

## Recenzja

### **rozprawy doktorskiej mgra inż. Łukasza Krysiaka pt. „Wpływ składu i obciążenia mieszanek nieprzepalonego łupka przywęglowego i dennego popiołu fluidalnego na ich pęcznienie”**

#### **1. Podstawa formalna opracowania recenzji**

Podstawę opracowania recenzji stanowią:

- pismo Przewodniczącego Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka z dnia 19.05.2022 o numerze RND-IŚGiE/51/2022 informujące o powołaniu mojej osoby na recenzenta rozprawy Pana mgra inż. Łukasza Krysiaka,
- umowa o dzieło na recenzję doktorską,
- rozprawa doktorska mgra inż. Łukasza Krysiaka pt. „Wpływ składu i obciążenia mieszanek nieprzepalonego łupka przywęglowego i dennego popiołu fluidalnego na ich pęcznienie” Politechnika Warszawska, Warszawa 2022.

#### **2. Ogólna charakterystyka pracy**

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska pt. „Wpływ składu i obciążenia mieszanek nieprzepalonego łupka przywęglowego i dennego popiołu fluidalnego na ich pęcznienie” realizowana przez Pana mgra inż. Łukasza Krysiaka na Politechnice Warszawskiej. Promotorem rozprawy jest prof. dr hab. inż. Zbigniew Kledyński, a promotorem pomocniczym dr hab. inż. Agnieszka Machowska.

Rozprawa podlegająca recenzji składa się z dwóch części: studium literaturowego i części doświadczalnej. Dopełnieniem jest także rozdział zawierający przedmiot, cel, tezy i zakres pracy, a także wnioski, spis literatury, streszczenie w języku polskim i angielskim oraz cztery załączniki. Rozprawa bogata jest w tabele, zdjęcia, zdjęcia skaningowe oraz rysunki.

Praca liczy 299 stron, przy czym część literaturowa stanowi około 20% całości pracy, pozostała to część doświadczalna co nadaje pracy zdecydowanie badawczy charakter. W spisie literatury Autor przytacza 179 pozycji. Wykorzystane źródła literaturowe to w połowie pozycje anglojęzyczne. W zdecydowanej większości są to pozycje opublikowane po 2000 roku. Zdażają się także cytowania pozycji sięgających datą publikacji do lat 60-tych czy 70-tych ubiegłego wieku.

### 3. Ocena rozprawy

Oceniana rozprawa rozpoczyna się od wstępu, po którym zostaje nakreślony przedmiot, cel, tezy i zakres rozprawy. Według recenzenta lepszym miejscem na zaprezentowanie powyższego byłby koniec części literaturowej (po rozdziale 6). Wtedy podanie zakresu, celu i tez byłoby swoistym łącznikiem pomiędzy tym, co w obszarze pęcznienia analizowanych mieszanek zapisano już w literaturze, a tym na czym polega zamysł badawczy Doktoranta.

Analiza stanu wiedzy w zakresie dotyczącym tematyki rozprawy zawiera się w rozdziałach 3-6. Autor przechodzi od charakterystyki odpadów górnictwa węgla kamiennego i popiołów z kotłów fluidalnych przez możliwości ich zagospodarowania, aż do stanu wiedzy związanego z pęcznieniem mieszanek łupka i popiołu.

Studium literaturowe odzwierciedla dynamikę z jaką spotykamy się w rozwoju nowoczesnych materiałów inżynierskich, szczególnie tych pozwalających na zachowanie zasad gospodarki obiegu zamkniętego, bo wykorzystujących odpady generowane w różnych gałęziach przemysłu (górnictwo czy energetyka). Mgr inż. Łukasz Krysiak jasno określił niepełny stopień rozpoznania właściwości mieszanek łupkowo – popiołowych, szczególnie w zakresie wpływu zmiennych właściwości składowych tych mieszanek, struktury ich ziaren czy nasiąkliwości.

Napisanie rzetelnego studium literaturowego wymagało od Doktoranta zacięcia w poszukiwaniu i doborze informacji. Dało także wyraz jego ugruntowanej wiedzy w zakresie problematyki podejmowanej w rozprawie doktorskiej. Jest to także efekt pracy w profesjonalnym zespole, pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Zbigniewa Kledyńskiego, zajmującym się od wielu lat na Politechnice Warszawskiej wykorzystaniem odpadów z energetyki i górnictwa w aplikacjach inżynierskich.

