

Dr hab. Małgorzata Ulewicz, prof. PCz
Politechnika Częstochowska

Recenzja rozprawy doktorskiej mgra inż. Adama Chlebosia

pt.: „Kształtowanie właściwości cementowo-polimerowych zapraw uszczelniających”

1. Podstawa wykonania recenzji

Recenzję sporządzono na podstawie umowy o dzieło zawartej z Uniwersytetem Bielsko-Bialskim, której podstawą była uchwała nr 85/35/II/2023/2024 Rady Dyscypliny Naukowej *Inżynieria Materiałowa* Uniwersytetu Bielsko-Bialskiego z dnia 3 października 2024 roku. Promotorem recenzowanej rozprawy jest Pan dr hab. inż. Waław Brachaczek, prof. UBB.

2. Aktualność przedmiotu rozprawy

Tematyka rozprawy doktorskiej pt. „Kształtowanie właściwości cementowo-polimerowych zapraw uszczelniających” autorstwa mgr. inż. Adama Chlebosia dotyczy zastosowania dodatków pochodzących głównie z materiałów odpadowych, takich jak granulowany żużel wielkopiecowy, popiół lotny i pył krzemionkowy, a także materiału naturalnego (zmielony wapń), do wytwarzania cementowo-polimerowej zaprawy uszczelniającej. Wykorzystanie odpadów może znacząco przyczynić się do ograniczenia zużycia surowców naturalnych oraz redukcji emisji CO₂, wpisując się w założenia gospodarki o obiegu zamkniętym.

Zaprawy cementowo-polimerowe są szczególnie cenione w nowoczesnym budownictwie za zdolność łączenia trwałości cementu z elastycznością i wodoszczelnością, które zapewniają dodatki polimerowe. Do ich głównych zalet należą: doskonała wodoszczelność, elastyczność ograniczająca ryzyko pęknięć, łatwość aplikacji oraz dobra odporność chemiczna (np. na środki czyszczące, wodę chlorowaną czy sole). Materiał ten powinien charakteryzować się dobrą przyczepnością, umożliwiającą aplikację na różnych podłożach, takich jak beton, cegła czy kamień. Pomimo licznych zalet, zaprawy cementowo-polimerowe mają swoje ograniczenia, co sprawia, że wciąż poszukuje się nowych receptur o lepszych właściwościach i szerszym zakresie zastosowań. Poszukiwanie innowacyjnych rozwiązań wynika z dynamicznego rozwoju budownictwa, wyższych wymagań technicznych

oraz rosnącej świadomości ekologicznej inwestorów. Dzięki prowadzonym badaniom możliwe jest opracowanie bardziej efektywnych, trwałych i przyjaznych środowisku materiałów, które odpowiadają na współczesne potrzeby branży budowlanej. Biorąc pod uwagę systematyczny wzrost zainteresowania nowymi materiałami budowlanymi oraz zaostrzenie wymagań w zakresie ochrony środowiska, podjęta tematyka rozprawy dobrze wpisuje się w aktualne kierunki badań i oczekiwania przemysłu.

3. Charakterystyka struktury recenzowanej pracy

Rozprawa doktorska „Kształtowanie właściwości cementowo-polimerowych zapraw uszczelniających” ma charakter badawczy, a jej struktura jest szczegółowo zaplanowana i podzielona na logiczne części, które obejmują zarówno teoretyczne tło, jak i praktyczne badania. Praca obejmuje: streszczenie, wstęp, przegląd literaturowy, cel i przyjęte tezy rozprawy, część doświadczalną (część materiałową, przygotowane i skład próbek zapraw uszczelniających, metodykę badań), wyniki badań i ich dyskusję, praktyczne aspekty dotyczące zapraw uszczelniających, wnioski, bibliografię oraz spis tabel i rysunków. Ponadto praca - w rozdziale 15- zawiera wykaz publikacji naukowych Doktoranta oraz innych jego osiągnięć, takich jak udział w konferencjach, realizowane projekty i uzyskane patenty. Rozdział ten ma charakter informacyjny i nie podlega ocenie w procedurze nadania stopnia doktora.

