

Dr hab. inż. Janusz KONKOL, prof. PRz
Zakład Inżynierii Materiałowej i Technologii Budownictwa
Wydział Budownictwa, Inżynierii Środowiska i Architektury
Politechnika Rzeszowska
Al. Powstańców Warszawy 6
35-959 Rzeszów
e-mail: janusz.konkol@prz.edu.pl

Rzeszów, 2.12.2024 r.

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Martyny Janek

pt.: „Inteligentne bionanomateriały w betonach samonaprawczych”

1. Podstawa opracowania recenzji

Podstawą formalną opracowania recenzji jest pismo Zastępcy Przewodniczącego ds. postępowań awansowych Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Politechniki Lubelskiej, dr. hab. inż. Tomasz Lipeckiego, prof. PL, z dnia 23 października 2024 r. (RDNILGiT - 14/2024), informujące o powołaniu mnie przez Radę Dyscypliny Naukowej Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Politechniki Lubelskiej Uchwałą nr 2024/X/02 z dnia 23 października 2024 r. na recenzenta rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Martyny Janek.

2. Przedmiot recenzji

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska pt. „Inteligentne bionanomateriały w betonach samonaprawczych” opracowana przez mgr inż. Martynę Janek. Promotorem pracy jest prof. dr hab. inż. Wojciech Franus, a funkcję promotora pomocniczego w przewodzie doktorskim pełni dr Adam Pyzik.

3. Charakterystyka pracy

Rozprawa doktorska, przedłożona w wersji zwartej, liczy wraz z załącznikiem 233 strony. W jej skład wchodzi 110 rysunków (w tym 31 w Załączniku) oraz 46 tablice (w tym 27 w Załączniku). Przytoczono w niej 12 norm oraz 215 pozycji literaturowych, w tym 2 współautorstwa Doktorantki.

Rozprawa składa się zasadniczo z czterech części:

- 1) **Wstępu**, w którym Autorka próbuje umiejscowić podjętą w dysertacji doktorskiej tematykę samonaprawialności kompozytów z matrycą cementową przy użyciu bakterii mineralizujących na tle innych metod naprawczych, wskazując aspekty proekologiczne zastosowanej metody, wpisujące się w koncepcję zrównoważonego rozwoju w budownictwie i zwiększającej trwałość tych materiałów. Autorka definiuje tu również pojęcie betonu samonaprawiającego, co następnie rozwija w kolejnym rozdziale 2.
- 2) **Przeglądu literatury (rozdział 2)**, na bazie którego Doktorantka szczegółowo przedstawiła dotychczasowe wyniki badań dotyczących samonaprawialności kompozytów o matrycy

cementowej, ze szczególnym zwróceniem uwagi na metody oparte na procesach mikrobiologicznego wytrącania węglanów w obecności wybranych szczepów bakterii. Dokonuje usystematyzowania stosowanego nazewnictwa oraz przedstawia mechanizmy, główne czynniki warunkujące procesy i determinujące zdolność materiału do samonaprawiania, jak również dokonuje klasyfikacji szczepów bakterii stosowanych w biologicznych środkach naprawczych i sposobów ich aplikacji oraz przeprowadza charakterystykę mineralogiczną powstających podczas procesów krysztalów węglanowych, jak również opisuje metody badawcze wykorzystywane do oceny efektywności mikrobiologicznego procesu naprawy, w tym odzysku właściwości mechanicznych.

3) **Części doświadczalnej (rozdziały 3 do 9)**, obejmującej w pierwszej kolejności postawienie tezy badawczej oraz wyznaczenie celów pracy (rozdział 3), następnie opis planu badań (rozdział 4) i zastosowanych metod badawczych, w tym sposobu przygotowania próbek (rozdział 5), charakterystykę użytych składników zapraw i betonów oraz materiału naprawczego (formy przetrwalnikowe bakterii wraz z roztworami składników odżywczych i prekursorów reakcji, cementu, nośników bakterii, kruszywa oraz zbrojenia rozporoszonego) (rozdział 6). W rozdziale 7 zestawiono wyniki badań wraz z ich analizą. Łącznie ta część rozprawy obejmuje 122 strony i jest wnikliwym opracowaniem zmierzającym do osiągnięcia postawionych celów i udowodnienia tezy pracy.

4) **Podsumowanie i wnioski** końcowe zawarto w **rozdziale 10**.

Rozprawa zawiera również typowe elementy jak: spis treści, wykaz oznaczeń skrótów i symboli, streszczenie w języku polskim i angielskim, zestawienie bibliografii, spis tabel i rysunków oraz załącznik, stanowiący zbiór dodatkowych tabel i rysunków prezentujących wyniki analiz statystycznych. Spis tabel i rysunków Recenzent uważa za zbędny w pracach o takim charakterze, co potwierdziła sama Autorka nie dokonując takiego zestawienia w ramach załącznika.

4. Ocena doboru literatury

Doktorantka w pracy wykorzystała bardzo obszerną literaturę (łącznie 215 pozycji bibliograficznych). W większości przypadków przywołania odpowiednio dobrane. Problemy pojawiają się w przypadku wiedzy ogólnej, powszechnie znanej, co uwidacznia się już przy pierwszym powołaniu na literaturę (str. 14, dot. Poz. [1]). Wiedza w tym zakresie nie wymagała powołania, tym bardziej na artykuł przeglądowy z 2019 roku. W takiej sytuacji, ewentualnie przywoływanie powinny dotyczyć pozycji źródłowej, nie zaś artykułu przeglądowego.

Poważnym utrudnieniem dla czytelnika w analizie literatury jest brak zestawienia w kolejności alfabetycznej, tym bardziej zestawienia rozpoczynającego się w przypadku każdej pozycji od inicjałów autora a nie nazwiska.

Nie można tego przestawić jako zarzut, jednak w sposób naturalny nasuwa się pytanie czy poza wieloma ośrodkami zagranicznymi, na co wskazuje analiza literatury, nie ma ośrodków w kraju podejmujących podobne problemy badawcze?

5. Ocena celowości podjętego tematu oraz trafności sformułowanej tezy rozprawy

Materiały samonaprawiające się to materiały inteligentne, czyli materiały, które w wyniku wystąpienia bodźców z otoczenia zmieniają swoje własności. Zmiana ta następuje w sposób kontrolowany. Idea samonaprawiających, inteligentnych materiałów jest wyzwaniem dla naukowców i jednym ze sposobów usuwania lub minimalizacji defektów struktury powstałych na skutek oddziaływania zewnętrznego, a jednocześnie zapobiegania przed zniszczeniem, wydłużając czas eksploatacji i żywotności materiału. Najbardziej spektakularne rozwiązania dotyczące materiałów samonaprawiających się dotyczą tworzyw sztucznych i jak na razie są nie

osiągalne w przypadku materiałów o matrycy cementowej, co potwierdza celowość prowadzenia badań w tym zakresie oraz wpływa na oryginalność podjętego przez Autorkę tematu.

