

**dr hab. inż. Tomasz Tracz, prof. PK**

Katedra Inżynierii Materiałów Budowlanych

Wydział Inżynierii Lądowej

Politechniki Krakowskiej

ul. Warszawska 24

31-155 Kraków

e-mail: tomasz.tracz@pk.edu.pl

Kraków, 28 lipca 2021 r.

2021 -07- 30

Wpłynęło dnia .....

Podpis ..... *M. Kronek* .....

## RECENZJA

rozprawy doktorskiej

**mgr. inż. Karola Skowery**

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

zrealizowanej pod opieką promotorską Pana prof. dr hab. inż. Zbigniewa Rusina

### 1. Podstawy opracowania opinii

Podstawę formalną opracowania niniejszej opinii stanowi pismo o znaku RNB/37/2021 Dyrektora Naukowego Dyscypliny Inżynieria Lądowa i Transport Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach, Pana prof. dr. hab. inż. Jerzego Wawrzeńczyka, z dnia 31 maja 2021 r. zawierające zlecenie wykonania niniejszej recenzji.

Podstawę merytoryczną opracowania opinii stanowił załączony do zlecenia kompletny tekst rozprawy doktorskiej mgr inż. Karola Skowery pod tytułem jak wyżej.

Podstawę prawną recenzji stanowią:

- Ustawa z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. poz. 1668),
- Ustawa 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 z późniejszymi zmianami),
- Rozporządzenie Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19 stycznia 2018 r. w sprawie szczegółowego trybu i warunków przeprowadzania czynności w przewodzie doktorskim, w postępowaniu habilitacyjnym oraz w postępowaniu o nadanie tytułu profesora (Dz.U. poz.261).

### 2. Charakterystyka rozprawy oraz uwagi ogólne

Recenzowana rozprawa doktorska dotyczy struktury porów w skałach węglanowych a dokładniej oceny tej struktury z wykorzystaniem nowatorskiej metody różnicowej analizy odkształceń. Rozprawa ma typowy charakter opracowania studialno-doświadczalnego. Praca napisana jest w języku polskim i liczy wraz z



załącznikami łącznie 175 stron formatu A4. Składa się 15 rozdziałów poprzedzonych objaśnieniem stosowanych symboli, spisu literatury i dwóch obszernych załączników zawierających wykresy rozkładów wielkości porów oraz objętości porów w próbkach badanych skał. Praca nie zawiera streszczenia.

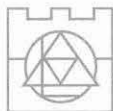
Po krótkim wprowadzeniu Doktorant w rozdziale 2 przedstawił cel naukowy oraz sformułował główną tezę pracy przyświecającą podjętym badaniom.

W części studialnej w pierwszej kolejności w rozdziale 3 została opisana obszernie charakterystyka skał węglanowych, wapieni i dolomitów na podstawie przeglądu literatury. Skały te będące przedmiotem podjętych badań charakteryzują się dużym zróżnicowaniem właściwości w zależności od genezy ich powstania oraz lokalizacji. Zatem są to skały o silnie zróżnicowanej charakterystyce porowatości, co jak sądzę było między innymi przyczyną wyboru tego rodzaju materiałów jako przedmiotu podjętych badań doświadczalnych. Rozdział 4 poświęcony jest charakterystyce porów występujących w materiałach porowatych i ich związku z przemieszczaniem i retencją wody. Rozdział ten zawiera liczne rysunki i wzory, pomocne w objaśnieniu nie rzadko skomplikowanych zagadnień. W rozdziale 5 Doktorant prezentuje wpływ porowatości na właściwości użytkowe skał, a więc te właściwości które w dużej mierze determinują kierunki ich zastosowania w budownictwie. Kolejny rozdział to krótkie przedstawienie zjawisk jakie są związane z obecnością wody w porach materiałów skalnych. Rozdział ten jest bardzo istotny w kontekście stosowanej w badaniach doświadczalnych różnicowej metody analizy odkształceń. Ostatni rozdział części studialnej, pomijając rozdział 8 będący podsumowaniem rozdziałów poprzednich, to rozdział 7 zawierający prezentację metod pozwalających na ocenę porowatości lub jej charakterystyki. Rozdział kluczowy oparty na wielu pozycjach literatury, wprowadzający czytelnika w metodę różnicowej analizy odkształceń RAO pozwalającej, zdaniem Autora w pośredni sposób na ocenę rozkładu wielkości porów w materiałach kapilarno-porowatych. W rozdziale tym znajdziemy opis rozwoju metody RAO i roli jaką odegrał Promotor Pan Profesor Zbigniew Rusin w jej udoskonalaniu. Należy w tym miejscu podkreślić, że rodzimy zespół Doktoranta kierowany między innymi przez Pana Profesora Zbigniewa Rusina, jest według mojej opinii wiodącym ośrodkiem naukowym kraju zajmującym się charakterystyką porowatości materiałów kapilarno-porowatych szczególnie w kontekście ich trwałości.

