

Kraków, 24.09.2025 r.

Dr hab. inż. Tomasz Baran
Sieć Badawcza Łukasiewicz-
Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych
31-983 Kraków, ul. Cementowa 8

Recenzja

rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Kingi Setlak pt. „Synteza spoiw geopolimerowych na bazie odpadów przemysłowych”

1. Podstawa formalna opracowania recenzji

Podstawę opracowania recenzji stanowi pismo Dziekana z dnia 17 lipca 2025 roku (I-0.511.2.3.2025) informujące o powołaniu mnie, przez Radę Naukową Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej, na recenzenta rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Kingi Setlak pt. „Synteza spoiw geopolimerowych na bazie odpadów przemysłowych”.

2. Przedmiot recenzji

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska pt. „Synteza spoiw geopolimerowych na bazie odpadów przemysłowych” – Politechnika Krakowska im. Tadeusza Kościuszki, Wydział Inżynierii Materiałowej i Fizyki, Szkoła Doktorska Politechniki Krakowskiej, Kraków 2025 rok, autorstwa Pani mgr inż. Kingi Setlak z Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej.

Promotorem rozprawy doktorskiej jest Pan dr hab. inż. Michał Łach, prof. PK. Rozprawa liczy 249 stron, w tym zawiera 129 rysunków i 45 tabel. Ilość cytowań bibliograficznych wynosi 467 pozycji.

3. Ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej.

3.1. Trafności podjęcia tematu i sformułowania celu i tezy pracy

Za cel naukowy realizowanej rozprawy, Doktorantka przyjęła określenie możliwości wykorzystania surowców o niskiej reaktywności do syntezy spoiw geopolimerowych. Pani mgr inż. Kingi Setlak do badań wytypowała 5 surowców: chalcedonit, amfibolit, popioły lotne wapienne z Bełchatowa, metakaolin i diatomit, które stanowiły podstawę do opracowywania składu spoiw geopolimerowych. Badania koncentrowały się na odpowiednim doborze

T. Baran

ww. surowców, ich udziału w spoiwach oraz aktywacji alkalicznej w celu utworzenia trwałej matrycy spoiwa. Ponadto, celem Doktorantki było opracowanie wstępnego modelu prognostycznego, który na podstawie proporcji poszczególnych składników i ich stosunków molowych, pozwoliłby na przewidywanie wytrzymałości geopolimerów.

Za tezę rozprawy doktorskiej, Pani mgr inż. Kinga Setlak przyjęła stwierdzenie, że wymienione wyżej niskoreaktywne surowce, odpowiednio dobrane i skomponowane, po procesie aktywacji alkalicznej, umożliwią uzyskanie spoiw geopolimerowych o właściwościach użytkowych porównywalnych ze spoiwami na bazie popiołów lotnych krzemionkowych.

Zdaniem recenzenta, Pani mgr inż. Kinga Setlak podjęła się ważnego tematu z punktu widzenia naukowego i aplikacyjnego, obejmującego także działania związane z dekarbonatyzacją przemysłu cementowego, czyli ochroną środowiska naturalnego. Wykorzystanie odpadów przemysłowych o niskiej reaktywności i synteza spoiw na podstawie ich składu jest znaczącym kierunkiem gospodarki o obiegu zamkniętym, w której zamiast surowców naturalnych wykorzystuje się znaczne ilości odpadów, w tym pochodzących z innych sektorów przemysłu. Spoiwa geopolimerowe, o odpowiednio dobranym składzie badanych surowców/odpadów i po procesie aktywacji alkalicznej, zgodnie z tezą pracy Doktorantki, uzyskały dobre właściwości mechaniczne i charakteryzowały się podwyższoną odpornością na wilgoć, odpornością na środowiska agresywne chemicznie i zmienne cykle temperaturowe. Ponadto, spoiwa te wykazywały wysoką zdolność do immobilizacji metali ciężkich i związków organicznych, co stanowi istotny aspekt ich właściwości użytkowych.

Uważam, że tytuł rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Kingi Setlak jest zwięzły, a jednocześnie adekwatny do przedmiotu i treści pracy. Doktorantka prawidłowo sformułowała podane powyżej cele i tezę rozprawy doktorskiej.

Podkreślić należy interdyscyplinarny charakter tematyki badawczej podjęty przez Panią mgr inż. Kingę Setlak, obejmujący zagadnienia związane z inżynierią materiałową i fizyką oraz ochroną środowiska (zagospodarowanie/wykorzystanie odpadów, czy immobilizacja metali ciężkich).