Wol

Badania własne, ich rezultaty i dyskusja wyników zaprezentowane zostały w ośmiu rozdziałach części doświadczalnej. Autor zapoznaje czytelnika z planem badań, metodyką oraz materiałami badawczymi. Czyni to bardzo szczegółowo. Dla porządku i ułatwienia analizy rozprawy spis próbek ujmuje pomysłowo w postaci 3 tabel i podaje je jako rozdział 9.

Na 38 stronach rozdziału 11 przedstawia rezultaty otrzymane w wyniku analizy właściwości mieszanek łupka nieprzepsanego i popiołu dennego z fluidalnego spalania paliw. Wyniki dotyczą głównie zmiany objętości mieszanek, ich właściwości fizycznych i chemicznych, obserwacji makro i mikroskopowych. Na uwagę zasługuje fakt realizacji mnogości badań i przeprowadzonych eksperymentów. Na kolejnych 30 stronach rozdziału 12 dokonuje gruntownej dyskusji wyników swoich badań. Czyni to w sposób bardzo szczerzy, podkreślając i te elementy założonego planu badawczego, które się nie powiodły, bądź nie przyniosły oczekiwanych rezultatów. W ocenie recenzenta to cenna umiejętność badacza, by nie omijać sprytnie tego co było zaskoczeniem w cyklu badawczym lub gdy rezultaty są trudne do wytłumaczenia. Zdaniem opiniującego, zamieszczone w tym rozdziale wyniki badań, mają duży potencjał publikacyjny w renomowanych czasopismach naukowych.

Rozdział 13 rozprawy to w opinii Recenzenta jeden z jej poważnych walorów. Autor pokusił się o sięgnięcie do obszaru wiedzy wykraczającego poza dyscyplinę w jakiej wszczęto przewód doktorski. Wykorzystał bowiem wiedzę z zakresu modelowania matematycznego i w taki sposób uzupełnił niejako lukę wynikającą z braku badań polowych. Podał modelowaniu matematycznemu pęcznienie mieszanek łupkowo-popiołowych. Wziął pod uwagę nie tylko pęcznienie, naprężenia, wpływ niejednorodności budowli wykonanych z mieszanek odpadów i poddawanych zmiennym w czasie wpływom wilgoci, ale także oparł swoje rozważania o dwa różne modele nasypów (nasyp o przekroju trapezowym i nasyp wewnątrz ścian oporowych).

Część eksperymentalną wieńczą wnioski szczegółowe, a także te odnoszące się do tezy rozprawy. I tu również Autor nie przemilczał tych aspektów tezy pomocniczej, które nie do końca zostały potwierdzone, a szczególnie dotyczyły możliwości ograniczenia pęcznienia mieszanek i wpływu tego zjawiska na wykorzystanie materiału do budowli nasypów komunikacyjnych czy wałów przeciwpowodziowych.

Mgr inż. Łukasz Krysiak zauważa potencjał w rozwoju obranego obszaru badawczego i w podrozdziale 14.3 wyznacza sobie ambitne kierunki dalszych badań.

Temat podjęty przez Doktoranta jest niewątpliwie aktualny i wart dogłębnych analiz i eksperymentów. Autor podjął się długookresowych badań pęcznienia mieszanek łupka czarnego i dennego popiołu fluidalnego.

Materiały te pochodzą z najbardziej odpadotwórczych przemysłów w Polsce (górnictwa i energetyki) i wciąż poszukiwane są metody ich skutecznego zagospodarowania. Stanowią potencjalne źródło surowców do produkcji materiałów inżynierskich, w tym budowlanych. Ze względów techniczno – ekonomiczno – środowiskowych oraz aplikacyjnych połączenie tych odpadów powinno zostać dogłębnie zbadane.

Odpady te powstają w milionach ton rocznie w Polsce, co z jednej strony jest źródłem surowca np. dla drogownictwa, ale z drugiej strony zmienność składu chemicznego oraz właściwości fizycznych jest źródłem wielu komplikacji i niepowodzeń w stosowaniu tych odpadów w aplikacjach inżynierskich.

