



Politechnika Wrocławska

Wydział Budownictwa Lądowego i Wodnego

Recenzent:

Prof. dr hab. inż. Krzysztof Schabowicz

Wrocław, 27.11.2024 r.

Wydział Budownictwa Lądowego i Wodnego

Politechniki Wrocławskiej

Wybrzeże Wyspiańskiego 27

50-370 Wrocław

Tel. kom. +48 608 040 183

E-mail: krzysztof.schabowicz@pwr.edu.pl

Adresat Recenzji:

Rada Dyscypliny Naukowej Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport

Wydział Budownictwa i Architektury

Politechnika Lubelska

ul. Nadbystrzycka 40

20-618 Lublin

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

Mgr inż. Martyny Janek

pt.: „*Inteligentne bionanomateriały w betonach samonaprawiających*”

1. Podstawa formalna

Podstawę formalną do wykonania niniejszej recenzji stanowią:

- Uchwała nr 2024/X/02 Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Politechniki Lubelskiej z dnia 23 października 2024 r.,
- Pismo Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Politechniki Lubelskiej z dnia 23 października 2024 r., podpisane przez Zastępcę Przewodniczącego Rady Pana dra hab. inż. Tomasza Lipeckiego.

2. Przedmiot i opis ogólny rozprawy

Przedmiot recenzji stanowi rozprawa doktorska mgr inż. Martyny Janek pt.: „*Inteligentne bionanomateriały w betonach samonaprawiających*”, a jej promotorem jest prof. dr hab. inż. Wojciech Franus, promotorem pomocniczym dr Adam Pyzik.

Rozprawa została przedłożona w formie zwartego jednostronnie zadrukowanego raportu w twardej oprawie i liczy 233 strony. Praca została napisana w języku polskim, zawiera 20 tabel i 77 rysunków. Składa się ona z 10 rozdziałów, bibliografii stanowiącej łącznie 215 pozycji głównie angielskojęzycznych i przede wszystkim z ostatnich ośmiu lat, 12 pozycji normowych. Do pracy dołączony jest załącznik, który zawiera rysunki i tabele. Treść rozprawy poprzedza streszczenie w języku polskim i angielskim, wykaz stosowanych skrótów i oznaczeń.

Układ pracy jest czytelny, charakterystyczny dla prac naukowych i badawczych, a sposób jej wydania jest poprawny.

Praca została zrealizowana w ramach projektu „Popioły lotne jako prekursorzy materiałów funkcjonalizowanych do zastosowania w inżynierii środowiska, budownictwie i rolnictwie” nr. POIR.04.04.00-00-14E6/18-00 realizowanego w ramach programu TEAM-NET Fundacji na rzecz Nauki Polskiej współfinansowanego ze środków Unii Europejskiej w ramach Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego.

3. Ocena merytoryczna rozprawy

3.1. Przedmiot i cel rozprawy

Problemem naukowym postawionym w pracy jest ocena zdolności zaleczania spękań w kompozytach cementowych za pomocą biologicznych środków naprawczych, opracowanych na bazie ureolitycznego szczepu bakterii *Bacillus subtilis*, składników odżywczych oraz prekursorów reakcji wytrącania. W skład środków naprawczych, oprócz wybranego szczepu bakterii, wchodziły różne związki wapnia i magnezu, pełniące rolę prekursorów wytrącania, a także cztery materiały służące jako nośniki mikroorganizmów w matrycy cementowej: diatomit, haloizyt, zeolit NaP1 oraz zeolit NaX.

Jak napisano w rozprawie sformułowano następującą zasadniczą hipotezę naukową: *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.

Cel pracy obejmował ocenę wpływu poszczególnych składników biologicznych środków naprawczych oraz warunków środowiska, na efektywność procesu mikrobiologicznego wytrącania węglanów oraz możliwość zaleczenia spękanych kompozytów cementowych jego produktami. Pozostałe cele określone w pracy to:

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.

3.2. Charakterystyka i ocena poszczególnych rozdziałów rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska składa się z dziesięciu rozdziałów uzupełnionych o streszczenia w języku polskim i angielskim, spis literatury oraz wykaz stosowanych skrótów i oznaczeń.