Podjęte w rozprawie zagadnienie należy uznać za istotne zarówno ze względu naukowego, jak i utylitarne, a zakresie tworzenia inteligentnych materiałów naprawczych również ekonomiczno-ekologicznego. Doktoranta dobrze umiejscowiła sformułowaną w temacie problematykę w świetle potrzeb i dotychczasowych osiągnięć w kwestii betonów samonaprawialnych wskazując kierunki badań własnych, zmierzające do opracowania technologii betonów samonaprawiających, w tym przypadku modyfikacji polegającej na zastosowaniu biologicznych środków naprawczych otrzymanych na bazie ureolitycznego szczepu bakterii *Bacillus subtilis*, składników odżywczych oraz prekursorów reakcji wytrącania.

Podsumowując podjęcie tej tematyki uważam za uzasadnione i potrzebne.

Tytuł rozprawy, jak i jej treść zasadniczo odzwierciedla zamierzenia Doktorantki. Pod dyskusję można jedynie poddać tłumaczenie tytułu pracy na język angielski. Czy zamiast określenia „self-healing”, stosowanego w przypadku materiałów samoleczących, nie powinno być użyte określenie „self-repairing” wskazujące na materiały samonaprawiające. Choć, jak potwierdzają między innymi tytuły prac zestawionych w spisie bibliografii w tym zakresie występuje jeszcze dowolność. Jednak, jak i sama Doktorantka zaznacza i bardzo skrupulatnie się tego trzyma w tekście rozprawy, istnieje zdecydowana różnica między pojęciem samoleczenia a samonaprawy materiału.

W oparciu o przeprowadzoną analizę literatury Autorka sformułowała jedną tezę pracy: *„Biologiczne środki naprawcze przygotowane na bazie ureolitycznego szczepu bakterii Bacillus subtilis w obecności odpowiednich prekursorów reakcji i składników odżywczych mogą być skuteczną metodą zaleczenia spękań w kompozytach cementowych”*. Z uwagi na postawiony problem badawczy jest ona oczywistą konsekwencją. Recenzent uważa ją za właściwą. Doktorantka bardzo skrupulatnie i przemyślane dąży w pracy do udowodnienia postawionej tezy, wielokrotnie w tekście pracy celowo stosując użyte w tezie określenie „biologiczne środki naprawcze”.

6. Ocena merytoryczna pracy

Recenzowana rozprawa, zwłaszcza część badawcza, wskazuje jednoznacznie na dobrze opanowany przez Doktorantkę warsztat badawczy, jak również umiejętność wykorzystania wysublimowanych technik badawczych, analizy danych i wnioskowania.

Część studialną pracy, liczącą 39 stron, można uznać za właściwą. Poza wnikliwym przedstawieniem stanu wiedzy w zakresie samonaprawiających kompozytów o matrycy cementowej Doktorantka dokonuje własnej oceny, w tym także krytycznej, co w pracach naukowych jest jak najbardziej zasadne.

W tej części rozprawy dokonano zdefiniowania pojęć naprawy autogenicznej i autonomicznej, przedstawiono rys historyczny stosowania bakterijskich środków naprawczych opartych o procesy mikrobiologicznego wytrącania węglanów (MICP), opisano możliwe mechanizmy wytrącania węglanów wapnia z uszeregowaniem ich według możliwych ścieżek, charakteryzując szczegółowo najczęściej badane i prezentowane w literaturze dotyczące kompozytów o matrycy cementowej (hydroliza mocznika, denitryfikacyjna oraz metaboliczna konwersja związków organicznych), zdefiniowano czynniki warunkujące proces mikrobiologicznego wytrącania węglanu wapnia (MICP), dokonano charakterystyki mineralogicznej powstających w procesie MICP kryształów węglanowych, zestawiono i opisano szczepy bakterii zdolne do wytrącania węglanu wapnia stosowanych w kompozytach o matrycy cementowej, poruszono zagadnienie wpływu środowiska kompozytu na bakterie oraz znaczenie składników odżywczych i prekursorów reakcji, opisano metody aplikacji bakterii w kompozytach o matrycy cementowej oraz omówiono wymagania i metody oceny efektywności mikrobiologicznego procesu samonaprawy.

W części studialnej Autorka zwraca szczególną uwagę na powstawanie szkodliwych dla środowiska produktów ubocznych reakcji w zależności od ścieżki mikrobiologicznego wytrącania węglanów, a w tym kontekście na potrzebę szczegółowej analizy ich wpływu na środowisko. Możliwe związki szkodliwe to: amoniak, tlenki azotu czy toksyczny gaz H_2S . Jednocześnie dokonuje szczegółowego opisu wybranych trzech ścieżek hydrolizy mocznika, denitryfikacji oraz metabolicznej konwersji związków organicznych. W pierwszej kolejności wskazuje na najczęściej wybieraną przez badaczy ścieżkę mikrobiologicznego wytrącania węglanu wapnia, ścieżkę hydrolizy mocznika. Jako ścieżkę o stosunkowo małej złożoności i przede wszystkim łatwej do kontrolowania o największej efektywności precypitacji węglanu wapnia w krótkim czasie. Doktorantka wskazuje także na pożądaną obecność enzymu ureazy jako katalizator. Jego brak powoduje spowolnienie procesu. Negatywnym skutkiem procesu hydrolizy mocznika jest powstawanie amoniaku oraz spowolnienie tego procesu w niskich temperaturach. Ścieżka denitryfikacji dedykowana jest kompozytom o matrycy cementowej z uwagi na procesy wytrącania węglanu wapnia przy udziale bakterii odbywające się w warunkach beztlenowych. Główną zaletą trzeciej z omówionych ścieżek (metabolicznej konwersji związków organicznych) jest brak tworzenia szkodliwych produktów ubocznych, jednakże wykorzystywane w tym przypadku mikroorganizmy wymagają dużej podaży tlenu, co przy zastosowaniu w kompozytach o matrycy cementowej jest dużym ograniczeniem.

Kolejna dyskusja merytoryczna podjęta w tym rozdziale dotyczyła zdefiniowania czynników warunkujących proces mikrobiologicznego wytrącania węglanu wapnia (MICP) oraz jego możliwych form, jak również odmiennego wpływu powstających produktów na parametry kompozytów o matrycy cementowej. Poza stężeniem jonów wapniowych, stężeniem rozpuszczonego węgla nieorganicznego, pH systemu oraz dostępności miejsc zarodkowania, jako czynników warunkujących proces, Doktorantka w ślad za doniesieniami literaturowymi dodaje gatunek bakterii i ich stężenie, temperaturę otoczenia oraz charakter i właściwości materiału w środowisku, w którym ten proces zachodzi. Ważną z podjętych w pracy kwestii jest również wpływ warunków panujących wewnątrz kompozytu o matrycy cementowej na żywotność mikroorganizmów (naprężenia wewnątrz matrycy, temperatura i środowisko alkaliczne, małe rozmiary porów, spadek wilgotności, ograniczony dostęp tlenu). Jako jedno ze sposobów zwiększenia żywotności komórek bakteryjnych w matrycy Autorka podaje stosowanie środków napowietrzających, powodujących wytworzenie pustych przestrzeni dostępnych dla mikroorganizmów. Zabezpieczenie komórek bakterii od alkalicznego środowiska może być natomiast osiągnięte przez ich impregnowanie na materiałach porowatych. Zwiększenie żywotności mikroorganizmów wymaga również stosowania składników odżywczych i prekursorów. Składniki te jednak w znacznym stopniu mogą wpływać na właściwości matrycy cementowej. Nie bez znaczenia jest również metoda aplikacji bakterii do kompozytów o matrycy cementowej. Temu zagadnieniu poświęciła Autorka podrozdział 2.10. W podrozdziale 2.11 podjęto także zagadnienie oceny efektywności mikrobiologicznego procesu samonaprawy opisując stosowane metody i techniki.