Ze względu na zmienność cech nie doczekały się także norm, które usankcjonowałyby ich zastosowanie np. w przemyśle cementowym, tak jak ma to miejsce chociażby dla popiołów lotnych krzemionkowych.

Podjęta tematyka badawcza wychodzi naprzeciw potrzebom współczesnej technologii opartej na gospodarce obiegu zamkniętego. Substytucja surowców naturalnych przez uboczne produkty przemysłowe wpisuje się w filozofię zrównoważonego rozwoju. Poza tym rozwój budownictwa, drogownictwa i konstrukcji hydrotechnicznych powoduje wzrost konsumpcji zasobów, a co za tym idzie chęć poszukiwania substytutów, które pozwalałyby na zachowanie ekonomiczności inwestycji we wspomnianych branżach. Stąd wszelkie badania, które wskazują na możliwość zwiększonego stosowania odpadów jako wartościowych materiałów przemysłowych, zyskują na atrakcyjności.

Poza tym, w opinii recenzenta, pogłębianie kryzysu energetycznego obserwowane obecnie, urabianie i spalanie paliw gorszej jakości przyczyni się do znacznego wzrostu zarówno łupka przywęglowego jak i popiołów pochodzących z fluidalnego spalania paliw.

Stąd poszukiwanie rozwiązań na ich techniczne i technologiczne użycie będzie przybierało na wartości. Mieszanki tych odpadów mogą stanowić podstawę bazy surowcowej dla drogownictwa i budowli hydrotechnicznych. Niestety połączenie tych odpadów skutkuje także wieloma nierozwiązanymi problemami ograniczającymi ich użycie. Jednym z takich ograniczeń zajął się mgr inż. Łukasz Krysiak.

W swoich rozważaniach podał nie w pełni rozpoznane i nietypowe właściwości mieszanek łupkowo-popiołowych, takie jak: obawy o wymywanie zanieczyszczeń do środowiska, wrażliwość na cykliczne zamrażanie i rozmrażanie, niska wytrzymałość, zmiany w uziarnieniu mieszanek, wysoki współczynnik filtracji czy rozpuszczalności. Nade wszystko jednak zajął się problematyką pęcznienia mieszanek, z uwzględnieniem mechanizmów je powodujących.

Wskazał także na niedostatki wiedzy w tym obszarze.

Problem pęcznienia mieszanek został w pracy opisany z dużą dokładnością. Doktorant uwzględnił m.in. to, że:

- łupek czarny sam w sobie narażony jest na pęcznienie m.in. poprzez mechanizmy absorpcji powierzchniowej wody na powierzchni kryształów minerałów ilastych i sorpcji w mikroporach drobin węglowych oraz wielu przemian chemicznych zachodzących w strukturze łupka m.in. w procesach utleniania siarczków do siarczanów i co za tym idzie m.in. krystalizacji gipsu;
- ziarna łupka są silnie porowate, a ich kanalikowa struktura ułatwia migrację cieczy;
- popiół denny z fluidalnego spalania paliw jest bogaty w anhydryt, stanowiący źródło siarczanów, co skutkować może powstawaniem gipsu i ettringitu – kryształów będących inicjatorami procesu pęcznienia;
- istotą procesu pęcznienia mieszanek może być przede wszystkim reakcja popiołu i wody;
- obecność wody podczas procesu przeróbki węgla z uzyskaniem łupka oraz podczas procesu sporządzania mieszanek i w miejscu ich wbudowania, sprzyja dostępowi wody, a co za tym idzie systematycznemu dostarczaniu do materiału czynnika powodującego pęcznienie.

Szczególne uwagę mgr inż. Krysiak położył na makro i mikrostrukturę mieszanek, czemu dał wyraz wyposażając pracę bogato w zdjęcia z badań z użyciem mikroskopii skaningowej.

Doktorant wykazał się umiejętnością formułowania zadania badawczego, precyzowania tematu, stawiania celu. Rozprawa dowodzi, że Pan Łukasz Krysiak potrafi stawiać sobie ambitne zadania i poszukuje ich rozwiązań. Posłużył się także właściwymi metodami naukowymi przy realizacji zadań badawczych. Część z nich to metody znane, ale zostało także zastosowane oryginalne podejście badawcze w postaci modelowania matematycznego.

