Dyrektora Naukowego Dyscypliny Inżynieria Lądowa i Transport (RNB/2021 z dn. 27.05.2021 r.) realizującego Uchwałę Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Lądowa i Transport Politechniki Świętokrzyskiej nr 4/2021 z dnia 19.05.2021 r.

Rozprawa doktorska została przygotowana w Politechnice Świętokrzyskiej. Promotorem rozprawy był Prof. dr hab. inż. Zbigniew Rusin.

1. CHARAKTERYSTYKA PRACY

Rozprawa ma charakter badawczy, liczy 175 stron. Praca została podzielona na 15 rozdziałów, poprzedzonych wykazem oznaczeń i uzupełnionych dwoma załącznikami. Podstawową część pracy zilustrowano 118 rysunkami i 22 tabelami. W załączniku 1. na 30 wykresach przedstawiono rozkłady wielkości porów w próbkach skał, określone na podstawie badań RAO, natomiast wykresy przedstawiające rozkład objętości porów oraz ich połączeń w próbkach skał (30 rysunków) zawarto w załączniku 2. Pracę kończy wykaz literatury liczący łącznie 157 pozycji, spośród których ponad 65% stanowią prace obcojęzyczne, wykorzystano również 7 norm. Pozycje bibliograficzne zostały dobrane właściwie.

We *Wprowadzeniu* Autor w sposób jasny prezentuje powody, które skłoniły Go do podjęcia tematyki badawczej związanej z analizą struktury porów w skałach węglanowych z wykorzystaniem metody różnicowej analizy odkształceń (RAO) oraz wykorzystaniem uzyskanych wyników do celów diagnostycznych. Wyjaśnia również wybór materiału badawczego - skał węglanowych: wapieni i dolomitów, jako relatywnie najbardziej zróżnicowanych pod względem jakościowym i użytkowym, co ma istotny wpływ przy stosowaniu tego surowca w budownictwie. Istotną rolę odegrała również lokalizacja większości krajowych złóż skał osadowych w województwie świętokrzyskim.

Rozdział drugi zawiera cel naukowy oraz tezę pracy.

W trzecim rozdziale przedstawiono szczegółową charakterystykę skał węglanowych - wapieni i dolomitów, procesy skałotwórcze, formy występowania skał osadowych oraz typowe cechy ich struktury i tekstury.

W kolejnych rozdziałach dokonano analizy literatury związanej z przedmiotem rozprawy. Rozdział czwarty poświęcono charakterystyce porów i ich związkowi z przemieszczaniem się i retencją wody. Precyzyjnie i zajmująco przedstawiono klasyfikację porów, wzory opisujące ruch cieczy w systemie porów, a w szczególności analizę procesu zamrażania wody w porach. Znajomość pomaga zrozumieć zależność właściwości użytkowych materiału skalnego od jego porowatości, którą opisano w rozdziale piątym, z uwzględnieniem potencjalnego przeznaczenia (okładziny, kruszywo do

Wpłynęło dnia 2021-07-19
Podpis M. Kosior-Kazberuk

betonu itp.). W rozdziale szóstym jeszcze bardziej wnikliwie analizowano procesy warunkujące chłonięcie wody przez materiał kapilarno-porowaty.

Rozdział siódmy zawiera przegląd wiedzy dotyczącej metod badania przestrzeni porowej i porowatości. Oparta na licznych źródłach literaturowych, analiza bezpośrednich i pośrednich metod badania porowatości, ich ograniczeń, a także wpływu różnorodnych czynników na przebieg badania, pozwala zrozumieć podjęty w pracy problem badawczy. Autor wyjaśnia również koncepcję pracy, zwracając uwagę, że określenie porowatości materiału jest podstawą do podjęcia próby prognozowania jego odporności na oddziaływanie różnych środowisk, a tym samym oceny jego przydatności. W podsumowaniu części literaturowej (rozdział ósmy) Autor wskazuje, że dopiero połączenie kilku technik pomiarowych umożliwi rzeczywiste zobrazowanie charakterystyki geometrycznej porów i ich połączeń. Godne podkreślenia jest tu nie tylko zacytowanie szeregu prac, ale również ich krytyczna analiza, dotycząca wpływu poszczególnych czynników na wyniki uzyskane przy zastosowaniu różnych technik pomiarowych. Wnioski wynikające z szerokiego przeglądu literatury zostały wykorzystane przy interpretacji wyników badań własnych.