Część doświadczalną rozpoczyna rozdział 9 w którym Doktorant opisał i scharakteryzował przedmiot badań czyli skały węglanowe pochodzące z siedmiu wybranych kopalni. W kopalniach oznaczonych od I do VI zidentyfikowano po jednym pokładzie które opisano literami do A do F, natomiast w kopalni VII próbki pochodziły aż z czterech pokładów opisanych od G do J. W rozdziale tym znajdziemy czytelny spis wszystkich skał, dolomitów i wapieni wybranych do badań doświadczalnych. W pkt. 9.2 Autor zaprezentował obszerny zakres badań własnych a w pkt. 9.3 opisał szczegółowo proces przygotowania próbek przeznaczonych do poszczególnych badań. Rozdział 10-ty to 12 stronicowy opis stosowanych metod badawczych. Połowę tego opisu poświęcono na szczegółowe objaśnienia kluczowej metody różnicowej analizy odkształceń RAO. Opis wydaje się być kompletny, może nawet zbyt szczegółowy ale w pewnym sensie oddaje duży poziom



zaangażowania Doktoranta w proces udoskonalania tej metody. Sporo uwagi Autor poświęcił również na opis jednej z najbardziej popularnych metod oceny charakterystyki porowatości jaką jest metoda porozymetrii rtęciowej MIP. Muszę przyznać, że jestem pod wrażeniem z jaką łatwością, mającą swoje podstawy w obszernie rozpoznanej literaturze, Doktorant wskazuje na wiele wad metody MIP, które być może były impulsem do rozwijania metody RAO. Rozdział 11 rozpoczyna prezentację wyników badań doświadczalnych. Początkowo Autor w tabelach prezentuje wyniki badań podstawowych właściwości fizycznych analizowanych skał, następnie wyniki badań związanych z nasycaniem wodą, zamieszczając między innymi krzywe przebiegu nasycania kapilarnego próbek. W dalszej części tego rozdziału Doktorant, poprzedzając prezentację wyników otrzymanych z metody RAO, opisuje wprowadzane korekty stosowane w interpretacji wyników. Na podstawie otrzymanych rezultatów dokonuje podziału analizowanych próbek na cztery grupy w oparciu o histerezy zamrażania i rozmrażania. Dalsza prezentacja wyników badań własnych koncentruje się na porównaniu rozkładów wielkości i objętości porów zajętych przez lód w procesie zamrażania z podziałem na zaproponowane uprzednio grupy skał. Prezentacja ta jest wzbogacona szczegółowym opisem charakterystyki porowatości wynikającym z wyników zrealizowanych badań własnych. Przedstawione wyniki badań metodą RAO, co Autor podkreśla w podsumowaniu, pozwalają na szacowanie wielkości porów znajdujących się w materiale oraz połączeń pomiędzy nimi. Rozdział 11.3 to początkowo prezentacja wyników uzyskanych w badaniach porozymetrii rtęciowej MIP a następnie porównanie otrzymanych metodą RAO i MIP rozkładów wielkości porów w poszczególnych próbkach. Rozdziały 11.5 poświęcono prezentacji wyników badań mrozoodporności, a 11.6 rezultatom obserwacji mikrostruktury analizowanych próbek z wykorzystaniem mikroskopu skaningowego SEM. Szczególnie wartościowym rozdziałem opiniowanej pracy jest rozdział 12, poświęcony analizie porównawczej wyników przeprowadzonych badań. W pierwszej kolejności Autor prezentuje na podstawie badań własnych zależności nasiąkliwości objętościowej z całkowitą porowatością, natomiast w dalszej części zamieszcza całkowicie nowatorski sposób prezentacji wyników rozkładu wielkości porów, będących połączeniem wyników pochodzących z metody RAO i MIP. Takie podejście daje podstawy do nowego bardzo szczegółowego opisu struktury porowatości analizowanych skał. Rozdział 12 kończy sumaryczna prezentacja łączonych rozkładów porowatości wraz z ciekawą propozycją graficznej interpretacji rozkładu porów i ich połączeń przypisana do poszczególnych czterech grup skał. Rozdział 13 to próba powiązania porowatości charakteryzujących cztery grupy skał z ich trwałością ocenianą na podstawie badań mrozoodporności. Rozdział 14 zatytułowany „Wnioski” zawiera początkowo cztery wnioski ogólne a następnie kilka wniosków szczegółowych, z czego ostatni jest bardzo rozbudowany i opracowany oddzielnie dla każdej z czterech grup skał. Doktorant w kończącym rozdziale 15, jak sądzę usatysfakcjonowany otrzymanymi w badań doświadczalnych rezultatami, ale i wątpliwościami, proponuje dalsze kierunki badań, które zamierza rozwijać w swej przyszłej pracy naukowej.