Wnioski wyciągnięte ze zrealizowanych badań są szczerze, logiczne i szczegółowe, lecz pozostawiają pewien niedosyt - szczególnie w obszarze propozycji aplikacji mieszanek

łupkowo-popiołowych. Praca ma charakter kompleksowy, ale jest też bardzo obszerna. Rozprawa jest napisana bardzo dobrym językiem, a jej strona estetyczna jest na wysokim poziomie. Niemal nie znajduje się w niej literówek czy błędów stylistycznych, które w naturalny sposób przecież obniżałyby jej walory.

#### 4. Uwagi krytyczne i dyskusyjne

Poniżej przedstawione zostały uchybienia, uwagi krytyczne lub dyskusyjne, które nasuwają się po analizie tekstu rozprawy przedstawionej do recenzji.

1. Opisane w rozprawie badania są rozwinięciem programu badawczego realizowanego na Politechnice Warszawskiej od wielu lat, które udokumentowane zostały m.in. w pracy cytowanej pod numerem [68]. Doktorant na stronie 62 tekstu rozprawy wskazuje na obszary na jakie nie znaleziono wówczas odpowiedzi (czyli do 2017 roku). Proszę o wskazanie czy i w jakim zakresie nie udało się wciąż odpowiedzieć na przedstawione tam zagadnienia.
2. Plan badawczy oparto w głównej mierze na doświadczeniach zespołu, cytowanych w pracy [68], co podkreślono w podrozdziale 6.3. Proszę o wskazanie innych źródeł literaturowych (jeśli takowe istnieją), które podnosiły wątpliwości co do mechanizmów pęcznienia mieszanek łupkowo-popiołowych. Na jakich innych doświadczeniach poza pracą [68], przyjmowane były założenia do planu eksperymentu i założeń teoretyczno – praktycznych badań nad pęcznieniem mieszanek łupkowo – popiołowych?
3. W rozdziale 2 zaprezentowano przedmiot, cel, tezy i zakres rozprawy. Zdaniem recenzenta brakuje w tym rozdziale nieco konsekwencji. Jeśli cyt.: „celem rozprawy nie jest rozpoznanie przydatności materiału do zastosowań w inżynierii, takie analizy przeprowadzane były i są przy okazji uzyskiwania Aprobac/Ocen Technicznych.” to nieco zbędne jest zdaniem recenzenta ogłaszanie tezy pomocniczej cyt.: „możliwe jest ograniczenie pęcznienia mieszanki do pewnej akceptowalnej wartości poprzez odpowiednie ustalenie jej składu i/lub ograniczeń ekspozycyjnych” i dalsze jej potwierdzanie lub obalanie nawet we wnioskach (str. 200) do których zastosowań mogłyby się nadawać mieszanki.
4. Zdaniem recenzenta właśnie badania nad praktycznym użyciem takich mieszanek byłyby bardzo ciekawym elementem pracy. Być może stanowisko polowe,

odwzorowujące w mniejszej skali przyjęte w rozdziale 13 modele (nasyp o przekroju trapezowym i nasyp wewnątrz ścian oporowych) dałoby odpowiedzi na przyjętą tezę pomocniczą.

5. Ciekawą, z punktu widzenia inżynierii środowiska, byłaby również ocena wpływu na środowisko mieszanek łupkowo-popiołowych. Jako, że mamy do czynienia z odpadami o zmiennych właściwościach i składzie, a także z mieszanekmi zmieniającymi swoje właściwości w czasie oraz co bardzo istotne porowatymi i ułatwiającymi migrację cieczy (poprzez np. istnienie kapilar), to w przypadku ich ekspozycji mogłoby się okazać, że takie mieszanki wpływają niekorzystnie na środowisko naturalne poprzez wymywanie związków niebezpiecznych, w tym metali ciężkich.

Autor podkreśla ważność tego zjawiska m.in. na stronie 162, ale także umieszcza je w spisie kierunków dalszych badań. Recenzent docieka jednak w tym miejscu czy chociażby niewielkie próby oceny wpływu aplikacji mieszanek w środowisku się odbyły i czy są jakieś ich pierwsze wyniki?