Część studialna pracy, rozdział 2. zatytułowany *Przegląd literatury* zasługuje na uznanie. Jest to kompendium uporządkowanej wiedzy z zakresu podjętej tematyki. Widać tu nie tylko pomysł ale skrupulatność Autorki w opracowaniu i sposobie podawania informacji źródłowych.

Niedosyt pozostawia jednak brak podsumowania tej części pracy, zwłaszcza w kontekście sformułowanej w kolejnym rozdziale tezy pracy.

W rozdziale 3. Doktorantka sformułowała jedną tezę pracy „*Biologiczne środki naprawcze przygotowane na bazie ureolitycznego szczepu bakterii *Bacillus subtilis* w obecności odpowiednich prekursorów reakcji i składników odżywczych mogą być skuteczną metodą zalecenia spękań w kompozytach cementowych*” oraz jeden cel nazwany jako zasadniczy, który „*obejmował ocenę wpływu poszczególnych składników biologicznych środków naprawczych oraz warunków środowiska, na efektywność procesu mikrobiologicznego wytrącania węglanów oraz możliwość zalecenia spękanych kompozytów cementowych jego produktami.*”. Poza celem zasadniczym Doktorantka sprecyzowała 5 celów dodatkowych:

- „1. Ocena efektywności immobilizacji bakterii *B. subtilis* na czterech materiałach stanowiących nośniki dla mikroorganizmów – diatomicie, haloizycie, zeolicie popiołowym NaP1 oraz ultraczystym zeolicie NaX,
2. Optymalizacja składu roztworu składników odżywczych dla mikroorganizmów oraz prekursorów procesu wytrącania węglanów, zarówno w symulowanych warunkach kontrolowanych, jak i w środowisku kompozytu cementowego,
3. Szczegółowe wyjaśnienie wpływu czynników warunkujących proces MICP (m.in. stężenie jonów wapnia oraz rozpuszczonego węgla nieorganicznego, pH, obecność mikroorganizmów, właściwości materiału, w środowisku którego zachodzi proces) na jego efektywność w obecności wybranego szczepu bakterii,
4. Ocena wpływu składników środków naprawczych oraz wybranych ich połączeń na parametry zapraw i betonów,
5. Ocena efektywności odzyskania parametrów wytrzymałościowych i transportowych oraz wypełniania spękań zniszczonych kompozytów cementowych produktami procesu mikrobiologicznego wytrącania węglanów.”

Część badawczą, o klasycznym układzie, rozpoczyna plan badań (rozdział 4), podzielony na zasadnicze trzy etapy. Etap I to badania wstępne, w których skład wchodziło przygotowanie i charakterystyka materiałów stosowanych jako biologiczne środki naprawcze, w tym synteza zeolitu popiołowego NaP1 i zeolitu ultraczystego NaX, charakterystyka nośników diatomitu, haloizytu, zeolitu NaP1 i zeolitu NaX, przygotowanie endospor bakterii szczepu *Bacillus subtilis*, jak również wybór metody immobilizacji bakterii na nośnikach oraz optymalizację składu roztworu składników odżywczych dla mikroorganizmów i prekursorów reakcji. Ten etap przewidywał przeprowadzenie szeregu badań w zakresie charakterystyki nośników oraz optymalizacji składu roztworu składników odżywczych oraz prekursorów wytrącania (m. in.: uziarnienia (dyfrakcja laserowa), XRD, XRF, SEM+EDS, określenia punktu zerowego ładunku materiałów, gęstości właściwej, określenia wpływu nośników na wytrzymałość na ściskanie zapraw cementowych, współczynnika zmniejszenia powierzchni rys, wytrącania węglanów w warunkach kontrolowanych, określenia teoretycznych mas wytrączanych węglanów). W etapie II wykonano i przebadano 15 zapraw cementowych o zróżnicowanej zawartości nośników, bakterii, składników odżywczych i prekursorów wytrącania oraz zaprawę odniesienia. Próbkę poddano wstępnemu zniszczeniu, a następnie przetrzymywano je w wodzie lub roztworze składników odżywczych i prekursorów wytrącania. Dla tak przygotowanych zapraw określono wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu, wytrzymałość na ściskanie, współczynnik odzyskania wytrzymałości na ściskanie, współczynnik zmniejszenia powierzchni rys, współczynnik odzyskania odporności na przepuszczalność wody, odporność na penetrację jonów chlorkowych oraz przeprowadzono badania SEM wraz z EDS. Etap III dotyczył wykonania i badań trzech betonów, dwóch zawierających biologiczne środki naprawcze oraz betonu odniesienia bez nich. Betony poddano badaniom wytrzymałości na ściskanie, mrozoodporności, głębokości penetracji wody, odporności na krystalizację soli, określono ich gęstość pozorną, wyznaczono współczynnik absorpcji wody, jak również przeprowadzono, w podobnym zestawie jak dla zapraw, wyznaczanie parametrów obrazujących stopień samonaprawy. Dodatkowo próbki poddano symulacji zmiennych warunków środowiskowych poddając je następnie badaniu wytrzymałości na ściskanie oraz oznaczeniu zawartości powietrza.

Stosowane metody badawcze i procedury przygotowania próbek oraz procedurę impregnacji nośników bakteriami, jak również zakres analizy statystycznej wyników badań opisano szczegółowo w rozdziale 5. Recenzent uważa jednak, że informacje dotyczące składu zapraw i betonów, przyjętych oznaczeń poszczególnych serii powinny raczej znaleźć się w wyodrębnionym rozdziale/podrozdziale, a nie być częścią rozdziału *Metody badawcze*. Informacje zawarte w tego typu rozdziałach są ukierunkowane na wiedzę ogólną lub opis procedur normowych, zatem nie mających związku z wkładem własnym autora. Badania własne powinny w związku z tym nie być umieszczane w tego typu rozdziałach.