Załączony do rozprawy spis literatury zawiera 157 pozycji. Połowa cytowanych prac pochodzi z przed roku 2000 roku (około 50%) co dobrze oddaje historię zainteresowań badaczy strukturą porowatości materiałów mineralnych. Około 20% cytowanych prac opublikowano w ostatnim dziesięcioleciu. W spisie znajdują się dwie publikacje i jedno zgłoszenie patentowe, których współautorem jest Doktorant.

Podsumowując stwierdzam, że układ rozprawy, kolejność prezentowanych wyników, sposób ich prezentacji oraz poprawność językowa nie budzi moich zastrzeżeń. Dobór pozycji literaturowych jest wystarczający i dobrze dobrany do tematyki rozprawy.

### **3. Ocena merytoryczna rozprawy**

Trwałość stosowanych w budownictwie materiałów od wieków była zawsze wysoko cenioną cechą. W kontekście rosnących wymagań oraz dużego nacisku, widocznego we wszelkich dokumentach technicznych, na stosowanie materiałów charakteryzujących się dużą odpornością na oddziaływanie środowiska eksploatacji, podjęty w dysertacji problem naukowy wydaje się być bardzo aktualny i waży z punktu widzenia praktycznego. W materiałach porowaty to właśnie dostępność wewnętrznej struktury porów dla mediów środowiskowych determinuje jego trwałość i kierunki zastosowania. Zatem precyzyjna znajomość charakterystyki porowatości materiału jest kluczowa w prognozowaniu jego trwałości.

Tytuł rozprawy całkowicie odpowiada jej zawartości. Cel pracy oraz spodziewane rezultaty zostały wystarczająco jasno przedstawione, a zrealizowane badania doświadczalne wraz z analizą uzyskanych wyników to potwierdzają. Program oraz zakres przeprowadzonych badań został opracowany poprawnie i wystarczająco obszernie, stosownie do postawionego celu.

Teza pracy została sformułować klarownie, chociaż jej pierwsza część w kontekście doświadczeń Autora ze stosowania metody RAO wydaje się być dosyć oczywista, to już druga część tezy jest bardzo odważna. Weryfikacja tez pracy wymagała stosowania w badaniach i analizie wyników, innowacyjnego podejścia technicznego i naukowego.