Zasadniczą część pracy stanowią rozdziały poświęcone badaniom eksperymentalnym. W rozdziale dziewiątym Autor przedstawił koncepcję badań własnych. Przedmiotem analiz były skały węglanowe - wapień dewońskie, wapień jurajskie, wapień górnourajskie, dolomity i dolomity dewońskie, pochodzące z obszaru województwa świętokrzyskiego. Wyboru dokonano uwzględniając specyficzne zróżnicowanie struktury różnych typów skał węglanowych. Zakres badań obejmował określenie takich cech jak gęstość, gęstość objętościowa, nasiąkliwość wagowa i objętościowa, porowatość, nasiąkliwość badana metodą próżniową, stopień nasączenia, stopień wypełnienia porów wodą, podciąganie kapilarne, mrozoodporność. Analizowano również efekty przemiany fazowej woda-lód, przy wykorzystaniu metody różnicowej analizy odkształceń (RAO), rozkład porów metodą porozymertii rtęciowej (MIP) oraz mikrostrukturę skał za pomocą mikroskopu skaningowego SEM. Pobranie próbek z bloków skalnych wymagało zaprojektowania specjalnego stanowiska pod wiertnicę. Metody badań szczegółowo opisano w rozdziale dziesiątym. Szczególną uwagę Autor poświęcił metodzie RAO, wyjaśniając przyjęte założenia, procesy zachodzące podczas badania, a także interpretację wyników pomiarów.

Na szczególne uznanie zasługują przeprowadzone i rzetelnie udokumentowane w rozdziale jedenastym badania eksperymentalne oraz umiejętność interpretacji i analizy wyników niezbędna do formułowania wniosków. Autor przeprowadził kompleksową analizę tych parametrów skał, które są związane ze strukturą porowatości, a tym samym wpływają na odporność materiału na oddziaływanie środowiska. Wyniki badań właściwości fizycznych, takich jak gęstość, nasiąkliwość, zdolność do podciągania kapilarnego wody, stanowią uzupełnienie dla analiz RAO oraz MIP. Za najbardziej wartościowe uważam analizy przebiegu przemiany fazowej woda-lód-woda 30 próbek skał, uzupełnione krytyczną oceną wyników pomiarów i propozycją korekty, ograniczającej wpływ zakłóceń na przebieg pomiarów. Zaproponowano podział badanych skał na cztery grupy różniące się charakterystyką porowatości, a co za tym idzie podatnością na wnikanie wody i przemianę fazową woda-lód-woda. Wnikliwa analiza wskaźników wyliczonych na podstawie badań RAO pozwoliła stwierdzić, że metodą tą można szacować wielkości mezoporów (o promieniu $< 0,02 \mu\text{m}$) oraz połączeń między nimi, możliwe jest określenie objętości porów w poszczególnych zakresach promieni, jak również można ustalić objętość porów wypełnionych wodą, która zamarza do temperatury -25°C , objętość porów zajętych przez wodę, która nie zamarza oraz objętość porów, które są niedostępne dla wody. Natomiast metoda MIP jest przydatna do oceny wielkości i objętości makroporów. Potwierdzeniem przydatności analiz budowy geometrycznej przestrzeni porów do diagnostyki odporności materiału na zmienne warunki termiczne były wyniki bezpośredniego badania mrozoodporności metodą zwykłą, zaplanowane do 1000 cykli zamrażania i rozmrażania. Uzupełnieniem charakterystyki badanych skał są obserwacje ich mikrostruktury za pomocą mikroskopu skaningowego.

Zestawienia wyników badań właściwości fizycznych skał, służące analizie porównawczej, zawarto w rozdziale dwunastym. Szczególnie wartościowe są wykresy przedstawiające rozkłady objętości porów opracowane na podstawie fuzji wyników RAO i MIP, które pozwalają ocenić

charakterystyki geometryczne przestrzeni porowej poszczególnych grup skał i wyróżnić pory, które biorą udział w przemianie fazowej. Wpływ struktury porów na odporność materiału na oddziaływanie czynników atmosferycznych (wody, cyklicznego zamrażania i rozmrażania) analizowano w rozdziale trzynastym.

W rozdziale czternastym pracy zawarto cztery wnioski ogólne i wnioski szczegółowe sformułowane na podstawie analizy wyników badań, dotyczące głównie efektywności, ale również ograniczeń, stosowania łącznie metod RAO i MIP do zobrazowania i zinterpretowania rozkładu wielkości i objętości porów w materiałach kapilarno-porowatych. Połączenie obydwu metod umożliwia przedstawienie pełniejszego obrazu rozkładu wielkości, objętości i charakteru połączeń porów w materiale. Podano również interesujące propozycje przyszłych badań (rozdział piętnasty) ukierunkowanych na porównanie wyników uzyskiwanych dylatometryczną metodą RAO i metodą kalorymetryczną DSC w celu doskonalenia metod opisu cech geometrycznych porów w materiałach.