W rozdziale *Metody badań* Doktorantka zamieściła bardzo istotne informacje dotyczące badań własnych w zakresie przygotowania materiału oraz planu badań, między innymi: omówiono sposób otrzymywania dwóch z czterech użytych nośników (zeolitu popiołowego NaP1 i ultraczystego zeolitu NaX), podano jakimi dwiema technikami przeprowadzono impregnację nośników roztworem endospor bakterii, podano informacje o rodzaju wykonanych mieszanek zapraw, dzieląc je na pięć różnych mieszanek, referencyjną oraz cztery mieszanki ze zróżnicowanym udziałem nośników, użytych jako częściowy zamiennik cementu, w ilości 5, 10, 15 i 20% objętościowo. Łącznie, wraz z pozostałymi zmiennymi jak składniki odżywcze i prekursorów wytrącania oznaczono 7 serii takich jak: zaprawa zawierająca nośnik niepoddany impregnacji bakteriami (seria II), zaprawa zawierająca składniki odżywcze i prekursor wytrącania rozpuszczone w wodzie zarobowej (seria III), zaprawa zawierająca endospory bakterii *Bacillus subtilis* rozpuszczone w wodzie zarobowej (seria IV), zaprawa zawierająca składniki odżywcze i prekursor wytrącania oraz endospory bakterii *Bacillus subtilis* rozpuszczone w wodzie zarobowej (seria V), zaprawa zawierająca nośnik impregnowany endosporami bakterii *Bacillus subtilis* metodą impregnacji próżniowej (seria VI), zaprawa zawierająca nośnik impregnowany endosporami bakterii *Bacillus subtilis* metodą impregnacji próżniowej oraz składniki odżywcze i prekursor wytrącania rozpuszczone w wodzie zarobowej (seria VII). Serią I była zaprawa referencyjna.

Podano także założony stosunek wagowy spoiwa (względnie spoiwa + nośnik) do piasku i wody jako 1:3:0,5 oraz ilość zastosowanego zbrojenia rozporoszonego w postaci włókien polipropylenowych w ilości 0,5% masy spoiwa (nie wyjaśniono jak postępowano przy wymianie części cementu na nośnik). Co istotne wyjaśniono również przyjęty konwencję oznaczeń próbek. Analogiczne informacje podano w zakresie zaprojektowanych trzech mieszanek betonowych: BR – beton referencyjny (BR), beton zawierający diatomit impregnowany endosporami bakterii metodą impregnacji próżniowej (BD) oraz beton zawierający zeolit NaP1 impregnowany endosporami bakterii metodą impregnacji próżniowej (BZ), tabelarycznie zestawiając składy tych mieszanek na 1 m³. We wszystkich mieszankach użyto stałej ilości domieszki napowietrzającej.

W badaniach jako jedną z podstawowych informacji o skuteczności samonaprawy było określenie współczynnika zmniejszenia powierzchni rys. Z tego względu dyskusja na ten temat jest niezbędna. Z przedstawionej definicji współczynnik ten w uproszczeniu określał zmiany w czasie stosunku powierzchni obrazu zajętej przez pęknięcie do powierzchni całego analizowanego obrazu. Pierwszym krokiem procedury było skanowanie obrazów z rozdzielczości 1200 dpi. Przy takiej rozdzielczości jakie minimalne szerokości pęknięć mogą być wyróżniane na obrazie? Proces skanowania zależy bezpośrednio od rodzaju skanera, a w zasadzie od lampy skanera. Jak udowodniono i podano w literaturze w przypadku obrazów wieloodcieniowych i użyciu różnych skanerów uzyskiwane informacje o obrazie (wartość szarości pikseli) różniły się, a co za tym idzie obraz wejściowy do analizy jest innym, co przy zastosowaniu przekształcenia morfologicznego binaryzacji (w zastosowanej procedurze było wydzielenie z obrazu dwóch klas obiektów: pęknięcia i tła) może przełożyć się na inny ostateczny wynik. Niezależnym od skanera czynnikiem powodującym zaszumienie informacji na obrazie jest również rodzaj i intensywność oświetlenia w pomieszczeniu (sztuczne lub naturalne). Najprostszym sposobem eliminacji tego czynnika jest nakrycie podczas skanowania skanera wraz z próbką. Należy również mieć świadomość, że krawędzie pęknięcia, a zwłaszcza po procesie samonaprawy, są to niejednokrotnie miejsca „łagodnego zejścia” z odcieni szarości pikseli charakteryzujących tło do pikseli identyfikowanych jako pęknięcie, nie ma zatem wówczas prostych do interpretacji przypadków nieciągłości funkcji opisujących zmienności odcieni szarości pikseli w pewnym obszarze analizowanego obrazu. Utrudnia to określenie szerokości pęknięcia. Są to niekiedy zmiany nierozróżnialne wizualnie. Przy obrazach 8 bitowych możemy wyróżnić aż 256 odcieni skali szarości rozróżnianych przez komputer (od 0 – czarny do 255 – biały), gdy człowiek potrafi wyróżnić zaledwie kilkanaście z nich. Przy takich zagadnieniach tworzone są różne podejścia, w tym zastosowane w pracy wykorzystujące szeroko rozumiane uczenie maszynowe.

Zastosowanie takiego podejścia w pracy wymagało zagłębienia się w zagadnienia komputerowej analizy obrazu, co zasługuje na podkreślenia i bardzo pozytywną ocenę Recenzenta.

Ważnym elementem pracy jest szeroka analiza statystyczna wyników badań. Zakres analizy Autorka opisuje szczegółowo w podrozdziale 5.23. *Analiza statystyczna wyników badań*. Może zmiana tytułu na zakres analizy statystycznej wyników badań byłby bardziej adekwatny do zawartości tego podrozdziału, ale bezsprzecznie zawarte w nim informacje są cenne, a użycie testów i analiz statystycznych właściwe. Odpowiednio zastosowano procedury w zależności od normalności lub jej braku rozkładu zmiennej zależnej. Do oceny jednorodności wariancji zastosowano test Levene'a (przy małej liczebności wyników można było ewentualnie zastanawiać się nad bardziej efektywnym testem Browna-Forsythea; wyznaczenie bezwzględnego odchylenia wyników pomiarowych od mediany a nie średniej), przeprowadzono również szczegółową analizę reszt. Wyniki analiz statystycznych zostały dobrze udokumentowane w postaci załącznika dołączonego do tekstu pracy.

Rozdział 6 Autorka poświęciła charakterystyce użytych do badań materiałów. Scharakteryzowano preparat bakteryjny opisując proces jego tworzenia. Zestawiono tabelarycznie, w zależności od ścieżki wytrącania węglanów, stężenia substratów w badaniach optymalizacyjnych dotyczących składu roztworów składników i prekursorów reakcji. W przypadku oceny na podstawie współczynnika zmniejszenia powierzchni rys przygotowano 37 kombinacji roztworów, a w przypadku badania wytrącania osadów w warunkach kontrolowanych przygotowano 20 kombinacji roztworów. Użyto następujących związków chemicznych: mocznika, mleczanu wapnia, octanu wapnia, azotanu wapnia, azotanu magnezu, chlorku wapnia i chlorku magnezu. Przeprowadzono szczegółową analizę cementu oraz czterech nośników, obejmującą analizę składu fazowego, chemicznego, gęstości właściwej oraz rozkładu wielkości ziaren. Analizę porównawczą przeprowadzono w postaci graficznej i tabelarycznej (rys. 6.11 oraz tabele 6.2 i 6.3, str. 89). Podano również informacje dotyczącą zastosowanych kruszyw oraz użytych modyfikatorów (włókien i domieszki napowietrzającej).

Wyniki badań zamieszczono w trzech rozdziałach (7-9), odpowiednio do przyjętego podziału badań na trzy etapy. Oprócz wyników badań rozdziały 7-9 zawiera również ich analizę można było ten fakt uwzględnić w tytułach tych rozdziałów.