Podział treści pracy jest zgodny ze standardami przyjętymi dla rozpraw doktorskich, jednak nazewnictwo rozdziałów w części doświadczalnej jest niepotrzebnie zbyt rozbudowane (np. rozdział „6 – Część materiałowa” można by uprościć do „6. Materiały”, a rozdział „7 – Przygotowanie i skład zapraw uszczelniających” do „7. Przygotowanie próbek”). Praca liczy łącznie 139 stron, z czego 135 stanowi rozprawę, a 4 strony poświęcono opisowi osiągnięć publikacyjnych i patentowych Autora. Zawiera 49 rysunków oraz 11 tabel, a także ich spis (rozdziały 13 i 14), starannie opracowany pod względem edytorskim. Rozdziały pracy 1 i 2 obejmują streszczenie w języku polskim i angielskim. W rozdziale 3 – wstęp (str. 12-14) Doktorant podkreślił wyraźnie nowoczesność i praktyczne zastosowanie badanych materiałów oraz wskazał znaczenie hydroizolacji w zabezpieczaniu obiektów przed szkodliwym działaniem wody, zwłaszcza w częściach podziemnych i cokołowych. W rozdziale 4 – przegląd literatury (str. 15–45) przedstawiono szeroki zakres zagadnień, od podstawowych mechanizmów zawilgocenia murów po specyficzne wymagania normowe dla materiałów hydroizolacyjnych. Szczegółowo omówiono wpływ wilgoci na degradację budynków, materiały wykorzystywane do wykonywania izolacji przeciwwilgociowych oraz

rolę i wymagania normowe stawiane zaprawom uszczelniającym. W tym punkcie Autor przedstawił aktualny stan wiedzy, zidentyfikował luki w literaturze i uzasadnił potrzebę dalszych badań, które podejmuje w swojej rozprawie. W rozdziale 5 – cel i przyjęte tezy rozprawy (str. 46), Doktorant zdefiniował jasno cel badawczy, sformułował trzy tezy oraz przedstawił zakres badań eksperymentalnych. W rozdziale 6 – część materiałowa (str. 47-50) i 7 – przygotowanie i skład próbek zapraw uszczelniających (str. 51-54), Doktorant opisał używane w badaniach materiały oraz proces przygotowania próbek do badań eksperymentalnych. Niestety, nie podano informacji o producentach użytych materiałów i odpadów, a opis ich właściwości oraz składu chemicznego jest bardzo ograniczony, w szczególności użytych polimerów i odpadów. W rozdziale 8 – metodyka badań (str. 55-69), Doktorant opisał metodykę planowanych badań, tj. pomiar konsystencji, wodoszczelności, przyczepności do podłoża, zdolności do mostkowania pęknięć, mikrostruktury, porowatości po kondycjonowaniu w komorze starzeniowej oraz odkształcalności poprzecznej. Metodyka badawcza opisana została poprawnie, chociaż nie podano producentów używanych urządzeń i ich dokładności. W rozdziale 9 – wyniki badań i dyskusja (str. 70-110), Doktorant przedstawił na wykresach i w tabelach wyniki swoich badań wraz z pogłębioną analizą uzyskanych rezultatów. W rozdziale 10 – "Praktyczne aspekty dotyczące zapraw uszczelniających" (str. 111-116), Autor przedstawił szczegółową instrukcję przeprowadzania procesu hydroizolacji z wykorzystaniem cementowo-polimerowych zapraw uszczelniających. Opis obejmuje przygotowanie podłoża, dobór odpowiednich technik aplikacji oraz metod kontroli jakości wykonania. Rozdział ten stanowi cenne uzupełnienie wiedzy teoretycznej o praktyczne wskazówki, integrując zagadnienia z zakresu materiałoznawstwa, technologii budowlanej oraz inżynierii środowiska. Autor podkreśla konieczność uwzględnienia specyfiki podłoża oraz zmiennych warunków atmosferycznych, co czyni rozdział szczególnie przydatnym zarówno dla praktyków, jak i badaczy zajmujących się problematyką hydroizolacji. Rozdział 11 – wnioski (str. 117-119) zawiera podsumowanie kluczowych rezultatów badań, podkreślając ich znaczenie zarówno dla rozwoju nauki, jak i praktycznych zastosowań. W rozdziale przedstawiono 17 szczegółowych wniosków, jednak brak jednoznacznego wskazania rekomendowanej receptury zapraw pozostawia pewien niedosyt. W rozdziale 12 - bibliografia, znajduje się wykaz cytowanej literatury, który obejmuje 137 pozycji, z których 43 pozycje to prace nowe, opublikowane po 2014 r. w recenzowanych czasopismach naukowych, co stanowi 31% wszystkich cytowanych pozycji. Cytowana literatura jest adekwatna do tematyki rozprawy

i właściwie dobrana, co potwierdza, że Doktorant dobrze orientuje się w obecnym stanie wiedzy z zakresu wytwarzania zapraw cementowo-polimerowych.