Rozdział pierwszy *Wstęp* zawiera wprowadzenie w tematykę pracy. Zamieszczono w nim genezę stanowiącą uzasadnienie wyboru tematu rozprawy oraz przybliżono jej zakres.

W rozdziale drugim *Przegląd literatury* dokonano obszernego przeglądu literatury w zakresie przedmiotu rozprawy. Na uwagę zasługuje fakt, że dokonano tego na podstawie aktualnej literatury światowej, angielskojęzycznej opublikowanej głównie w ciągu ostatnich lat. Przegląd ten jest obszerny, ale bardzo ciekawy podejmujący zagadnienia interdyscyplinarne.

W rozdziale trzecim *Teza badawcza, cele pracy* sformułowano hipotezę naukową, przedstawiono zasadniczy cel pracy i jej problem oraz wyznaczono zadania szczegółowe, które pozwoliły na realizację postawionego celu.

Rozdział czwarty *Plan badań* obejmuje program badawczy, który podzielony na trzy etapy. Etap I stanowił badania wstępne, pozwalające na przygotowanie oraz charakterystykę materiałów stosowanych jako biologiczne środki naprawcze wraz z optymalizacją rodzaju stężenia ich składników. Prace zaplanowane w ramach tego etapu, obejmowały m.in.: syntezę zeolitu popiołowego NaP1 oraz zeolitu ultraczystego NaX, charakterystykę nośników - diatomitu, haloizytu, zeolitu NaP1 oraz NaX, przygotowanie endospor bakterii szczepu *Bacillus subtilis*, wybór metody immobilizacji bakterii na nośnikach na podstawie porównania dwóch metod impregnacji materiałów, optymalizację składu roztworu składników odżywczych dla mikroorganizmów oraz prekursorów reakcji. Z kolei etap II obejmował wytworzenie i badanie zapraw cementowych z biologicznymi środkami naprawczymi przygotowanymi na bazie nośników, bakterii *B. subtilis* oraz składników odżywczych i prekursorów reakcji. Kluczową częścią tego etapu badań była ocena zdolności zastosowanych środków naprawczych do poprawy parametrów zapraw cementowych oraz określenie parametrów określających ich zdolności do samonaprawy dla próbek poddanych procedurze symulowanego zniszczenia. W ramach etapu III przeprowadzono badania betonów zawierających biologiczne środki naprawcze wytworzone na bazie dwóch z uprzednio stosowanych nośników: diatomitu oraz zeolitu NaP1. Wyznaczono szereg cech fizycznych oraz mechanicznych zaprojektowanych betonów. Dla próbek poddanych procedurze sztucznego zniszczenia określono parametry obrazujące zdolność do samonaprawy, analogicznie do badań przeprowadzonych na zaprawach cementowych. Dodatkowo, część próbek pielęgnowano w zmiennych warunkach środowiskowych, w celu określenia wpływu takich parametrów jak wilgotność i karbonatyzacja na wytrzymałość betonów oraz zdolność do uszczelniania struktury próbek przez wytrącanie w procesie naprawy produkty.

W rozdziale piątym *Metody badawcze* scharakteryzowano metody analiz i opisano procedury badawcze związane z betonem, a także m.in. metody syntezy zeolitów, procedury impregnacji nośników bakteriami, badanie przeżywalności bakterii, analizę statystyczną wyników badań.

Rozdział szósty *Materiały* – zawiera informacje na temat materiałów wykorzystanych do badań, w tym bakterii, optymalizację składu roztworu składników odżywczych oraz prekursorów reakcji przeprowadzono dla różnych kombinacji następujących związków chemicznych: mocznika, mleczanu wapnia, octanu wapnia, azotanu wapnia, azotanu magnezu, chlorku wapnia, chlorku magnezu, stosowanych w różnych stężeniach. Do określenia współczynnika zmniejszenia powierzchni rys przygotowano 37 kombinacji roztworów, natomiast do badania wytrącania osadów w warunkach kontrolowanych przygotowano 20 kombinacji roztworów. Podano także informację na temat

zastosowanego cementu i nośników: diatomit, haloizyt, zeolit NaP1, zeolit NaX, a także kruszywa i dodatków.