3.2. Ogólna charakterystyka pracy

Praca standardowo jest podzielona na część literaturową i doświadczalną. Rozprawa doktorska zawiera obszerny i starannie opracowany przegląd literatury, który świadczy o szczegółowym zapoznaniu się Doktorantki ze stanem badań zagranicznych oraz krajowych, w zakresie tematyki rozprawy doktorskiej. Studium literatury obejmuje 467 trafnie

dobrych cytowań, co wskazuje na rzetelne przygotowanie merytoryczne Pani mgr inż. Kingi Setlak. W rozprawie uwzględniono zarówno literaturę światową, bardzo często cytowaną (m.in. Davidovits, Provis), jak również publikacje uznawane za prekursorski fundament polskiej myśli naukowej (m.in. Małolepszy, Deja) oraz najnowsze artykuły z lat 2024-2025. Tak zrealizowany przegląd literatury podkreśla zarówno aktualność, jak i kompleksowość analizy dokonanej przez Panią mgr inż. Kingę Setlak.

Studium literaturowe stanowi obszerną i pogłębioną analizę stanu wiedzy, zarówno w zakresie geopolimerów, jak i surowców stosowanych do ich syntezy, poddawanych aktywacji alkalicznej. Tak obszerna i kompleksowa analiza literatury stanowi cenne i istotne źródło wiedzy, zarówno dla badaczy posiadających doświadczenie w omawianej problematyce, jak i dla osób poznających tę tematykę badawczą.

Należy jednak zaznaczyć, że bardzo obszerna bibliografia w niektórych fragmentach pracy może prowadzić do zagęszczenia tekstu, utrudniając wyodrębnienie kluczowych informacji. Ponadto, nadmierna liczba odnośników bibliograficznych może wskazywać na brak krytycznej selekcji w doborze źródeł. W konsekwencji może to ograniczać innowacyjność rozprawy, gdyż duża liczba cytowań sugeruje, że omawiany temat został już w znacznym stopniu rozpoznany i przebadany.

Część doświadczałą Doktorantka podzieliła na 4 główne etapy badań.

W pierwszym etapie, Doktorantka skupiła się głównie na zbadaniu podstawowych właściwości surowców, zastosowanych do syntezy spoiw geopolimerowych. Etap ten obejmował badania składu chemicznego, składu fazowego surowców, analizę wielkości cząstek, ocenę morfologii, identyfikację charakterystycznych wiązań w surowcach bazowych oraz analizę powierzchni właściwej i wielkości porów. Tak zaplanowany zakres badań został dobrany w sposób właściwy, a uzyskane wyniki wraz z ich analizą umożliwiły szczegółową ocenę przydatności zastosowanych materiałów do syntezy spoiw geopolimerowych.

Drugi etap badań obejmował proces syntezy spoiw geopolimerowych. Udział wagowy poszczególnych surowców w spoiwie geopolimerowym oraz proporcje zastosowanego aktywatora zostały dobrane w oparciu o dane literaturowe, przywołane w niniejszej rozprawie doktorskiej. Przygotowania mieszanek do syntezy spoiw geopolimerowych obejmowały układy: jednoskładnikowe (100% każdego surowca), dwuskładnikowe (50/50% każdego surowca) oraz czteroskładnikowe (po 25% każdego surowca). Jako aktywator twardnienia, Pani mgr inż. Kinga Setlak zastosowała mieszaninę zasady sodowej i szkła wodnego sodowego, o proporcji wagowej odpowiednio 1 : 1.5. Na etapie wstępnych założeń parament stosunku aktywatora alkalicznego do surowców (L/S) został przyjęty jako stały

T. Bawer

i wynosił 0,40. W praktyce laboratoryjnej wykazano jednak, że stały stosunek L/S na poziomie 0,40 nie zapewnia odpowiedniej konsystencji masy geopolimerowej dla wszystkich wariantów kompozycyjnych. Celem etapu drugiego była weryfikacja możliwości syntezy spoiw geopolimerowych o zadanych proporcjach surowców oraz selekcja uzyskanych spoiw na podstawie kryteriów wizualnych oraz teksturalnych (stopień zespolenia spoiwa, jego jednorodność, obecność pęknięć i porów powietrznych oraz podatność do kruszenia). Dodatkowo, weryfikację „poprawności” założonego składu spoiwa geopolimerowego, Doktorantka dokonywała na podstawie wyników właściwości, takich jak: odpowiednia konsystencja masy geopolimerowej (jednolita i gęsta, umożliwiająca łatwe przekładanie masy do formy), zdolność mieszanki do utwardzenia w zadanych warunkach syntezy (w 60°C przez 24h) oraz zdolność do łatwego rozformowania stwardniałej pasty geopolimerowej. Po weryfikacji wyników z etapu drugiego, wybrano 13 spoiw geopolimerowych do dalszych badań.