Podsumowując, układ pracy pod względem kolejności omawianych zagadnień jest prawidłowy, a zagadnienia opisane zostały w sposób poprawny. Przejrzysta struktura pracy umożliwia kompleksowe zrozumienie tematyki i zastosowanie uzyskanych wyników w praktyce inżynierskiej. Rozdziały są spójnie powiązane, prowadząc od wstępnej analizy problemu aż po konkretne wnioski i praktyczne rekomendacje odnośnie przeprowadzania zabiegu hydroizolacji.

4. Ocena merytoryczna rozprawy

Recenzowaną dysertację można umieścić w głównym nurcie badań rozwoju materiałów kompozytowych z wykorzystaniem materiałów odpadowych. Podjęta w rozprawie przez Pana mgr inż. Adama Chlebosia tematyka jest z naukowego punktu widzenia, a także praktycznego bardzo aktualna i ważna. W pracy jasno został określony w rozdziale 5 cel badawczy sprowadzający się do opracowania uniwersalnej receptury jednokomponentowej cementowo-polimerowej zaprawy uszczelniającej przeznaczonej do wykonywania pionowych i poziomych izolacji przeciwwilgociowych i przeciwwodnych z wykorzystaniem dodatków mineralnych. Mocną stroną rozprawy, obok trafnego wyboru tematyki, jest również interesujący i ambitny program badań doświadczalnych, obejmujący niezwykle czasochłonne testy. Lektura pracy świadczy o doskonałym przygotowaniu teoretycznym Doktoranta oraz jego dojrzałości i umiejętnościach w zakresie prowadzenia badań eksperymentalnych. Za główny wkład Doktoranta w rozwój dyscypliny naukowej Inżynieria Materiałowa uważam:

a) określenie wpływu dodatku pięciu różnych polimerowych modyfikatorów (zarówno w postaci wodnej dyspersji, jak i proszków redyspergowalnych) na właściwości zapraw tj. konsystencja, szczelność, przyczepność, zdolność zaprawy do mostkowania pęknięć;

b) określenie wpływu zastąpienia części cementu materiałami odpadowymi, takimi jak granulowany żużel wielkopiecowy, popiół lotny i pył krzemionkowy oraz materiałem naturalnym – zmielonym wapieniem – na właściwości zapraw cementowo-polimerowych (z udziałem polimeru na bazie kopolimeru etylenu i octanu winylu).

Przedstawiona do recenzji praca Doktoranta dobrze wypełnia lukę badawczą dotyczącą zastosowania wybranych odpadów przemysłowych i ich synergicznego działania z polimerem na bazie kopolimeru etylenu i octanu winylu (handlowa nazwa ZH3/CF/EVA). Opracowana receptura cementowo-polimerowej zaprawy może znaleźć zastosowanie w budownictwie jako uniwersalny materiał hydroizolacyjny, przyczyniając się do zwiększenia trwałości konstrukcji

i ochrony środowiska. Ponadto proponowana receptura i podejście badawcze wpisują się w koncepcję gospodarki o obiegu zamkniętym oraz redukcji emisji CO₂ w przemyśle budowlanym.

Dużo wątpliwości budzi podrozdział 9.1.6 dotyczący wpływu modyfikatora na mikrostrukturę zapraw. Przedstawione w tym rozdziale zdjęcia mikroskopowe na rys. 27 i 29 (zdjęcia SEM zapraw modyfikowanych polimerem ZH1/ASA w ilości 15% i 20% były opublikowane w pracy [4; rys. 6 i 8] w 2021 roku. Choć Doktorant jest współautorem tej publikacji, nie powołał się na nią w swojej rozprawie. Pozostałe zdjęcia przedstawione na rys. 28 i 30-33 w rozprawie doktorskiej również wykazują podobieństwa do tych z publikacji [4], mimo że odnoszą się do innych polimerów (rys. 28 w doktoracie odnosi się do związku ZH4/ORG/VAAc, a w [4; rys. 7] do ZH3/ORG/VAAc; rys. 30b w doktoracie odnosi się do związku ZH2/SA, a w [4, rys. 9b] do ZH2/CF/EVA; rys. 31a w doktoracie odnosi się do związku ZH3/CF/EVA, a w pracy [4; rys. 9a] do ZH2/CF/EVA; rys. 32 w doktoracie odnosi się do związku ZH5/VA/VeoVa, a w pracy [4; rys. 10a] do ZH4/VA/VeoVa; rys. 33 w doktoracie odnosi się do związku ZH5/VA/VeoVa, a w pracy [4, rys. 11] do ZH4/VA/VeoVa). Doktorant powinien jasno wskazać, które związki zostały faktycznie wykorzystane w badaniach przedstawionych w rozprawie, a które w publikacji [4]. Wyjaśnienie powinno zawierać powody wyboru tych samych lub analogicznych związków w różnych kontekstach badawczych. Jeżeli podobieństwa rysunków wynikają z błędów w oznaczeniu związków lub ich przyporządkowaniu, należy to wytłumaczyć i poprawić. Klarowność w tej kwestii jest kluczowa dla oceny oryginalności badań w zakresie wpływu polimerów na mikrostrukturę.