W rozdziale siódmym *Wyniki badań etapu I* zamieszczono otrzymane rezultaty z I etapu badań. Niektóre podrozdziały nazwano dosyć niefortunnie, np. 7.1 pH_{PZC}, zamiast np. *Otrzymane wartości punktu zerowego ładunku*. W rozdziale tym określono żywotności bakterii immobilizowanych na nośnikach, współczynnik zmniejszenia powierzchni rys, podano skład fazowy produktów wytrącania, przeanalizowano mikrostrukturę produktów wytrącania.

Rozdział ósmy *Wyniki badań etapu II* zawiera otrzymane rezultaty z II etapu badań, w tym badania zapraw cementowych z dodatkiem środków naprawczych, współczynnika odzyskania wytrzymałości na ściskanie, współczynnika zmniejszenia powierzchni rys, współczynnika odzyskania odporności na przepuszczalność wody.

W rozdziale dziewiątym *Wyniki badań etapu III* zamieszczono otrzymane rezultaty z III etapu badania betonów zawierających biologiczne środki naprawcze wytworzone na bazie dwóch z uprzednio stosowanych nośników: diatomitu oraz zeolitu NaP1. Wyznaczono szereg cech fizycznych oraz mechanicznych zaprojektowanych betonów. Dla próbek poddanych procedurze sztucznego zniszczenia określono parametry obrazujące zdolność do samonaprawy, analogicznie do badań przeprowadzonych na zaprawach cementowych.

Rozdział dziesiąty *Wnioski końcowe i kierunki dalszych badań* stanowi podsumowanie całej rozprawy. Zawiera wnioski końcowe i kierunki dalszych badań. Hipoteza badawcza sformułowana w pracy została potwierdzona poprzez wykazanie skuteczności procesu samonaprawy w obecności bakterii *Bacillus subtilis* oraz wyselekcjonowanych prekursorów wytrącania i składników odżywczych. Przeprowadzone analizy wykazały, że oprócz biotycznego procesu, odbywającego się w obecności mikroorganizmów, znaczną rolę w formowaniu krystalicznych produktów naprawy odgrywają procesy abiotyczne, wynikające z dostarczenia jonów zawartych w roztworach prekursorów wytrącania i składników odżywczych. Doktorantka wskazała, że zrealizowane badania oraz wyciągnięte z nich wnioski wskazują na występowanie luk badawczych w zakresie analizowanych procesów i sugerują obszary, które powinny być przedmiotem przyszłych badań. Takie badania zostały zaproponowane.

Przedstawiona w rozprawie i zweryfikowana doświadczalnie metodyka badań jest moim zdaniem trafna i poprawna pod względem merytorycznym. Zaprezentowane analizy odnoszą się zarówno do literatury krajowej jak i międzynarodowej. Podjęta tematyka wydaje się aktualna i potrzebna. Niewiele jest także prac poświęconych tej tematyce. Na uwagę zasługuje również staranność wykonanych badań i ich aplikacyjność w projektowaniu.

4. Uwagi krytyczne

Na wstępie chciałbym podkreślić, że przedstawione w niniejszym punkcie uwagi krytyczne odnośnie recenzowanej rozprawy zostały podane w charakterze dyskusji i pewnego rodzaju uporządkowania przedstawionych treści z nadzieją, że mogą być przydatne i zostaną wykorzystane w trakcie opracowywania publikacji naukowych kierowanych do czasopism z tej tematyki.

Znaczną część uwag krytycznych podano już w punkcie 3.2 przy recenzowaniu poszczególnych rozdziałów. Poniżej je zebrano i usystematyzowano. I tak:

- 4.1. Tytuł rozprawy zawiera wszystko to, co jest w rozprawie.
- 4.2. Praca napisana jest dobrym językiem z uwzględnieniem zasad stylistycznych, gramatycznych oraz interpunkcyjnych.
- 4.3. W etapie badań I – E – optymalizacja składu roztworu składników odżywczych i prekursorów wytrącania brak, który według opisu miał na celu rozpoznanie procesu wytrącania węglanów w obecności zastosowanego szczepu bakterii *Bacillus subtilis* zastosowana kolejność badań wydaje się być nielogiczna z punktu widzenia celu badań jakim była analiza procesu. Wydaje się, że najpierw powinno przeprowadzić się badania w warunkach kontrolowanych (rozdział 7.5), a dopiero na podstawie badań teoretycznych przeprowadzić weryfikację procesu w środowisku kompozytu cementowego (rozdział 7.4). Dlaczego eksperymenty zostały przeprowadzone i przedstawione w ten sposób?
- 4.4. Zazwyczaj celem naprawy spękań w betonach jest poprawa właściwości mechanicznych oraz trwałości konstrukcji. Czy w zestawieniu z analizą współczynnika odzyskania wytrzymałości na ściskanie oraz odzyskania właściwości transportowych (przepuszczalność wody oraz jonów chlorkowych) właściwe jest stosowanie współczynnika naprawy powierzchniowej do oceny jakości naprawy? Prowadzone badania powierzchniowego zaleczania spękań nie odpowiadają na pytanie o głębokość wytrącania osadów naprawczych. Jaka była głębokość osadów powstających w spękaniach? Czy możliwym jest całkowite wypełnienie spękania na skutek zaproponowanego procesu leczenia?
- 4.5. Pomimo szerokiego zakresu zastosowanych wariantów środków naprawczych z wykorzystaniem proponowanych nośników (diatomit, haloizyt, zeolit NaP1 oraz zeolit NaX) w połączeniu z wybranymi bakteriami oraz roztworami składników odżywczych, praca nie odpowiada na pytanie o ogólnej możliwości zastosowania metody MICP w naprawie spękanych kompozytów cementowych. Jakie są możliwości uzyskania opisywanej przez Doktorantkę skuteczności leczenia przy zastosowaniu innych szczepów bakterii lub innych roztworów prekursorów wytrącania?

- 4.6. Opisywane w pracy wyniki odnoszą się do zdolności naprawy małych próbek kompozytów cementowych w kontrolowanych warunkach laboratoryjnych. W praktyce, spękania betonów są przede wszystkim problemem w dużych, zbrojonych konstrukcjach. Jaka jest możliwość praktycznej implementacji metody? Opisywane czynniki wpływające na efektywność procesu w warunkach kompozytu cementowego zdają się w znacznym stopniu wskazywać na ograniczający wpływ matrycy cementowej na proces MICP, co w konsekwencji prowadzi do niskiej opłacalności i efektywności stosowania metody. Czy w związku z tym, prowadzone badania nie są jedynie teoretycznymi rozważaniami, które nie mają praktycznego zastosowania? Jakie jest praktyczne zastosowanie zaproponowanej metody w praktyce inżynierskiej?
- 4.7. W pracy przeprowadzono analizy statystyczne wyników badań etapu I – rozdział 5.23, 7.4.1, 7.5.1. Dla analizy zmiennej mas osadów wytrączanych w warunkach kontrolowanych (Sekcja 7.5) zastosowano model liniowy zwany analizą kowariancji – ANCOVA. Do analizy zmiennych zależnych f_c (Sekcja 8.1) oraz f_{ct} (Sekcja 8.2), charakteryzujących się rozkładem normalnym, przeprowadzono przy użyciu testu parametrycznego – analizy wariancji ANOVA (z ang. ANalysis Of VAriance). W przypadku analizy statystycznej zmiennej zależnej kR (Sekcja 8.4), która nie spełniała założenia normalności rozkładu, zastosowano nieparametryczny test Scheirer-Ray-Hare’a będący rozszerzeniem testu Kruskala-Wallisa, który pozwala na analizę interakcji efektów. W jakim celu stosowane różne narzędzia i jakie efekty dzięki temu uzyskano?
- 4.8. Wybór modeli mieszanych w analizie statystycznej (7.4.1, 8.3.) jest uzasadniony w kontekście hierarchicznej struktury danych i konieczności uwzględnienia efektów losowych. Jednak jak wskazano w pracy - niektóre założenia modeli zostały naruszone. Należałoby bardziej szczegółowo omówić kwestię wpływu naruszeń założeń modelu na wiarygodność oraz interpretowalność wyników, wskazać możliwe metody korekcji naruszeń lub rozważyć zastosowanie alternatywnych metod analizy. W obecnej formie, trudnym jest rzeczywiste określenie wiarygodności przedstawionych analiz.
- 4.9. Należałoby bardziej wnikliwie przeanalizować rezultaty badań i tym samym rozszerzyć wnioski.