W trzecim etapie badań, Doktorantka skoncentrowała się na ocenie właściwości 13 wybranych wariantów spoiw geopolimerowych, obejmujących: 2 spoiwa jednoskładnikowe (popiół lotny wapienny Bełchatów i metakaolin), 6 spoiw na bazie dwóch składników i 5 spoiw czteroskładnikowych. Autorka rozprawy doktorskiej wykonała bardzo obszerny program badawczy, przeprowadzając między innymi badania: wytrzymałości na zginanie i ściskanie, gęstości metodą piknometryczną, składu chemicznego i fazowego, spektrometrii w podczerwieni, składu ziarnowego metodą laserową, mikrostruktury metodą SEM, struktury porów metodą porozymetrii rtęciowej, nasiąkliwości, promieniotwórczości i wymywalności metali ciężkich, i związków organicznych (np.: benzenu, toluenu, etylobenzenu i ksylenu). Ponadto, Pani mgr inż. Kinga Setlak przeprowadziła badania: odporności spoiw geopolimerowych na cykle zamrażania/odmrażania (w zakresie od -40 do 80°C), odporności na przyspieszone warunki starzenia, odporności na działanie środowisk kwasowych (5% roztwory kwasów: azotowego, siarkowego i solnego), odporności na 5% roztwór wodorotlenku sodu, odporności na działanie mgły solnej, odporności na ścieranie metodą tarczy Bohmego oraz odporności na wysoką temperaturę (wygrzewanie 5 godzin w temp. 1000 °C).

Etap czwarty badań koncentrował się na zaprojektowaniu arkusza kalkulacyjnego, mającego na celu opracowanie metodyki obliczeń proporcji molowych głównych tlenków, dla uzyskanych spoiw geopolimerowych. W metodzie obliczeniowej korzystano w głównej mierze ze składu chemicznego surowców bazowych i aktywatora alkalicznego. Analiza stosunków molowych stanowi swego rodzaju wyznacznik przydatności spoiw

geopolimerowych lub betonowych do ich dalszych zastosowań. Odpowiednie proporcje głównych tlenków tj. Na_2O , SiO_2 , Al_2O_3 oraz H_2O , zapewniają nie tylko prawidłowy przebieg reakcji geopolimeryzacji, ale mają wpływ na właściwości mechaniczne i odporność chemiczną spoiw geopolimerowych. W końcowej ocenie, na podstawie analizy wykresów trójwymiarowych, przedstawiających zależności między stosunkami molowymi (np. $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$), wytrzymałością i czasem dojrzewania, Doktorantka do wyznaczenia optymalnych stosunków molowych dla spoiw (tzw. model predykcyjny), za punkt odniesienia przyjęła wytrzymałość na ściskanie powyżej 40 MPa, uzyskaną przez spoiwa na przestrzeni od 28 do 90 dni dojrzewania. W ramach tego etapu badań, Pani mgr inż. Kinga Setlak wykazała nowe, optymalne stosunki molowe dla spoiw geopolimerowych opartych na wybranych surowcach bazowych, analizowanych w pracy badawczej.