### **4. Uwagi, spostrzeżenia i wątpliwości recenzenta**

Poniżej zamieszczam kilka uwag, spostrzeżeń lub wątpliwości o różnym poziomie istotności, które powstały w trakcie lektury rozprawy.

- 1) Na stronie 32, ostatni akapit, Autor pisze „... *znaczącą rolę w odpowiednim zaprojektowaniu trwałej i wytrzymałej mieszanki betonowej.*” Trwałość i wytrzymałość to cechy betonu stwardniałego a nie mieszanki betonowej, którą może charakteryzować się np. dużą ciekłością, wysoką lepkością itp.
- 2) Na rys. 6.3 na str. 35 jest błąd jednostki wartości na osi y, lub jest błędny opis tej wartości. Objętość wody wyrażana powinna być np.  $\text{dm}^3$  a nie w  $\text{dm}^3/\text{kg}$ , ta jednostka odnosi się do gęstości.



- 3) Niektóre rysunki np. rys 6.1; 6.2; 6.4 nie posiadają ramki, niektóre np. 4.1; 4.3; 4.4; 4.7 posiadają ramkę a np. rys. 7.1 posiada ramkę niekompletną. Ponadto wielkość opisów na rysunkach jest bardzo zróżnicowana np. opisy A; B; 2 i 1 na rys 4.5 w porównaniu do opisów na rys. 4.6. W opinii recenzenta niewielki nakład pracy nad stroną graficzną wszystkich rysunków, wpłynął by pozytywnie na całość rozprawy.
- 4) Na str. 37, akapit czwarty, jako przykład metody stosowanej do oceny gęstości właściwej Autor podaje metodę kolbę Le Chatelier'a, a zapomina o metodzie piknometru gazowego którą stosuje w badaniach własnych.
- 5) Na str. 39, cennym rozwinięciem opisu metody MIP były by informacje o histerezie intruzji i ekstruzji rtęci w strukturze badanych materiałów. Takie krzywe można uzyskać i stanowią one często podstawę wnioskowania np. o ilości porów butelkowych.
- 6) Na str. 48, rys. 9.2 znajdują się nieobjaśnione odnośniki do poszczególnych części urządzenia. Jeśli to nieistotne, odnośniki powinny zostać usunięte z rysunku. Ponadto numeracja odnośników jest bardzo drobną czcionką, wręcz nieczytelna.
- 7) Opis przygotowania próbek do badań zamieszczony w rozdz. 9.3 obejmuje informację o ich suszeniu w temperaturze  $+105^{\circ}\text{C}$ . Brak jest wyjaśnień, czy próbki umieszczano już w rozgrzanej suszarce, czy próbki ogrzewano do temperatury suszenia stopniowo. Zwracam uwagę na ten etap przygotowania próbek ponieważ w mojej opinii, często suszenie w takiej temperaturze a szczególnie szybkie ogrzewanie, może być przyczyną powstawania mikro rys a czasem nawet pęknięć. Ponadto istotne jest również w jakim stanie wilgotności próbki umieszczane są w suszarce, czy niezwłocznie po wierceniu i cięciu kiedy są nieco nasycone płuczką czy może po dłuższym okresie swobodnego osuszania. Oczywiście w przypadku stosowanym w badaniach skał prawdopodobnie ten problem można było zbagatelizować, jednak warto zawsze na ten etap przygotowania próbek zwracać szczególną uwagę. Powyższe spostrzeżenie odnosi się również do opisu przygotowania próbek, bądź przebiegu badania innych właściwości, między innymi gęstości oraz nasiąkliwości.
- 8) Na str. 51 ostatni akapit rozdz. 10.2 prawdopodobnie jest błąd wartości ciśnienia. Sądzę, że ciśnienie obniżano do 10 mbar bądź ewentualnie do 1 mbar, ale to już bardzo niska wartość. W przybliżeniu 1 bar to ciśnienie atmosferyczne.
- 9) W opisie metody oceny podciągania kapilarnego, str. 52 rozdział 10.4, znajdziemy informację, iż próbki zanurzono na głębokość 1 cm a później, że tą część powierzchni kontaktu próbki z wodą, a więc zanurzoną część pobocznic walca, nie uwzględniano w obliczeniach. Jeśli tak, to może warto było zmniejszyć głębokość zanurzenia próbek do około 1 mm. Oczywiście jest to nieco trudniejsze technicznie i wymaga stosowania układu zapewniającego stały poziom wody niezależnie od ilości wody