Przyjęty układ rozprawy i sposób uporządkowania treści jest logiczny i czytelny, właściwy dla prac o charakterze badawczym. Wszystkie części rozprawy są merytorycznie spójne.

2. OCENA MERYTORYCZNA ROZPRAWY

2.1. Ocena doboru tematu, postawionych celów i tezy

Rozprawa dotyczy możliwości wykorzystania metody różnicowej analizy odkształceń RAO do pośredniej jakościowej i ilościowej charakterystyki porów i ich połączeń w materiale skalnym. Jednym z powodów podjęcia tematyki badawczej była ocena możliwości wykorzystania uzyskanych wyników do celów diagnostycznych, służących ocenie przydatności skał węglanowych do różnych zastosowań w budownictwie. Skały węglanowe - wapienie i dolomity są materiałem bardzo zróżnicowanym pod względem jakościowym i użytkowym, zatem poszukiwanie sposobów racjonalizacji wykorzystania dostępnych złóż, poprzez określenie właściwości fizycznych i geometrii przestrzeni porowej skał, jest w pełni uzasadnione.

Czynnikiem determinującym praktyczne stosowanie materiału skalnego jest jego odporność na oddziaływanie środowiska, wyrażająca się głównie podatnością na wchłanianie wody oraz mrozoodpornością. W rozprawie wykazano, że właściwe połączenie wyników badań porowatości metodą RAO i MIP umożliwia przedstawienie charakterystyki geometrycznej porów w szerokim zakresie ich wymiarów, ze wskazaniem objętości porów pustych, porów z wodą, która nie zamarza oraz porów zawierających wodę zamarzającą, co daje podstawę do prognozowania zachowania się materiału w zmiennych warunkach termiczno-wilgotnościowych i oceny trwałości wykonanych z niego elementów. Prace ukierunkowane na uzyskiwanie trwałych rozwiązań technicznych i technologicznych przy realizacji obiektów budowlanych są wysoce pożądane.

Biorąc powyższe pod uwagę, należy uznać, że tematyka rozprawy jest istotna i aktualna, ma zarówno znaczenie poznawcze, jak i odniesienie do praktyki inżynierskiej.

Zapoznanie się z bogatą częścią teoretyczną rozprawy pozwala zrozumieć tezę oraz naukowy cel pracy. Podana w rozdziale drugim teza brzmi:

"Wykorzystując informacje o zachodzących zmianach objętościowych nasączonych wodą próbek skał węglanowych podczas fazy egzotermicznej (zamrażania) oraz fazy endotermicznej (ogrzewania) w badaniu metodą różnicowej analizy odkształceń, możliwe jest oszacowanie objętości porów zawierających wodę zdolną do przemiany fazowej oraz ich wymiarów wewnętrznych. Możliwe jest także zobrazowanie graficzne porów z uwzględnieniem obecności porów "butelkowych". Ponadto, suma objętości porów o wymiarach promienia $> 0,02 \mu\text{m}$ określona na podstawie metody RAO, która na wykresach pokazana jest w postaci jednej wartości, może być zastąpiona sumą objętości porów oznaczonych metodą MIP (w tym samym zakresie), rozłożoną na mniejsze podrodziału"

Teza pracy nawiązuje do zakresu przeprowadzonych badań i jej pierwsza część (pierwsze zdanie) sformułowana jest właściwie. Natomiast druga część tezy ma raczej charakter wniosków z badań i analiz. Można było rozważyć wyłączenie tej drugiej części z treści tezy.

Autor dokonał weryfikacji tezy realizując bogaty, oryginalny program badań doświadczalnych z wykorzystaniem materiału skalnego pochodzącego ze złóż zlokalizowanych w województwie świętokrzyskim. Jako cel naukowy pracy mgr inż. K. Skowera wskazał analizę możliwości wykorzystania badań wykonanych metodami RAO i MIP do oceny jakościowej i ilościowej porów oraz rozwinięcie metodyki badań RAO, umożliwiające analizę porów "butelkowych" i geometrycznych cech ich połączeń z ogólnym systemem porów. Cel pracy jednoznacznie nawiązuje do tematu rozprawy, a jego sformułowanie nie budzi wątpliwości.