Należy podkreślić, iż Pani mgr inż. Kinga Setlak realizowała szeroki i kompleksowy program badań doświadczalnych, przeprowadzony z wykorzystaniem nowoczesnych i zaawansowanych metod analitycznych, takich jak: XRF, XRD, FTIR, SEM, BET, porozymetria rtęciowa, czy sorpcja fizyczna. Program ten obejmował również szczegółowe badania właściwości mechanicznych i środowiskowych materiałów, w tym analizę wytrzymałości, nasiąkliwości, odporności chemicznej, termicznej i starzeniowej, a także ocenę ścieralności oraz wymywalności związków chemicznych. Tak kompleksowe podejście umożliwiło uzyskanie wszechstronnej i spójnej oceny badanych materiałów, zapewniając solidną podstawę do formułowania wniosków naukowych oraz dalszych badań w zakresie ich zastosowań praktycznych. Pani mgr inż. Kinga Setlak w sposób rzetelny odniosła się do obowiązujących regulacji prawnych, uwzględniając zagadnienia związane z rozróżnieniem statusu materiałów jako odpadów i produktów ubocznych. Przeanalizowane zostały również wymagania dotyczące promieniotwórczości oraz wymywalności związków chemicznych w świetle aktualnych rozporządzeń i norm. Taki sposób prowadzenia badań pozwala na kompleksową ocenę właściwości i potencjału aplikacyjnego opracowanych spoiw geopolimerowych oraz podkreśla interdyscyplinarny charakter pracy i świadczy o świadomym uwzględnieniu aspektów bezpieczeństwa i regulacji prawnych w kontekście zastosowań praktycznych.

Należy także podkreślić własną inicjatywę badawczą Pani mgr inż. Kingi Setlak, która w ramach badań odporności spoiw geopolimerowych na mgłę solną, przyspieszone starzenie, czy nasiąkliwość zastosowała metody autorskie lub adekwatnie adaptowała procedury zawarte w innych normach, wykazując przy tym wysoki poziom samodzielności i innowacyjności badawczej.

T. Bener

Kończącą część rozprawy stanowi bibliografia, która liczy aż 467 pozycji literaturowych i zawierają praktycznie wszystkie istotne pozycje dla rozpatrywanego obszaru wiedzy.

Podsumowując tę część rozprawy stwierdzam, że Pani mgr inż. Kinga Setlak wykazała się wysokimi kompetencjami w zakresie umiejętności precyzyjnego określenia problemu naukowego, samodzielnego planowania i wykonywania badań naukowych, wnikliwego interpretowania uzyskanych wyników badań oraz poprawnego formułowania wniosków.

4. Uwagi krytyczne

W części tej zawarłem pewne swoje uwagi krytyczne, które nasunęły mi się w czasie recenzji rozprawy. Są one oczywiście subiektywnym odczuciem recenzenta i jednocześnie zaproszeniem do dyskusji podczas publicznej obrony:

- W analizowanej rozprawie doktorskiej zaobserwowano szereg nieprawidłowości stylistycznych, w tym licznych błędów interpunkcyjnych, wpływających na płynne przyswajanie treści i precyzyjne zrozumienie wyników badań. Nieprawidłowe stosowanie znaków interpunkcyjnych w dużej mierze ogranicza klarowność tekstu i prowadzi do niejednoznacznych interpretacji.
- „Drugą główną grupą wśród materiałów aktywowanych alkaliami są układy wysoko wapniowe, w których przeważającym pierwiastkiem chemicznym jest tlenek wapnia (CaO)” (s. 16). CaO to oczywiście związek chemiczny.
- „Przeważnie skład chemiczny prekursorów cechuje się wysoką zawartością SiO_2 oraz Al_2O_3 , a mogą stanowić je takie materiały jak: popioły lotne klasy F, tufy wulkaniczne, czy metakaolin” (s. 16, 21). Obecnie nie ma popiołów klasy F. Jest to stara, nieaktualna klasyfikacja popiołów lotnych z 1979 roku. Obowiązująca obecnie klasyfikacja popiołów wapiennych podana jest w normie PN-EN 197-1.
- Bardzo dziwny skład popiołu lotnego wapiennego z Bełchatowa, zastosowanego w badaniach. Podczas badań w ramach projektu pt.: „Innowacyjne spoiwa cementowe i betony z wykorzystaniem popiołu lotnego wapiennego, przebadano ponad 120 próbek jednostkowych tego popiołu. Najmniejszą zawartością SiO_2 było 28,6%, a największą SO_3 było 6,17%. Skąd u Pani taka próbka (16,54% SiO_2 i 9,53 SO_3)? Ponadto, czy tak duża ilość SO_3 nie wpływa negatywnie na spoiwa geopolimerowe? (str. 84).
- W pracy brak jest wyników dotyczących stopnia przereagowania alkaliów w stosunku do zastosowanych do aktywacji oraz wpływu roztworu alkalicznego, jakim aktywuje się

T. Bura

spoiwa geopolimerowe, na wymywalność alkaliów z gotowego, stwardniałego wyrobu (powstawanie wykwitów?).