wchłoniętej przez materiał lub odparowanej, niemniej jednak wówczas metodyka byłaby bardziej dopracowana.

- 10) Na str. 58 wzory 10.2 i 10.3, legenda nie zawiera objaśnienia stosowanej we wzorach wartości 0,0917.
- 11) Metoda RAO stosowana w badaniach doświadczalnych w interpretacji i analizie wyników wymaga przyjęcia wielu założeń, choć czasami nieco wątpliwych jak np. że wpływ pęknięć wywołanych zamrażaniem wody na przestrzeń porową jest nieistotny, to jednak koniecznych. W trakcie czytania daje się odczuć, iż Autor jest świadomy ułomności stosowania pewnych korekt, co oceniam bardzo pozytywnie.
- 12) Na podstawie wyników badań cech fizycznych analizowanych skał a szczególnie zróżnicowania ich porowatości całkowitej tj. od 2,6 do 10,6% oceniam bardzo pozytywnie dokonany wybór skał, będący zmiennością materiałową części doświadczalnej recenzowanej rozprawy.
- 13) Str. 65 tabl. 3, brak jest wyjaśnień powodów nie prezentowania dla wszystkich próbek stopnia nasycenia. Ponadto cennym uzupełnieniem wyników prezentowanych w tej tabeli byłaby informacja o stopniu nasycenia, inaczej wypełniania porów wodą ale obliczanych jako stosunek nasiąkliwości objętościowej określonej metodą próżniową do porowatości całkowitej. Ponieważ próbki stosowane w metodzie RAO były nasycone próżniowo, zatem tak obliczany stopień nasycenia byłby wprost informacją jaka część przestrzeni porowej jest wypełniona wodą.
- 14) Str. 66 Autor nie wyjaśnia powodów dla których dwukrotnie nasycza kapilarnie każdą z próbek, a następnie podaje wartość średnią z dwóch pomiarów. Czy doświadczenia badawcze Autora wskazują na słuszność takiego postępowania jedynie w tym badaniu, a może również w przypadku innych cech nieniszczących.
- 15) Wszystkie rysunki przedstawiające histerezę zmian  $m_L/V_p$  względem temperatury, mogły by zostać wzbogacone o legendę zastosowanych kolorów krzywych.
- 16) Na str. 79, przed ostatni akapit, Autor bardzo słusznie stwierdza, że metoda różnicowej analizy odkształceń pozwala pozyskiwać informację jedynie o tych porach w których zachodzi przemiana fazowa wody w lód. Natomiast stopień nasycenia wodą struktury porów otwartych w niewielu przypadkach analizowanych próbek wynosił 50% a w większości był znacznie niższy. Zatem metoda RAO choć posiada duże ograniczenia i nie jest idealna jak inne metody, to jednak dostarcza wiarygodnych informacji o tej części porów, które są dostępne dla wody, a to właśnie ta część w głównej mierze jest odpowiedzialna za odporność materiału na oddziaływanie środowiska eksploatacji.
- 17) Tabl. 11 str. 92 brak informacji o liczebności serii próbek a w tytule jest informacja, że to wartości średnie. Ponadto Autor nie wyjaśnia powodów nie prowadzenia badań metodą MIP dla próbek pochodzących z pokładu B.