Etap I obejmował badania nośników. Na podstawie uzyskanych wyników określenia punktu zerowego ładunku materiałów wykazano, że w alkalicznym środowisku matrycy cementowej powierzchnie wszystkich nośników mogą działać jako miejsca zarodkowania mikroorganizmów, a obniżone pH roztworów w obecności nośników może przyczynić się do utrzymania komórek bakteryjnych przy życiu. Wykazano wpływ rodzaju i udziału nośników na wytrzymałość na rozciąganie przy zginaniu oraz na wytrzymałość na ściskanie. Ewentualny wzrost badanych właściwości zaobserwowano w przypadku obu zeolitów. Zastosowanie jako nośników diatomitu czy haloizytu wpływało negatywnie na obie wytrzymałości. Jednak z uwagi na pożądaną jak największy udział nośników ostatecznie do dalszych badań wybrano udział 10%, co Recenzent uważa za wybór zasadny. Ważnym elementem badań wstępnych była analiza żywotności bakterii immobilizowanych na nośnikach. Z uwagi na otrzymane wyniki do dalszych prac wybrano jedynie sposób przygotowania nośników przez impregnację próżniową, a nie przez zanurzenie. Ważną w kontekście dalszych etapów dyskusję przeprowadza Autorka w zakresie wyboru roztworów składników odżywczych i prekursorów wytrącania. Analizę przeprowadzono dla wybranego nośnika – diatomitu, na podstawie współczynnika zmniejszenia powierzchni rys. Największą wartość tego współczynnika (98,7%) uzyskano dla wariantu leczonego w roztworze zawierającym 0,33 M mocznika, 0,1 M mleczanu wapnia, 0,1 M azotanu wapnia i 0,1 M azotanu magnezu (ścieżka ureolityczna wspomagana ścieżką nieureolityczną (metaboliczna konwersja mleczanu wapnia) w obecności azotanu wapnia oraz magnezu). Analizę rozszerzono o analizę statystyczną. Między innymi wykazano istotny statystycznie wpływ efektów głównych modelu A (mocznik oraz związki wapnia) i modelu B (związki magnezu) na współczynnik zmniejszenia powierzchni rys. Analizę i wnioskowanie przeprowadzono dla granicznego poziomu istotności 0,05. Podobną analizę przeprowadzono w zakresie masy uzyskanych osadów. Istotnymi w każdym

z rozważanych wariantów był mocznik z działaniem pozytywnym oraz azotan magnezu, jednak o raz dodatnim a raz ujemnym wpływie.

Ostatnie dwa zagadnienia poruszone w rozdziale 7 dotyczyły określenia składu fazowego (XRD) i mikrostruktury produktów wytrącania (SEM+EDS). Najczęstszą identyfikowaną formą węglanu wapnia w każdym rozważanym wariantcie był kalcyt. W niektórych wariantach zaobserwowano także refleksy pochodzące od aragonitu i/lub waterytu. Cennym uzupełnieniem analiz XRD i EDS są zdjęcia mikrostruktur osadów wytrączanych w warunkach kontrolowanych, między innymi z wyraźnie widocznymi formami kryształów kalcytu, aragonitu oraz waterytu oraz mikrostruktur osadów wytrączanych w zalecanym pęknięciu z wyraźnie nieregularnymi strukturami krystalicznymi kalcytu oraz dominującego burcytu wskazującego na przewagę procesów abiotycznych.

Etap I badań kończy Podrozdział 7.8. *Podsumowanie badań wytrącania węglanów*, w którym Autorka na podstawie wyników przeprowadzonych badań i analiz dokonuje wyboru roztworu 0,25 M mocznika, 0,1 M azotanu wapnia oraz 0,25 M azotanu magnezu.

W ramach etapu II w pierwszej kolejności Autorka przeanalizowała wpływ przyjętych zmiennych na wytrzymałości na rozciąganie przy zginaniu oraz na wytrzymałość na ściskanie dla 16 serii zapraw. Przeanalizowano zaprawy podzielone na pięć grup: referencyjną (I), zawierającą surowe nośniki niepoddane impregnacji bakteriami (II), zawierającą roztwory składników odżywczych i prekursorów wytrącania, określanych jako roztwory naprawcze, oraz roztwory bakterii (III, IV, V), zawierającą nośniki impregnowane bakteriami (VI) oraz zawierającą jednocześnie nośniki impregnowane bakteriami i roztwory naprawcze (VII). Dalsze analizy dotyczyły wyznaczenia współczynnika odzyskania wytrzymałości na ściskanie, współczynnika zmniejszenia powierzchni rys, współczynnika odzyskania odporności na przepuszczalność wody oraz badania odporności na penetrację jonów chlorkowych i analizę mikrostruktury zapraw cementowych. Środki naprawcze zawarte w zaprawach cementowych wpłynęły na ich parametry wytrzymałościowe. W większości przypadków jednak ich wpływ na wytrzymałość na rozciąganie oraz ściskanie był negatywny. Stwierdzone ewentualne wzrosty nie można było podeprzeć analizą statystyczną jako istotne statystycznie. Doktorantka w podsumowaniu badań II etapu słusznie zwraca uwagę na poszukiwanie alternatywy dla równoważnych zapraw bez środków naprawczych. Uzyskując brak statystycznych różnic między wartościami średnich wybranych serii zapraw, a zaprawą referencyjną stwierdza, że: *„Z punktu widzenia aplikacji środków naprawczych jest to korzystna obserwacja, ponieważ celem badań nie była poprawa wytrzymałości zapraw, lecz opracowanie środków kompatybilnych z kompozytami cementowymi, które nie pogarszają ich właściwości.”*. Na podstawie analizy pozostałych wyników, a w szczególności analizy mikrostruktury przełamów spękań próbek poddanych leczeniu Doktorantka wskazała, że przy pęknięciach o szerokości około 300 µm naprawa była bardziej efektywna w przypadku pielęgnacji próbek w roztworze naprawczym.

III etap badań przeprowadzono na betonach. Obejmował on badania betonów wraz z wybranymi dwoma środkami naprawczymi: diatomitem jako nośnikiem zaimpregnowanym bakteriami lub zeolitem NaP1 również zaimpregnowanym bakteriami. Wyboru dokonano na podstawie badań zapraw przeprowadzonych w ramach II etapu, z uwzględnieniem możliwości aplikacyjnych. Roztwór naprawczy (mocznik 0,25 M, azotan wapnia 0,1 M, azotan magnezu 0,1 M) stosowano podczas pielęgnacji próbek wyłącznie zewnętrznie. Łącznie badania przeprowadzono na trzech betonach: referencyjnym (oznaczonym BR), zawierającym bakterie immobilizowane na diatomicie (BD) oraz zawierającym bakterie immobilizowane na zeolicie NaP1 (BZ). Poza badaniami betonów przeprowadzonymi analogicznie jak w przypadku zapraw analizy uzupełniono o badania betonów poddanych symulowanemu starzeniu. Przyjęto następujące warunki pielęgnacji: pielęgnacja na powietrzu, w komorze wilgotnościowej oraz w komorze wilgotnościowej z nasyceniem CO₂. W tej części badań Doktorantka wykorzystała możliwości ilościowego opisu mikrostruktury betonu z użyciem metod stereologicznych. Wykazano zmianę dwóch parametrów stereologicznych integralnych na skutek zabiegów naprawczych, takich jak: całkowita zawartość porów oraz zawartość porów o średnicy do 300 µm. Wyniki uzyskane w tym