Wątpliwości recenzentki budzi również sposób przedstawienia i interpretacja wyników na rys. 21 i 23. Doktorant na rys. 21 i 23 nie przedstawił wyników, lecz jedynie prognozę wpływu zmiany ilości cementu oraz polimeru na wodoszczelność oraz przyczepność początkową zaprawy. Przedstawione rysunki nie zawierają naniesionych pozycji zrealizowanego eksperymentu, w związku z czym nie wiadomo, które fragmenty mają charakter wiarygodnej predykcji, a które są tylko niezbyt wiarygodną ekstrapolacją. W pracy nie zamieszczono wskaźnika determinacji R^2 , który pozwoliłby oszacować poziom związku między danymi eksperymentalnymi i prognozowanymi oraz postaci wzoru modelu. Z wykresów można jedynie przypuszczać, że przedstawione zależności oparto na wielomianie drugiego stopnia. Brakuje jednak analizy wariancji proponowanego modelu, co uniemożliwia ocenę istotności składników modelu oraz stopnia jego dopasowania do danych eksperymentalnych; brak tej informacji nie pozwala ocenić czy w modelu nie występuje

overfitting oraz artefakty obliczeniowe związane z ewentualnie nieistotnymi składnikami modelu. Doktorant nie zamieścił oceny zgodności reszt modelu z rozkładem normalnym, zatem nie jest możliwa ocena zasadności stosowania metody najmniejszych kwadratów do wyznaczenia modelu predykcyjnego. Wskazane byłoby, aby Doktorant uzupełnił te braki w przyszłych badaniach lub przedstawił dodatkowe analizy wspierające zaproponowany model.

Dodatkowo poza tymi istotnymi kwestiami, wyjaśnienia/doprecyzowania wymagają następujące zagadnienia:

- a) dlaczego zastosowano dodatek materiału w nietypowej ilości - w wysokości 26% masy części stałych przy określaniu receptury (tabela 7), zamiast przeliczyć go na 25%, co byłoby logiczne w zestawieniu z wartościami 15 i 20%;
- b) jakie rzeczywiście włókna były używane PE czy PP? Autor pisze, że stosuje włókna polipropylenowe, ale w pracy używa skrót FPE (*ang.* Fibers of Polyethylene) odnoszący się w literaturze naukowej do włókna wytworzonego z polietylenu;
- c) dlaczego badania mikrostruktury powierzchni i przełomów wytwarzanych zapraw nie powiązano bardziej szczegółowo z praktycznymi właściwościami użytkowymi, takimi jak odporność na wodę czy trwałość w rzeczywistych warunkach;
- d) praca nie porusza kosztów produkcji i wdrożenia modyfikowanych zapraw na szeroką skalę, co jest kluczowe z perspektywy zastosowań przemysłowych. Warto jednak odpowiedzieć na pytanie, czy zastosowanie surowców odpadowych rzeczywiście przyniesie korzyści ekonomiczne na tle konwencjonalnych materiałów, czy mamy tutaj jedynie aspekt ekologiczny.

Wymienione elementy wskazują na potencjalne obszary do poprawy, które mogłyby zwiększyć uniwersalność i praktyczne znaczenie pracy. Uwzględnienie tych aspektów mogłoby uczynić wyniki bardziej kompleksowymi i atrakcyjnymi dla szerszego grona odbiorców, zarówno w środowisku naukowym, jak i przemysłowym.

5. Uwagi szczegółowe dotyczące strony formalnej i językowej pracy

Rozprawa doktorska napisana została poprawną polszczyzną, chociaż nie udało się Autorowi uniknąć drobnych błędów edytorskich i interpunkcyjnych. W pracy znalazło się również kilka niefortunnych lub dyskusyjnych sformułowań, braków i stylistycznych błędów technicznych, tj.:

- a) str. 89 jest „...uogólniony skład (zaprawy) zamieszczono w tabeli 7”; ale tabela 7 na str. 53 nie przedstawia uogólnionego składu a jedynie proporcje mieszanin zapraw

dwukomponentowych z udziałem dyspersji polimerowych. Jaki jest wobec tego skład zapraw badanych w tym podrozdziale?