- W pracy nie uwzględniono obliczeń emisji CO₂, związanej z produkcją, na przykład 1 tony spoiwa geopolimerowego ani analizy porównawczej emisji CO₂, przypadającej na jednostkę betonu wykonanego z cementu portlandzkiego CEM I oraz betonu geopolimerowego opartego na spoiwie geopolimerowym. Zdaniem recenzenta, w związku ze stosowaniem dużych ilości aktywatora i wysoką temperaturę procesów technologicznych, emisja CO₂ dla betonu geopolimerowego będzie wyższa niż w przypadku betonu z cementu portlandzkiego.
- Ponadto, w procesie wytwarzania spoiw geopolimerowych należy uwzględnić względy ekonomiczne, wynikające z wysokich kosztów krzemianu sodu i wodorotlenku sodu, które w syntezie geopolimerów zużywane są stosunkowo w dużych ilościach. Warto również zwrócić uwagę na zwiększenie bezpieczeństwa i higieny pracy z tymi roztworami. Wymienione wyżej aspekty powodują, zdaniem recenzenta, że spoiwo geopolimerowe nie jest obecnie konkurencją dla cementów powszechnego użytku.

5. Wniosek końcowy

Podsumowując, stwierdzam, że rozprawa doktorska Pani mgr inż. Kingi Setlak pt. „Synteza spoiw geopolimerowych na bazie odpadów przemysłowych” stanowi wartościowe i oryginalne osiągnięcie naukowo-badawcze w dziedzinie inżynierii materiałowej i fizyki, a dodatkowo wpisuje się w aspekty ochrony środowiska, związane z zagospodarowaniem odpadów.

Autorka rozprawy doktorskiej wykazała się bardzo dobrą znajomością literatury przedmiotu, wysokim poziomem przygotowania merytorycznego oraz rozwiniętymi umiejętnościami w zakresie samodzielnej analizy i interpretacji wyników badań. Doktorantka sformułowała oryginalny problem naukowy i poprzez realizację obszernego programu badawczego, przedstawiła jego rozwiązanie. Zdaniem recenzenta, zamierzony cel naukowy rozprawy doktorskiej został osiągnięty. Przeprowadzona analiza wyników badań jest prawidłowa, a wyciągnięte na jej podstawie wnioski zostały sformułowane poprawnie.

Uwagi sformułowane w toku recenzji nie podważają wartości naukowej pracy, lecz przeciwnie, wskazują na złożoność podejmowanej problematyki i świadczą o wysokim stopniu zaawansowania badań. Stanowią one raczej sugestie do ewentualnego rozwinięcia niektórych wątków w dalszych pracach naukowo-badawczych, wdrożeniowych lub publikacjach naukowych. Rozprawa jest dobrze osadzona w aktualnym stanie wiedzy, obejmuje szerokie

T. Bane 7

spektrum badań eksperymentalnych i wykazuje istotny potencjał aplikacyjny. Zidentyfikowane ograniczenia wynikają głównie z właściwości zastosowanych materiałów odpadowych oraz braku ujednoliconych, normatywnych procedur badawczych dla geopolimerów, co jest charakterystyczne dla tej dziedziny badań i nie obniża wartości naukowej pracy.

Należy podkreślić, że Pani mgr inż. Kinga Setlak jako Doktorantka, osiągnęła imponujący dorobek naukowy, odpowiadający wysokiemu poziomowi rozwoju naukowego w swojej dziedzinie. Wymieniając niektóre z nich: współautorka 39 publikacji w renomowanych czasopismach, uczestniczka w międzynarodowych konferencjach krajowych i zagranicznych, partycypująca w 8 projektach naukowych, należy dodać, iż taki dorobek kwalifikuje już do ubiegania się o stopień doktora habilitowanego. Indeks Hircha według Web of Science Pani mgr inż. Kingi Setlak wynosi już 10.

Biorąc powyższe pod uwagę, stwierdzam, że praca Pani mgr inż. Kingi Setlak spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim, zgodnie z art. 187 ust. 1 ustawy Prawo o Szkolnictwie Wyższym i Nauce z dnia 18 lipca 2018 r. (Dz.U. z 2024 r. poz. 1517, z późn. zm.). W związku z tym, stawiam wniosek do Rady Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej o dopuszczenie Pani mgr inż. Kingi Setlak do publicznej obrony.

Kraków, 24.09.2025 rok

Tomasz Baran