zakresie badań są istotnymi z punktu widzenia skuteczności naprawy. Doktoranta, i to słusznie, wnioskuje o dynamicznych zmianach zachodzących w mikrostrukturze zaczynu cementowego i ich wpływie na zmianę porowatości. Wzrost liczności porów o średnicach do 300 μm , wyrażony jako ich objętość porów, tłumaczy zmianami zachodzącymi w obrębie większych porów, których średnica na skutek naprawy może zmniejszać się i w efekcie tego pory te klasyfikowane są już jako pory o średnicy do 300 μm . Szkoda, że analizy nie przeprowadzono również w obrębie liczności względnej porów i zmiany tego parametru na skutek zabiegów naprawczych. Nie skomentowano również w pracy wyników współczynnika rozmieszczenia porów, choć same wyniki zestawiono w załączniku (Tabela Z.27).

Podsumowując etap III badań Autorka wskazała na potrzebę dalszych badań, a uzyskane rezultaty nie wskazywały jednoznacznie na największą efektywność jednego wybranego wariantu.

Na podkreślenie zasługuje skrupulatność i wnikliwość wnioskowania Doktorantki. W wielu miejscach pracy Autorka przeprowadza dyskusję dotyczącą niejednokrotnie własnego toku myślowego popartego uzyskanymi wynikami we wcześniejszym etapie badań doprowadzając do ważnych ostatecznych wniosków i stwierdzeń wyjaśniających mechanizm naprawy. Dla przykładu (str. 176): „*Wcześniejsze badania wskazywały, że seria BZ wykazywała wzrost wytrzymałości względem BR, jednak spadek wytrzymałości w przypadku pielęgnacji na powietrzu jedynie z natryskiwaniem wodą oraz późniejsza pielęgnacja w wodzie/roztworze naprawczym może wskazywać na to, że zeolit impregnowany bakteriami jest skuteczny jedynie przy zapewnieniu stałego dostępu wody w początkowym okresie pielęgnacji.*”.

Całość rozprawy zamyka podsumowanie i wnioski wraz z podaniem kierunku przyszłych badań. Łącznie sformułowano 8 wniosków końcowych oraz wskazano 4 obszary przyszłych badań. Rozbudowania wymaga jednak wniosek 2, który w obecnej formie jest jedynie ogólnym stwierdzeniem, popartym doniesieniami literaturowymi. Co istotne, w nakreśleniu kierunków dalszego rozwoju własnego Doktorantka wskazuje jako czwarty obszar przyszłych badań potrzebę aplikacyjną badań, dotyczącą badań betonów w rzeczywistych warunkach eksploatacyjnych.

W całej pracy można zauważyć dążenie Autorki do pełnej oceny skuteczności procesów naprawczych. Jest to zamierzenie godne pochwały, pokreślenia i wyróżnienia, a przyjęte sposoby oceny efektywności inteligentnych bionanomateriałów do samonaprawy kompozytów o matrycy cementowej są adekwatne i odpowiednie do osiągnięcia zamierzonego celu dysertacji.

Jeszcze raz chciałbym podkreślić wybór przez Doktorantkę bardzo ambitnego tematu, i fakt osiągnięcia zamierzonego celu badań. Było to możliwe dzięki dobrze zaprogramowanemu programowi badań. Doktorantka wykazała również umiejętność wykorzystania własnego potencjału w badaniach naukowych, wykraczających poza ramy badań normowych.

Za autorskie, oryginalne elementy pracy, stanowiące o jej wysokiej wartości naukowej należy uznać:

- sprecyzowanie celów pracy i sformułowanie tezy, przeprowadzenie szerokiego zakresu badań wymagających interdyscyplinarnego przygotowania naukowego, wykraczającego niejednokrotnie poza ramy metod normowych, m. in. zastosowanie procedur opartych na komputerowym przetwarzaniu i analizie obrazu oraz uczenia maszynowego,
- podjęcie aktualnego zagadnienia badawczego, również wpisującego się w nurt proekologiczny i budownictwa zrównoważonego,
- istotne poszerzenie wiedzy naukowej z zakresu inteligentnych bionanomateriałów stosowanych do samonaprawy kompozytów o matryce cementowej. Uzyskane wyniki a przede wszystkim dogłębna analiza oraz wnioskowanie poparte szeroko zastosowanym aparatem statystycznym i solidnym warsztatem badawczym wnoszą istotny wkład w rozwiązanie postawionego problemu badawczego.
- rozwój wiedzy praktycznej z zakresu inteligentnych bionanomateriałów stosowanych do samonaprawy kompozytów o matryce cementowej oraz dostarczenie cennych danych

empirycznych umożliwiających i wyznaczających kierunek dalszych badań inteligentnych bionanomateriałów znajdujących zastosowanie w procesie samonaprawy kompozytów o matryce cementowej.

jak również

- wysoki poziom językowy i merytoryczny rozprawy,
- samodzielność w prowadzeniu badań i analizie wyników oraz rzetelność naukowa poparta wnioskowaniem statystycznym oraz umiejętność łączenia interdyscyplinarnych metod i narzędzi badawczych i wyciągania na podstawie uzyskanych wyników odpowiednio uzasadnionych wniosków.

Pani mgr inż. Martyna Janek jest także współautorką dwóch publikacji, w jednej z nich jest pierwszym autorem. Obie publikacje są na liście JCR o IF jednej z nich powyżej 4 i są bezpośrednio związane z tematyką dysertacji doktorskiej.

W związku z powyższym oraz wypełniając również wymagania zawarte w Uchwale Nr 2024/IV/02 Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Politechniki Lubelskiej z dnia 10 kwietnia 2024 roku w sprawie przyjęcia zasad wyróżniania rozpraw doktorskich w przewodach realizowanych w dyscyplinie inżynieria lądowa, geodezja i transport wnioskuję o wyróżnienie rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Martyny Janek.

7. Uwagi

Ogólna ocena pracy jest bardzo pozytywna. Podczas jej lektury nasuwają się pewne pytania i uwagi krytyczne o charakterze dyskusyjnym wymagające ustosunkowania się do nich Autorki pracy, których celem jest pokazanie wieloaspektowości i trudności podjętego zadania oraz doskonalenie warsztatu naukowego Doktorantki. Uwagi te nie obniżają wysokich walorów naukowych, warsztatowych i poznawczych pracy. Część uwag została zawarta we wcześniejszych punktach recenzji. Pozostałe uwagi zamieszczono poniżej.