5. Wnioski

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Martyny Janek pt.: „*Inteligentne bionanomateriały w betonach samonaprawiających*”, której promotorem jest prof. dr hab. inż. Wojciech Franus, promotorem pomocniczym dr Adam Pyzik stanowi rozwiązanie oryginalnego zadania naukowego dotyczącego oceny zdolności zaleczania spękań w kompozytach cementowych za pomocą biologicznych środków naprawczych, opracowanych na bazie ureolitycznego szczepu bakterii *Bacillus subtilis*, składników odżywczych oraz prekursorów reakcji wytrącania.

Uważam, że przedstawiony w rozprawie cel został osiągnięty, a sformułowane zadanie naukowe rozwiązane. Rozprawa doktorska wykazuje zatem umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Doktorantkę.

Należy zauważyć, że Doktorantka wykazała się bardzo dobrą znajomością aktualnego stanu wiedzy naukowej i technicznej w zakresie prezentowanej tematyki, która podejmowana jest od pewnego czasu na Wydziale Budownictwa i Architektury Politechniki Lubelskiej. Świadczy to o dojrzałości naukowej Doktorantki, a przede wszystkim o jakości szkoły z jakiej się wywodzi. Niewątpliwie wpłynęło to korzystnie na całość pracy i dało możliwość nauczania się programowania i prowadzenia badań naukowych i doświadczalnych. Wykonano badania, na bardzo dobrym poziomie, które poszerzyły istniejącą bazę wiedzy. Na tej podstawie dokonano krytycznej analizy otrzymanych rezultatów przeanalizowano je i opracowano wnioski. Całość pracy świadczy jednak o przygotowaniu do samodzielnego prowadzenia prac naukowych i badawczych. Rozprawa wnosi istotny wkład w rozwój wiedzy w dyscyplinie inżynieria lądowa, geodezja i transport, ma znaczenie naukowe i praktyczne. Ponadto rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, oryginalne rozwiązanie w zakresie zastosowania wyników badań własnych Doktorantki w strefie gospodarczej.

W pracy zbadano wpływ poszczególnych składników środków naprawczych na skuteczność tworzenia osadów naprawczych, zarówno w warunkach ściśle kontrolowanych, jak i w środowisku kompozytu cementowego. Oceniono również zdolność samonaprawy zapraw i betonów zawierających biologiczne środki naprawcze, przygotowane przez impregnację nośników. Przeprowadzone badania umożliwiły scharakteryzowanie produktów procesu naprawy, które były ilościowo oraz jakościowo zależne od obecności składników środków naprawczych oraz warunków środowiska, w którym zachodził proces. Mimo potwierdzonej aktywności bakterii i wytrącania węglanów poprzez mikrobiologiczne indukowanie, szczegółowe analizy wykazały, że znaczny udział w powstawaniu osadów naprawczych mają procesy abiotyczne, czyli przebiegające bez udziału mikroorganizmów. Analiza zdolności samonaprawy zapraw i betonów wykazała skuteczność uszczelniania mikrospekkań wewnątrz matrycy oraz powierzchniowych spękań o szerokości około 0,3

mm. Skuteczność naprawy zależała od składników środków naprawczych, a także od warunków pielęgnacji próbek w trakcie leczenia. Uszczelnianie spękań wewnętrznych było efektywniejsze przy pielęgnacji próbek w wodzie, natomiast w przypadku większych spękań powierzchniowych – w roztworze prekursorów wytrącania. Przeprowadzone analizy, poparte statystyczną weryfikacją wpływu badanych zmiennych na proces, potwierdziły potencjał stosowania opracowanych środków naprawczych w samonaprawiających zaprawach i betonach, jednocześnie podkreślając znaczenie odpowiedniego doboru prekursorów wytrącania oraz nośników dla mikroorganizmów.

Biorąc pod uwagę powyższe wnoszę o wyróżnienie pracy.

6. Sentencja Recenzji

Moim zdaniem recenzowana rozprawa mgr inż. Martyny Janek pt.: „*Inteligentne bionanomateriały w betonach samonaprawiających*” **spełnia wymogi stawiane w Ustawie** z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (z późniejszymi zmianami) **oraz w Rozporządzeniu** Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z 19 stycznia 2018 r. – i dlatego wnoszę o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

Z poważaniem,



Prof. dr hab. inż. Krzysztof Schabowicz