2.2. Ocena wartości naukowej rozprawy

Rozprawę doktorską mgr inż. Karola Skowery oceniam pozytywnie. Własne badania eksperymentalne, ukierunkowane na poszukiwanie metod umożliwiających ocenę rzeczywistej budowy geometrycznej przestrzeni porowej w materiale kapilarno-porowatym, zostały zaprogramowane prawidłowo z uwagi na założony cel i sformułowaną tezę. Oprócz normowych metod badań, zastosowano również udoskonaloną metodykę badania RAO, której założenia dokładnie uzasadniono. Badania zostały szczegółowo opisane i udokumentowane. Uzyskano wartościowe rezultaty, które zostały przedstawione czytelnie w formie graficznej w postaci bardzo licznych wykresów, fotografii i zestawień tabelarycznych. Autor właściwie uzasadnił koncepcję syntezy wyników oceny porowatości za pomocą metod RAO i MIP oraz wykazał jej przydatność. W mojej opinii Kandydat przeprowadził poprawną interpretację i krytyczną analizę uzyskanych wyników, dowodząc umiejętności posługiwania się metodami naukowymi w rozwiązywaniu problemu badawczego. Wnioski, które jednoznacznie wynikają z przeprowadzonych badań, zostały sformułowane prawidłowo

Cel pracy został osiągnięty a teza udowodniona.

Do znaczących osiągnięć Autora należy zaliczyć, między innymi:

1. Opracowanie i zrealizowanie interesującego, obszernego programu badań, w efekcie którego uzyskano szereg wartościowych wyników, rozwijających wiedzę o właściwościach fizycznych i mikrostrukturze materiałów skalnych pochodzących ze złóż krajowych.
2. Wyróżnienie grup skał węglanowych o specyficznym rozkładzie porów i ich połączeń oraz próba oceny odporności materiału skalnego na zamrażanie.
3. Wyjaśnienie zależności wybranych właściwości fizycznych skał od ich porowatości.
4. Przeprowadzenie badań i analiz ukierunkowanych na opracowanie efektywnej metody oceny rzeczywistej charakterystyki geometrycznej porów, będącej kombinacją metod RAO i MIP.
5. Współdziałanie w udoskonaleniu metody badawczej RAO, które umożliwiło stworzenie warunków do precyzyjnego rejestrowania zmian objętości zarówno podczas ochładzania, jak i nagrzewania układu.

Z uwagi na ciągłe poszukiwanie skutecznych metod diagnozowania odporności materiałów stosowanych w budownictwie, rozprawa ma obok poznawczego, również charakter aplikacyjny.

3. UWAGI DOTYCZĄCE PRACY

Uwagi dyskusyjne

1. Praca miejscami ma nie w pełni przejrzysty układ. Wyjaśnienia dotyczące założeń i metodyki badań nie powinny być podawane w podrozdziałach prezentujących wyniki.
2. W rozbudowanej analizie metod badań zabrakło komentarza dotyczącego dokładności wyników poszczególnych typów pomiarów.
3. Proszę o wyjaśnienie stwierdzenia "*Dodatkowe zamarzanie po zakończeniu mała intensywnego początku odbywało się stopniowo, aż do zakończenia fazy ochładzania*" (str. 75).

4. W opisie przygotowania materiału badawczego zabrakło informacji o wymiarach próbek. Czy Rys. 9.6 rzeczywiście przedstawia próbkę przygotowaną do obserwacji mikroskopowych?
5. Proszę doprecyzować metodykę wizualnej oceny zamrażanych próbek, która umożliwiła ocenę szybkości niszczenia badanego materiału (str. 62).
6. Autor używa określenia "trwałość" w stosunku do materiału. Trwałość jest cechą obiektu, konstrukcji, natomiast materiał charakteryzuje się odpornością.
7. Rozdziały w pracy są zbyt rozdrobnione. Można było rozważyć połączenie niektórych z nich, np. *Podsumowanie części literaturowej* (rozdział ósmy) włączyć do rozdziału, którego dotyczy, a propozycje dalszych badań (rozdział 15) umieścić bezpośrednio pod *Wnioskami* (rozdział czternasty).
8. Rozprawa powinna zawierać streszczenie w języku angielskim.