Uwagi merytoryczne

- 1) Str. 14⁵. Błędnie użyta terminologia: „niska odporność na rozciąganie” – w tym miejscu jest mowa o wytrzymałości na rozciąganie. Określenia wytrzymałość i odporność nie mogą być stosowane wymiennie. Wytrzymałość betonu odnosi się do jego zdolności do przenoszenia obciążeń mechanicznych, a odporność betonu odnosi się do jego trwałości oraz zdolności do przeciwdziałania różnym czynnikom m. in. destrukcyjnym.
- 2) Zdaniem Recenzenta stosowane w pracy nazewnictwo wymaga wyjaśnienia. Stosowanie wymiennie określeń rysa i pęknięcie Autorka stosuje wymiennie ze zdecydowanie większą wagą tego pierwszego. Słownik Języka Polskiego PWN definiuje rysę między innymi jako: wyżłobiony ślad zrobiony czymś ostrym oraz pęknięcie, szczelina w skale, murze itp. Już w tym miejscu jest wskazanie na bardziej prawidłowe określenie nieciągłości w materiale jako pęknięcie. Jednocześnie w tym rozumieniu rys to jedynie wada powierzchniowa niesięgająca w głąb materiału.
- 3) Czy przeprowadzono analizę stosu okruszowego? W pracy przedstawiono jedynie krzywe uziarnienia dla piasku i kruszywa grubego (rysunki 6.12 i 6.13, str. 90). Na jakiej podstawie ustalono optymalną proporcję kruszywa grubego do drobnego wynoszącą 1,24?
- 4) Analizę składu ziarnowego cementu i nośników przeprowadzono w cieczy dyspergującej, którą był izopropanol. Z czego wynikał taki wybór środka dyspergującego czy użyto innych cieczy?

- 5) W jakim celu w opisie badania wodoprzepuszczalności betonu przywołano nieaktualną już normę PN-B - 06250 *Beton zwykły* z 1988 roku? Powołanie powinno być na normę PN-EN 12390-8:2019-08 *Badania betonu. Głębokość penetracji wody pod ciśnieniem*.
- 6) Czy analizowano wpływ oświetlenia w pomieszczeniu (sztuczne czy naturalne) na wyniki badań stereologicznych uzyskane przy zastosowaniu automatycznego systemu RapidAir 457?
- 7) Wyjaśnienia wymaga zdanie: „...z uwzględnieniem odstępstw dotyczących badania w różnych okresach pielęgnacji.”. O jakich odstępstwach Autorka miała na myśli?
- 8) Zapoznanie się z opisaną przez Autorkę na str. 74 pracy procedurą postępowania przy badaniach stereologicznych nasuwa kilka wątpliwości. Jak była liczebność badanych próbek? W jaki sposób szlifowano/polerowano próbki i наносzono kontrast? Czy była możliwość podczas szlifowania/polerowania wypełnienia porów pozostałościami matrycy po szlifowaniu?
- 9) Idea obliczania współczynnika rozstawu porów opisana w normie PN-EN 480-11 oparta jest na pewnych założeniach, zdefiniowanych przez jej twórcę Powersa. Najważniejsze z nich to ograniczenie bazy wyników w postaci zbioru cięciw przecinanych przez linie pomiarowe do cięciw o długości co najwyżej 4 mm. Ograniczenie tego zbioru bazy danych ma na celu wyeliminowanie „dużych” cięciw pochodzących głównie od porów technologicznych, których wystąpienie zdecydowanie wypacza informację o dystrybucji porów w betonie. Wartość współczynnika rozstawu porów, jako parametru stereologicznego lokalnego, pozwala na określenie potencjalnej mrozoodporności betonu lub jej braku. Jeżeli jednak podczas analizy nie zostaną wyeliminowane pory „duże” oraz ewentualne spękania uzyskany wynik współczynnika rozstawu porów będzie błędny.
- 10) W kilku miejscach pracy (m.in. str. 76, 78) Doktorantka wyjaśnia sposób wyboru próbek do badań, próbek uprzednio poddanych kontrolowanemu obciążeniu, do stałego przemieszczenia 0,7 mm, wywołującemu pęknięcie. Następnie z próbek wybrane zostały te, w których szerokość pęknięcia wynosiła $0,3 \text{ mm} \pm 10\%$. Jak proces eliminacji próbek niespełniających tego kryterium wpłynął na liczebność próbek do badań? Zastanawiające jest również czy przyjęcie stałego przemieszczenia (0,7 mm) w różnych przypadkach obciążenia i różnych rodzajach próbek (beleczki, pierścienie) było uzasadnione? Proszę o wyjaśnienie.
- 11) Norma PN-EN 206, jak również z nią związane, ściśle rozgraniczają pojęcie domieszka a dodatek. W myśl tych zapisów tytuł podrozdziału 6.6. *Dodatki do mieszanek kompozytów cementowych* jest niewłaściwy. Z uwagi na udział jednego i drugiego modyfikatora składu (włókna dozowane w ilości 0,5% m.c., domieszka napowietrzająca) są to domieszki.
- 12) Niejasne są wyjaśnienia zamieszczone na str. 92 pracy dotyczące zmiany sposobu uwzględniania w składzie zapraw nośników. Przy masowym podanym składzie zapraw, nośniki również w ten sam sposób powinny zostać uwzględnione. Jedynie byłby to mniejszy udział procentowy w stosunku do masy cementu. Tym bardziej, że właśnie tak, jak podała sama Autorka, czynili inni badacze (str. 93 *„Haloizyt był dotychczas proponowany jako składnik kompozytów cementowych w niewielkich ilościach, zwykle w granicach 1% – 3% masy cementu [186,187], dlatego trudno jednoznacznie odnieść uzyskane wyniki do tendencji opisanych w literaturze.”*). Wyeliminowałoby to wówczas problem z odniesieniem wyników badań własnych Doktorantki do opisanych w literaturze.
- 13) Str. 92-93. Stwierdzenia postaci: *„Chociaż zwiększenie zawartości haloizytu z 5% do 10% (serie 5 H i 10 H) spowodowało wzrost wytrzymałości na rozciąganie, różnice między seriami były stosunkowo niewielkie i zawierały się w granicach odchyłeń standardowych analizowanych serii oraz serii referencyjnej.”* powinny być formułowane w sposób bardziej precyzyjny. Jeżeli różnice są, jak stwierdziła Autorka, w granicach błędu standardowego to można podejrzewać, że test statystyczny równości średnich wykaże brak wpływu tego czynnika (tej zmiennej) na badany parametr. Nie wówczas ani wzrostu ani spadku.
- 14) Czy Autorka jest w stanie podać błąd oceny współczynnika zmniejszenia powierzchni rys?
- 15) Str. 136. Stwierdzenie *„Kompozyty cementowe są poddawane głównie obciążeniom ściskającym, dlatego wytrzymałość na ściskanie jest kluczowym kryterium oceny ich jakości.*

Wytrzymałość na rozciąganie, choć ważna, ma mniejsze znaczenie. Z tego powodu analizę statystyczną przeprowadzono jedynie dla wytrzymałości na ściskanie.” nie jest przekonujące.

Pracujące w matrycy cementowej kruszywo może powodować generowanie obszarów z naprężeniami rozciągającymi, co prowadzi do inicjacji mikropęknięć w stwardniałym zaczynie cementowym i strefie przejściowej kruszywo-zaczyn. Może być to kluczowe zjawisko mechanizmów osłabienia betonu pod obciążeniem ściskającym.

