

Prof. dr hab. inż. Barbara Tora

Kraków, 7 listopada 2021 r.

Wydział Inżynierii Lądowej i Gospodarki Zasobami

Akademia Górniczo – Hutnicza w Krakowie

Al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków

e-mail: tora@agh.edu.pl

tel. 601 441 238

Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. Anny Stefańskiej

pt: Metoda zapobiegania wykwitom na powierzchni materiałów geopolimerowych

Promotorem przedstawionej do recenzji rozprawy jest dr hab. inż. Janusz Mikuła, prof. PK. a promotorem pomocniczym dr inż. Michał Łach. Praca została zrealizowana w dyscyplinie naukowej: Inżynieria materiałowa, specjalność kompozyty geopolimerowe. Praca została zrealizowana na Politechnice Krakowskiej na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Fizyki.

Podstawa formalna opracowania recenzji:

1. Uchwała Rady Naukowej Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej w dnia 8 września 2021 o powołaniu recenzentów w przewodzie doktorskim mgr inż. Anny Stefańskiej
2. Ustawa z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki Dz.U. 2003 nr 65 poz. 595 oraz
3. Rozporządzenie Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 26 września 2016 roku (Dz. U. z dnia 30 września 2016, poz. 1586

1. **Wartość naukowa rozprawy**

Geopolimery stały się obiektem badań naukowych i przedmiotem przemysłowych wdrożeń w wielu krajach, szczególnie tych dysponujących dużymi zasobami prekursorów: naturalnego metakaolinu lub wytwarzanych w procesach przemysłowych popiołów lotnych. W Polsce zainteresowanie tymi materiałami pojawiło się w latach 80. XX w., głównie w ośrodkach krakowskich, gdzie między innymi prof. Małolepszy i prof. Deja z AGH

przewodzą pionierskie prace z materiałami aktywowanymi alkalicznie w budownictwie, drogownictwie i górnictwie. Prace związane z geopolimerami nabrały tempa w ostatnich latach, kiedy to coraz szersze kręgi badaczy zaczęły się przyglądać możliwościom tych materiałów. Materiał ten stał się na tyle ważny, że już w latach 90. na świecie pracowało nad nim ponad 100 ośrodków naukowych.

Powstawanie wykwitów związane jest z wymywaniem ze struktury geopolimerów jonów sodu lub potasu. W czasie kontaktu geopolimerów z wilgocią, na skutek działania sił kapilarnych woda wymywa jony alkaliów i przenosi je na powierzchnię. Po odparowaniu wody jony te reagują z CO_2 z powietrza tworząc uwodnione węglany sodu lub potasu. Zjawisko nasila się gdy w materiale znajduje się nadmiar substancji alkalicznych oraz materiał charakteryzuje się wysoką porowatością, szczególnie dotyczy to geopolimerów o wysokim stosunku $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Badania wykazały, że białe wykwitki na powierzchni polimerów to $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$.

Autorka udowodniła w rozprawie następujące tezy:

1. związki metali alkalicznych biorą udział tylko w początkowych etapach procesu geopolimeryzacji,
2. po zakończeniu procesu polikondensacji nadmiarowe ilości związków sodu nie odgrywają żadnej roli w budowie struktury polimeru i mogą być usunięte bez szkody dla właściwości geopolimeru,
3. usuwanie ze struktury geopolimeru kompleksów Na , $\text{K} (\text{H}_2)_n^+$ można zrealizować poprzez dojrzewanie geopolimeru w warunkach wodnych.

Doktorantka zweryfikowała tezę o możliwości zapobiegania powstawaniu wykwitów na powierzchni geopolimerów poprzez usunięcie mobilnych kompleksów sodu ze struktury geopolimeru. Porównała efektywność zapobiegania powstawaniu wykwitów metoda hydrotermalna poprzez dodatek glinianów wapnia, dwutlenku tytanu oraz dojrzewania geopolimerów w warunkach wodnych. Dla oceny możliwości zastosowania zaproponowanych metod Autorka zbadała wpływ zaproponowanych zmian na strukturę i wytrzymałość geopolimerów na ściszenie.

Przedstawiona rozprawa doktorska jest opracowaniem naukowym, zawierającym wyniki dobrze zaplanowanych eksperymentów, wyniki kompleksowych badań nad powstawaniem wykwitów na geopolimerach oraz logicznie uzasadnione wnioski.

Zaproponowana i zweryfikowana metoda zapobiegania powstawaniu polimerów jest oryginalnym osiągnięciem naukowym Autorki.

2. Wartość merytoryczna rozprawy

Doktorantka wykazała umiejętność wprowadzenia w tematykę badawczą opracowując syntetyczny przegląd literatury, w którym zawarła informacje o strukturze i właściwościach geopolimerów i barierach zastosowań polimerów w budownictwie. Bardzo dobrze przedstawiła mechanizm powstawania wykwitów, co pozwoliło Jej na określenie celu pracy i udowodnienie postawionych tez doktoratu.