6. Na stronach 155 i 156 podano, iż w mieszankach łupek – popiół może dochodzić do powstawania dobrych warunków do bytowania bakterii. Nie podano źródła literaturowego tego stwierdzenia. Proszę podać jakie mogą wystąpić skutki dla mieszanki w wyniku występowania szczepów *Ferrobacillus* i *Thiobacillus*.
7. W podrozdziale 12.7.4 Doktorant przedstawia interesującą koncepcję pre-sezonowania mieszanek przed ich wbudowaniem jako proces ograniczający pęcznienie. Jak w praktyce inżynierskiej mógłby wyglądać sposób utrzymania pożądanej wilgotności materiału pre-sezonowanego? Autor przedstawia tu także krótką i jak sam twierdzi wyidealizowaną teorię co do ograniczenia odkształcenia. Zdaniem recenzenta popełnia także błąd w prezentacji wyników na wykresie 12.15. Z tekstu można wnioskować, że wyniki eksperymentu zebrano po 5, 10 i 20 dniach testu. Na analizowanym wykresie wydaje się jakoby tych wyników były setki, gdyż poprowadzono linię ciągłą pomiędzy 3 wynikami.
8. Dyskusyjne jest modelowanie numeryczne pęcznienia mieszanek łupkowo-popiołowych zakładające jedynie pęcznienie „autogeniczne”, w budowlach w których mieszanki będą w praktyce poddawane dopływowi wód z różnych kierunków. Czy nie dało się tego uniknąć?

Przedstawione uwagi krytyczne i dyskusyjne mają stać się przyczynkiem do dyskusji, a nie umniejszają w żaden sposób zaprezentowanych osiągnięć Pana mgra inż. Łukasza Krysiaka dotyczących pęcznienia mieszanek dennych popiołów fluidalnych i nieprzepalonego łupka przywęglowego.

## 5. Podsumowanie i wniosek końcowy

Recenzowana rozprawa doktorska Pana mgra inż. Łukasza Krysiaka pt. „Wpływ składu i obciążenia mieszanek nieprzepalonego łupka przywęglowego i dennego popiołu fluidalnego na ich pęcznienie” wykonana pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Zbigniewa Kledyńskiego stanowi, moim zdaniem, wartościowe osiągnięcie naukowo – badawcze, o istotnym znaczeniu w przyszłościowych aplikacjach inżynierskich.

Stworzony przez Autora program badawczy, zamysł realizacyjny, otrzymane efekty i wyniki, przekonywująca i szczerza analiza osiągniętych rezultatów dają obraz dojrzałej postawy Pana mgra inż. Krysiaka jako samodzielnego badacza.

Wyciągnięte wnioski na podstawie przeprowadzonych eksperymentów zostały sformułowane poprawnie i potwierdzają osiągnięcie zadeklarowanego na wstępie celu rozprawy.

Praca ma duży potencjał poznawczy, ale także jest niezwykle inspirująca, gdyż otwiera nowe kierunki badawcze.

Rozprawa mieści się w zakresie dyscypliny Inżynieria Środowiska jak i nowopowstałej dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka.

Praca zawiera elementy nowości, które najogólniej można scharakteryzować jako:

- zaprojektowanie unikalnych składów mieszanek łupkowo-popiołowych wraz z określeniem zmian ich pęcznienia pod wpływem obciążenia,
- dobór metody modelowania pęcznienia mieszanek łupkowo-popiołowych wspomagających praktyczną aplikację.

Biorąc pod uwagę wartość naukową, bardzo szeroki zakres wykonanych prac doświadczalnych i sposób ich naukowej interpretacji proponuję wyróżnienie rozprawy.



Na podstawie przeprowadzonej analizy stwierdzam, że przedłożona mi do recenzji praca doktorska spełnia wymagania obowiązującej ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. 2017, poz. 1789). Tym samym wnioskuję o dopuszczenie jej do publicznej obrony przed Radą Naukową Dyscypliny Inżynieria Środowiska Górnictwo i Energetyka na Politechnice Warszawskiej.

A handwritten signature in blue ink that reads "Anna Król". The signature is written in a cursive, flowing style.

Opole, 14.07.2022