- 16) Str. 161. Do jakiego parametru odnoszą się podawane wartości wzrostów wynoszące 1823,5%, 1264,7 i 1141,2%?
- 17) Str. 163/164. Akapit *„Dodatek zeolitu impregnowanego bakteriami spowodował wzrost f_c o 2,5%, jednak zarówno wyniki serii BR, jak i BZ zawierały się w przedziałach odchylenia standardowego drugiej serii. Dodatek zeolitu NaP1 do betonu nie wykazał zatem istotnego wpływu na ten parametr. Z kolei wprowadzenie diatomitu do mieszanki skutkowało obniżeniem wytrzymałości na ściskanie o 11,7% w porównaniu z serią referencyjną. Mimo że wyniki badań wskazują na spadek wytrzymałości, diatomit, ze względu na swoje potencjalnie korzystne właściwości w matrycy cementowej, pozostaje materiałem wartym dalszych analiz.*”
- 18) Str. 165. Autorka nie odniosła się w swoich wynikach do jednego z kryterium osiągnięcia przez beton danego stopnia mrozoodporności. Pierwszy z warunków brzmi: próbki nie wykazują pęknięć. Dopiero dwa kolejne odnoszą się do spadku wytrzymałości i ubytku masy.

Pozostałe uwagi, w tym stylistyczne

- 1) Str. 14³. Formułowane przez Doktorantkę spostrzeżenia i stwierdzenia powinny być skonkretyzowane lub mieć znamiona naukowych a nie być jedynie ogólnikowe, jak w przypadku opisu dotyczącego betonu jako materiału budowlanego: *„Posiadają szereg właściwości umożliwiających ich szerokie zastosowanie”*.
- 2) Str. 16₇. Inne przykład: *„Zjawisko pękania materiałów cementowych jest zjawiskiem normalnym ...”* lub (str. 16₅₋₄) *„Spękania obecne w kompozytach cementowych stają się przyczyną przecieków ...”*.
- 3) Str. 16₅. *„... duża ilość, rozwartość i długość”*, oczywiście powinno być zbyt duża liczba.
- 4) Tytuły rozdziałów i podrozdziałów w pracy nie powinny się powtarzać. Tytuł podrozdziału 2.10.4.2 (str. 48) i 6.4 (str. 85) jest identyczne (*„Nośniki”*).
- 5) Norma PN-EN 206+A1:2016-12 została zastąpiona normą PN-EN 206+A2:2021-08 Beton -- Wymagania, właściwości użytkowe, produkcja i zgodność.
- 6) Między innymi (str. 145₁₂) zamiast *„... 90 % ...”* powinno być *„... 90% ...”*.
- 7) Między innymi (str. 33^{1,4}) zamiast *„... 35 °C”* i *„...30 °C”* powinno być *„... 35°C”* i *„...30°C”*.

ad 6) i 7) Te rodzaje błędów występują w wielu miejscach pracy, choć niekiedy ich zapis jest również poprawny. Zapis wartości wraz z „%” i „°C” jest wyjątkiem. Symbole te powinny występować po wartościach bez spacji.

- 8) Koniunkcja w języku potocznym odpowiada zasadniczo spójnikowi „i” lub „oraz”. Zatem opis na rysunkach 4.2 i 4.3 (str. 60) nie jest zgodny z rzeczywistością. Leczenie odbywało się przecież w wodzie „lub” roztworze składników odżywczych i prekursorów wytrącania, a nie jak zapisano „oraz”.

- 9) Str. 65. Tytuł podrozdziału *Analiza składu ziarnowego* nieprecyzyjny. Potencjalny czytelnik może oczekiwać tu także informacji o metodzie dotyczącej analizy uziarnienia kruszywa drobnego i grubego.
- 10) Rys. 6.12 i 6.13, str. 90. Opis osi y-owej prawej nieczytelny (brak znaczników).
- 11) Str. 90⁵⁻⁶ Brak precyzji w opisie wykonanych czynności: „*Przed dodaniem do mieszanek kruszywa zostały wysuszone w piecach laboratoryjnych i przesiane przez sita o odpowiednich wymiarach oczek.*” Ilu pieców użyto i jakie sita były odpowiednie?
- 12) Zdaniem Recenzenta umieszczanie w przypadku opisów do wzorów jednostek jest zbędne. Uwaga dotyczy również zapisów w tekście, m.in., str.73: „*Dodatkowo, próbki po badaniu przełamano w celu dokonania pomiaru wysokości penetracji wody [mm].*”
- 13) Str. 92³. Zamiast „*Ilość stosowanych w zaprawach cementowych nośników ...*” powinno być „*Liczba stosowanych w zaprawach cementowych nośników ...*”.
- 14) W podrozdziale 7.4.1 Autorka nie podała wprost co jest zmienną zależną (η), a w analizach poprzedzających nie podała zastosowanego dla tej wielkości symbolu.
- 15) Str. 106¹³. „*... i magnezu ...*” zbędne. Model A nie dotyczył związków magnezu.
- 16) M. in. str. 156, Rys. 8.9. Co Doktorantka rozumie pod pojęciem przełam rysy? Nie przełam rysy a przełam w obrębie rysy, a w zasadzie w obrębie pęknięcia. W tytule rysunku można również wskazać, że zdjęcia dotyczą zapraw.
- 17) W całym tekście pracy, zwłaszcza w obrębie II etapu badań Autorka stosuje charakterystyczny sposób odwołania się do wyników używając określenia „seria”. Na przykład „*Serie VI oraz VII,*”. Należałoby wskazać, że chodzi tu o zaprawy serii VI oraz VII.
- 18) Zamiast A_{tot} powinno być A. Indeks „tot” występuje w przedmiotowej normie przy określeniu łącznej długości linii pomiarowej (T_{tot}), co w przypadku zastosowania go do wielkości „A” byłoby odniesieniem tej wartości do powierzchni całego analizowanego obrazu, a nie wyłącznie przekrojów porów powietrznych.
- 19) Str. 179₁. Zamiast „*parametry mieszanki*” powinno być „*właściwości betonu*”. Przytoczone tu właściwości odnoszą się do betonu, a nie mieszanki.

Błędy przypadkowe

- 20) Str. 3²: zamiast „dr” powinno być „dr.”.
- 21) Str. 74⁷: zamiast „L” powinno być „ $\bar{L}$ ”

8. Wniosek końcowy

Recenzowana praca jest niewątpliwie oryginalnym dziełem naukowym o istotnym znaczeniu poznawczym i użytkowym oraz aktualnej tematyce, w którym Doktorantka wykazała się zarówno wiedzą teoretyczną niezbędną do osiągnięcia wyznaczonego celu naukowego i udowodnienia postawionej tezy, jak również wykazała się umiejętnością wnioskowania i samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Zawarte w ocenie uwagi nie umniejszają bardzo wysokiej wartości pracy.

Stwierdzam, że recenzowana praca spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim i wnoszę o dopuszczenie Pani mgr inż. Martyny Janek do jej publicznej obrony. Jednocześnie wnioskuję o wyróżnienie pracy.