Uwagi natury formalnej

Rozprawa, napisana poprawną polszczyzną, została zilustrowana dużą liczbą rysunków, fotografii i tabel, które przywołano w treści pracy. Pozycje wymienione w spisie literatury zostały zacytowane. Praca została przygotowana bardzo starannie, jednak mam kilka drobnych uwag natury edycyjnej:

1. Usterki edytorskie i gramatyczne dotyczą przede wszystkim tzw. literówek, drobnych błędów gramatycznych oraz interpunkcyjnych.
2. Symbole zmiennych powinny być w całej pracy pisane konsekwentnie czcionką pochyłą.
3. Nie podano źródła, z którego pochodzi Rys. 7.1, niedokładnie podano źródło Rys. 9.1.
4. Część rysunków np. Rys. 11.24, Rys. 11.25, jest bardzo mała, duża liczba krzywych nakłada się na siebie, co uniemożliwia ich interpretację. Ponadto, na rysunkach tych brakuje legendy.
5. Rysunki od 11.26 do 11.43 są małe, a z uwagi na stosowane różne skale, trudno je między sobą porównać. Wartościowe rysunki prezentujące charakterystyki geometryczne porów w próbkach skał (np. Rys. 12.12, Rys. 12.15, Rys. 12.16, 12.19) mają różne skale, co utrudnia porównanie rozkładu porów pomiędzy grupami.
6. Mikrofotografie SEM, zamieszczone w pracy, są stosunkowo małe i ciemne, co utrudnia ich interpretację.
7. Autor niewłaściwie używa określeń "niższy" i "wyższy", np. zamiast "najwyższe wartości porowatości" (str. 64) powinno być "największe wartości..", zamiast "najwyższy wynik gęstości objętościowej" (str. 93), powinno być "największa gęstość objętościowa",
8. Uzupełnienie zestawień (np. Tabela 11) przedstawiających wartości średnie o rozrzuty wyników pomiarów byłoby bardzo przydatne przy ich interpretacji.

Wymienione przeze mnie uwagi nie umniejszają oryginalności i bardzo wysokiej wartości merytorycznej prezentowanej pracy.

4. WNIOSEK KOŃCOWY

Opiniowana rozprawa doktorska mgr inż. Karola Skowery rozwiązuje oryginalne zadanie naukowe dotyczące oceny możliwości oszacowania objętości i wymiarów porów zawierających wodę zdolną do przemiany fazowej, przy wykorzystaniu metody różnicowej analizy odkształceń. Przeprowadzone badania eksperymentalne posłużyły między innymi do ilościowego opisu charakterystyk porowatości szerokiego spektrum skał węglanowych, a także stanowią podstawę do opisu mechanizmów ich niszczenia mrozowego.

Sformułowane w rozprawie cele zostały, moim zdaniem osiągnięte, a teza udowodniona. Autor rozprawy wykazał się bardzo dobrą znajomością aktualnego stanu wiedzy w zakresie objętym tematem pracy, umiejętnościami programowania i prowadzenia badań, w tym wykorzystania metod

badań doświadczalnych oraz prowadzenia analiz teoretycznych. Zrealizował obszerny zakres prac, uzyskał oryginalne i wartościowe rezultaty, przeanalizował je i krytycznie ocenił oraz zakończył poprawnymi wnioskami. Podjął także próbę sformułowania uzasadnionych kierunków dalszych badań.

Opiniowana praca spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim przez ustawę z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2017 r. poz. 1789). W mojej opinii rozprawa stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego i wnosi istotny wkład w rozwój wiedzy w dyscyplinie naukowej *inżynieria lądowa i transport* w zakresie analizy struktury porowatości materiałów kapilarno-porowatych. Nowa wiedza powinna przyczynić się do rozwoju metod prognozowania odporności tych materiałów na oddziaływanie środowiska.

Kompleksowe podejście do rozwiązania problemu oceny rzeczywistej struktury porowatości materiałów skalnych, obejmujące badania eksperymentalne bogatego zbioru lokalnego materiału skalnego oraz szerokie i wnikliwe analizy teoretyczne zakończone propozycją własnej metody jakościowej i ilościowej oceny porów i ich połączeń, świadczy o dojrzałości naukowej Kandydata i potwierdza Jego twórczy, oryginalny wkład w rozpoznanie analizowanego zagadnienia o charakterze aplikacyjnym. Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr inż. Karola Skowery spełnia warunki merytoryczne i formalne stawiane pracom zasługującym na wyróżnienie.

Na tej podstawie wnioskuję o dopuszczenie Pana mgr inż. Karola Skowery do publicznej obrony rozprawy doktorskiej.

H. Jomir-Locherowicz