- b) str. 39 jest „proces wiązania i twardnienia wapna powietrznego” a powinno być „proces wiązania i twardnienia wodorotlenku wapnia (można podać wapna gaszonego lub spoiwa wapiennego powietrznego). Określenie „wapno powietrzne” jest stosowane w języku technicznym, budowlanym, ale w języku naukowym, dla większej precyzji warto używać bardziej szczegółowych i zgodnych z nomenklaturą chemiczną terminów;
- c) na rys 21 i 23 brakuje jednostek w opisie osi X i Y;
- d) str. 42 jest „strukturalna jednostka VeoVa”. Pojęcie „VeoVa” odnosi się do winylowych estrów kwasów tłuszczowych (*ang.* Vinyl Esters of Versatic Acid), które są specyficznymi monomerami stosowanymi w chemii polimerów. Związki te różnią się długością i strukturą łańcucha alkilowego wchodzącego w skład grupy estrowej. Wybór odpowiedniego monomeru VeoVa zależy od wymagań technicznych produktu końcowego. Dlatego należy precyzyjnie podawać o jakim związku piszemy. Większe i bardziej rozgałęzione łańcuchy alkilowe zwiększają hydrofobowość i elastyczność, ale mogą nie być idealne w aplikacjach wymagających twardości czy odporności mechanicznej;
- e) str. 43 jest „mechanizm adsorpcyjny, charakteryzujący działanie eteru skrobi...” Jakiego eteru - hydroksypropyloskrobii, hydroksyetyloskrobii czy innego? Należy podać jakiego, gdyż istnieje wiele rodzajów eterów skrobi, różniących się strukturą chemiczną i właściwościami, co wynika z różnych modyfikacji, jakim poddaje się skrobię;
- f) str. 47 - podany w tabeli 3 skład chemiczny wynosi 97,68%, mineralny 96,5% – a co z resztą?
 - a) str. 50 podany w tabeli 5 skład chemiczny zastosowanych dodatków mineralnych (łącznie ze stratami prażenia) różni się od 100%. Wynosi on odpowiednio: 95,33% dla popiołu lotnego krzemionkowego, 96,36% dla wapnia naturalnego, 100,15% dla pyłu krzemianowego oraz 101,39% dla żużla wielkopieczowego. Co mogło spowodować taką rozbieżność w wynikach analizy chemicznej?
 - b) str. 47 w tabeli 4 należało podać normy w oparciu, o jakie wykonano badania;
 - c) jak jest celowość podawania rozkładu wielkości ziaren w kruszywie betonu z normy (str. 56)?; czemu nie podano czy użyte materiały spełniały te wymagania;

- d) cytując prace wieloautorskie nie podajemy wszystkich autorów, a jedynie pierwszego i skrót wsp. (str 42 i inne);
- e) str. 48 - wskazane byłoby podanie informacji o producencie używanych polimerów. Największym producentem w tej branży jest firma Hexion Inc, jednak istnieje możliwość, że zastosowane związki pochodziły od innego dostawcy, co determinuje czystość; warto byłoby to sprecyzować.

Krytyczne uwagi zawarte w tym punkcie recenzji nie umniejszają wartości merytorycznej ani ogólnie pozytywnej oceny rozprawy doktorskiej. Ich celem jest jedynie zwrócenie uwagi na pewne nieścisłości i niedociągnięcia w pracy, co może okazać się pomocne Autorowi w przyszłości przy opracowywaniu artykułów naukowych na ten temat.

6. Podsumowanie

Reasumując, należy podkreślić, że Pan mgr inż. Adam Chleboś w pełni opanował zaawansowane techniki pomiarowe, przeprowadził szeroko zakrojone i kompleksowe badania, a także uzyskał oryginalne i wartościowe wyniki. Recenzowana rozprawa doktorska stanowi innowacyjne podejście do problematyki efektywnego projektowania i kształtowania cementowo-polimerowych zapraw uszczelniających z wykorzystaniem materiałów odpadowych. Lektura dysertacji dowodzi, że Autor posiada rozległą wiedzę w obszarze Inżynierii Materiałowej oraz potwierdza jego umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Uwagi krytyczne zawarte w niniejszej recenzji nie umniejszają wartości merytorycznej rozprawy. Stanowią sugestie, które mogą być pomocne w dalszym rozwoju naukowym Autora.

Podsumowując, uważam, że przedstawiona rozprawa doktorska spełnia wymagania określone w art. 13 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. z 2016 r., poz. 882) i wnoszę o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