- 18) Na str. 92, Autor cytując innym badaczy, nieco przychyli się do ich opinii, iż wysokie ciśnienie wtlaczania rtęci, niezbędne w identyfikacji porów o małych średnicach, powoduje zniszczenie szkieletu materiału i tym samym otwarcie dostępu do porów, które w warunkach naturalnych były by dla rtęci niedostępne. Jednak już, po analizie wyników pozyskanych z badań własnych, kilka stron dalej, Autor twierdzi, że „... *nie można obecnie jednoznacznie stwierdzić w jakim zakresie zjawisko to ma wpływ na faktyczny obraz charakterystyki geometrycznej mezoporów*”. Bardzo wysoko oceniam te rozważania, tą odwagę na dyskusję, która świadczy do dużej dojrzałości naukowej Doktoranta.
- 19) Na str. 108 Autor wyjaśniając powody niskiego stopnia wypełnienia porów wodą, wskazał na obecność w strukturze badanych materiałów porów zamkniętych. Choć zapewne takowe istnieją w analizowanych skałach to żadna ze stosowanych przez Doktoranta metod takich porów nie identyfikuje. Chciałbym uzupełnić, że porowatość całkowita obliczana z porównania gęstości objętościowej z gęstością właściwą (szkieletu) oznaczaną metodą piknometru helowego, to w istocie porowatość jedynie otwarta. Wyjaśnienia o podobnej treści znajdują się również w jednym z wniosków szczegółowych.
- 20) Na str. 110 Doktorant dokonuje porównania porowatości całkowitej z porowatością zidentyfikowaną w metodzie MIP i wyjaśnia, że dostrzeżona anomalia wynika z wspomnianego powyżej efektu niszczenia struktury porów przy wysokich ciśnieniach. W mojej opinii prawdopodobnym powodem może być również niejednorodność badanych próbek. Należy pamiętać, że badania w istocie nie są prowadzone na tych samych próbkach.
- 21) Rozdział 13 będący analizą wpływu zidentyfikowanej struktury przestrzeni porowej na trwałość ocenianą na podstawie badań mrozoodporności, oceniam bardzo wysoko. Szczegółowe opisy struktury opracowane dla każdej z grup materiałów są poprawne i dowodzą o dużej przydatności metody RAO, szczególnie w kontekście prognozowania mrozoodporności analizowanych skał.

## 5. Podsumowanie i wniosek końcowy

Rozprawa doktorska Pana mgr inż. Karola Skowery dotyczy bardzo interesujących zagadnień związanych z charakterystyką struktury porowatości skał a szczególnie z metodyką oceny tej charakterystyki. Tematyka ta jest obiektem zainteresowań wielu badaczy, od wielu dekad i nadal jest rozwijana. Autor rozprawy wniósł duży wkład wiedzy w rozwój bardzo ciekawej, innowacyjnej metody różnicowej analizy odkształceń RAO wykorzystywanej do oceny charakterystyki porowatości skał węglanowych. Zrealizowany program badawczy był bardzo rozbudowany, zarówno pod względem zróżnicowania materiałowego serii badawczych ale również, a może przede wszystkim pod względem ilości ocenianych cech. Co więcej, wiele stosowanych metod badawczych było bardzo trudnych i skomplikowanych pod względem technicznym, ale również trudnych z uwagi na interpretację wyników.



W moim przekonaniu Autor wykazał się obszerną znajomością stanu wiedzy dotyczącej tematyki rozprawy, oraz dowiódł, iż posiada dobrą umiejętność planowania badań doświadczalnych, ich realizacji ale przede wszystkim szczegółowej analizy uzyskanych rezultatów. Ponadto potrafi formułować trafne wnioski, wynikające nie zawsze wprost z analizy wyników. Dowodzi to o dobrym przygotowaniu Doktoranta do prowadzenia w przyszłości jeszcze bardziej rozbudowanych prac badawczych.

Biorąc pod uwagę wszystko co wyżej, przedłożoną rozprawę oceniam jako **w całości spełniającą 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 z późniejszymi zmianami), w związku z czym z pełnym przekonaniem **wnioskuję o dopuszczenie** jej do publicznej obrony.

dr hab. inż. **Tomasz Tracz**  
prof. Politechniki Krakowskiej