Dla zrealizowania założonego celu Doktorantka przeprowadziła szereg badań nad polimerami, które otrzymała używając jako prekursorów popiół lotny z EC Skawina i metakaolin produkcji czeskiej. Jako składniki uzupełniające wprowadziła cementy glinowo-wapniowe (cementy Górkal 40 i Górkal 70) oraz TiO_2 (w postaci bieli tytanowej). Geopolimery wytworzyła stosując roztwór wodny NaOH wraz z wodnym roztworem krzemianu sodu oraz dodatek cementu.

Plan eksperymentu jest opracowany zgodnie z zasadami planowania eksperymentów. W próbkach geopolimerów Doktorantka określiła wytrzymałość na ściskanie, nasiąkliwość, skłonność do wykwitów (ocena wizualna), zdolność do ługowania metali alkalicznych, przeprowadziła badania porozymetryczne, badania składu mineralnego oraz badania przełomów na mikroskopie skaningowym. Badania zostały przeprowadzone na 24 próbkach geopolimerów o różnym składzie. Wyniki badań Autorka przedstawiła w sposób przejrzysty w rozdziale 5. rozprawy zatytułowanym Wyniki badań. Zestawienie wyników oraz ich omówienie stanowi główną część pracy. Interpretując wyniki Doktorantka położyła nacisk na praktyczne aspekty zapobiegania powstawaniu wykwitów na powierzchni geopolimerów. Doktorantka wykazała się umiejętnością analizy doniesień literaturowych i jasnego sformułowania hipotez badawczych. Wykazała umiejętność doboru metod badawczych i analizy danych. Sposób przedstawiania wyników i ich krytyczna analiza są dobre. Interpretacji wyników a także wnioski są poprawne.

Z przeglądu literatury i na podstawie własnych doświadczeń Autorka wyciągnęła wnioski istotne zarówno z punktu widzenia naukowego jak i możliwości zastosowania uzyskanych wyników w praktyce.

Na podstawie badań i własnych doświadczeń Doktorantka stwierdziła, że najskuteczniejszą metodą ograniczania wykwitów jest usunięcie mobilnych kationów sodu poprzez sezonowanie geopolimerów przez 28 dni w warunkach wodnych. Stwierdziła jednocześnie, że dodatek cementów glinowo-wapniowych G40 i G80 wpływa istotnie na wzrost wytrzymałości na ściskanie geopolimertów, natomiast dodatek TiO_2 znacząco obniża tę wytrzymałość. Dodatki w postaci TiO_2 oraz cementów G40 , G80 opóźniają powstawanie wykwitów, natomiast nie zapobiegają im.

3. Poprawność redakcyjna rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska pani mgr inż. Anny Stefańskiej składa się z sześciu rozdziałów, spisu literatury zawierającego 52 pozycje, rozprawa zawarta jest na 112 stronach tekstu. Analiza literatury, którą Autorka przedstawiła w dwu pierwszych rozdziałach (na 20 stronach) jest opracowana syntetycznie i zawiera przegląd wszystkich istotnych czynników, które mogą wpływać na powstawanie wykwitów. W trzeci rozdziale Doktorantka przedstawiła tezy pracy. Rozdział czwarty zawiera opis materiałów i metod badawczych, zestawienie i omówienie wyników doświadczeń własnych Autorka przedstawiła w rozdziale piątym. Wnioski są zawarte w rozdziale szóstym. Lista wykorzystanych pozycji literaturowych liczy 52 pozycje i jest wystarczająca dla przedstawienia istoty rozwiązywanego problemu badawczego. Układ pracy, szata graficzna, styl są poprawne.

4. Uwagi krytyczne

Autorka przedstawiła zestawienie wyników własnych badań (str. 28-105 pracy), ich omówienie jest dość lakoniczne, w przyszłych publikacjach dobrze byłoby rozwinąć analizę wyników zwracając uwagę na ich korelacje.

Również przedstawione wnioski, aczkolwiek w pełni poprawne wymagają bardziej szczegółowego opisanie.

W trakcie obrony chciałbym prosić Doktorantkę o ustosunkowanie się do następującej uwagi:

Zapisy zawarte w normie PN-EN 1338 „Betonowa kostka brukowa. Wymagania” stanowią, że „ewentualne wykwitki nie mają szkodliwego wpływu na właściwości użytkowe kostek brukowych i nie są uważane za istotne”.

Nie oznacza to jednak, że nie należy podejmować działań technologicznych w kierunku ograniczania występowania wykwitów węglanowych na powierzchni elementów betonowych.

5. Ocena końcowa

Przedstawiona przez panią mgr inż. Annę Stefańska rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego oraz wykazuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktorantki w dyscyplinie naukowej Inżynieria Materiałowa oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej.

Stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska spełnia warunki określone w art. 13.1 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) i wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Krakowskiej w Krakowie o dopuszczenie mgr inż. Anny Stefańskiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Barbara Tota